

ANÁLISIS DE LOS FACTORES RELEVANTES EN LA EXTRACCIÓN MECÁNICA DE ACEITE DE *JATROPHA*
CURCAS, CULTIVADAS EN LA SUBREGION OCCIDENTAL DE ANTIOQUIA (COLOMBIA).

Julio César Betancur Prisco

ESCUELA DE INGENIERÍA

UNIVERSIDAD EAFIT

MEDELLÍN

2014

ANÁLISIS DE LOS FACTORES RELEVANTES EN LA EXTRACCIÓN MECÁNICA DE ACEITE DE *JATROPHA*
CURCAS, CULTIVADAS EN LA SUBREGION OCCIDENTAL DE ANTIOQUIA (COLOMBIA).

Julio César Betancur Prisco

Trabajo de grado para optar por el título de Maestría en Ingeniería

Asesor:

Luis Santiago París

Candidato a PhD en Ingeniería – Énfasis Energía

Master en Ingeniería de Polímeros y Materiales Compuestos

Ingeniero Mecánico

ESCUELA DE INGENIERÍA

UNIVERSIDAD EAFIT

MEDELLÍN

2014

AGRADECIMIENTOS

Gracias a las personas que apoyaron la realización de cada una de las pruebas experimentales: Andrés Ramírez, Jorge Moreno, Nicolás Hadad, Juan Felipe Ocampo, Mónica Manrique y Andrés Felipe Graciano. También un agradecimiento especial al profesor Diego Acosta por su apoyo en el análisis estadístico de la información.

Gracias a la Universidad EAFIT, al departamento de Ingeniería Mecánica e Ingeniería de Procesos, y a los diferentes laboratorios que hicieron posible muchos de los ensayos realizados. Además el más especial de los agradecimientos a los profesores Carolina Mira Hernández y Luis Santiago París, quienes han sido mis maestros y guías en este proceso de continuo aprendizaje.

Un agradecimiento a COLCIENCIAS (Departamento Administrativo de Ciencia, Tecnología e Innovación), por su aporte en el desarrollo de este proyecto; a la Universidad EAFIT, por su apoyo tanto en equipos y en espacios, como en recursos humanos; al grupo de investigación IEXS (Ingeniería, Exergía y Sostenibilidad), bajo el cual se concibió y realizó todo este proyecto y a la empresa COLBIO (Colombiana de Biocombustibles), quien suministró el grano para cada uno de los ensayos, además de suministrar información relevante al proyecto.

Por último, y no por ello menos importante, gracias a mi familia; quienes siempre han estado ahí. A mis amigos, especialmente a Juan Esteban Ospina, Sebastián Múnera, Daniel Bohórquez y Juliana Jaramillo, quienes me han apoyado durante todo el desarrollo de mi vida profesional.

TABLA DE CONTENIDO

Agradecimientos	3
Tabla de contenido.....	4
Lista de figuras	8
Lista de tablas.....	10
Introducción	13
Resumen.....	15
Palabras claves	16
1 Aspectos generales.....	17
1.1 Planteamiento del problema	17
1.2 Objetivos	18
1.2.1 Objetivo general.....	18
1.2.2 Objetivos específicos.....	18
2 Marco Teórico	19
2.1 Generalidades	19
2.1.1 <i>Jatropha curcas</i>	19
2.1.2 Procesos de extracción.....	21
2.1.2.1 Extracción con solventes	22
2.1.2.2 Extracción con agua.....	23
2.1.2.3 Extracción con <i>CO2</i> supercrítico	23
2.1.2.4 Extracción con enzimas	24
2.1.2.5 Extracción mecánica.....	25
2.1.2.5.1 Prensa tipo <i>Ram</i>	28
2.1.2.5.2 Prensa tipo <i>Expeller</i>	29

2.2	Caracterización del grano.....	32
2.3	Biodiesel	33
2.3.1	Biodiesel en Colombia	35
3	Caracterización del grano y albumen de <i>Jatropha curcas</i>	37
3.1	Materiales y Métodos	37
3.1.1	<i>Jatropha curcas</i>	37
3.1.2	Propiedades físicas.....	37
3.1.2.1	Dimensiones de granos y albumen (Ensayos Dimensionales)	38
3.1.2.2	Humedad en base seca del grano y de la cáscara	39
3.1.2.3	Fracción de masa de cáscara y albumen en los granos de <i>Jatropha curcas</i>	41
3.1.2.4	Densidad de grano y albumen.....	42
3.1.3	Propiedades mecánicas.....	42
3.1.3.1	Fuerza para la fractura del grano	42
3.1.4	Propiedades termoquímicas	44
3.1.4.1	Poder calorífico del grano, albumen de <i>Jatropha curcas</i>	44
3.1.5	Contenido de Aceite	46
3.2	Análisis y Resultados	48
3.2.1	Propiedades Físicas	48
3.2.1.1	Dimensiones de Grano y Albumen (Ensayos Dimensionales).....	48
3.2.1.2	Humedad base seca del grano y la cáscara.....	49
3.2.1.3	Fracción de masa de cáscara y albumen en los granos de <i>Jatropha curcas</i>	50
3.2.1.4	Densidad de granos y albumen	51
3.2.2	Propiedades Mecánicas.....	52
3.2.2.1	Fuerza y energía para fractura del grano	52
3.2.3	Propiedades termoquímicas	53
3.2.3.1	Poder calorífico del grano, albumen y torta de <i>Jatropha curcas</i>	53

3.2.4	Contenido de Aceite	54
4	Diseño de experimentos para el proceso de extracción mecánica de aceite de <i>Jatropha curcas</i>	57
4.1	Diseño factorial	59
4.1.1	Diseño factorial 2^k	60
4.2	Planeación diseño de experimentos.	60
4.2.1	Diseño de Experimentos <i>Plackett-Burman</i>	61
4.2.2	Diseño de experimentos 2^{5-2}	62
4.2.3	Diseño de Experimentos <i>Box-Behnken</i>	64
4.2.4	Optimización	66
4.2.5	Pre-tratamientos	67
4.2.5.1	Descascarado y separación	68
4.2.5.2	Cocción	69
4.2.5.3	Secado	70
4.2.5.4	Disminución de tamaño de grano	72
4.2.5.4.1	Molienda	72
4.2.5.4.2	Determinación de tamaño de grano después de la molienda	72
4.2.6	Extracción de aceite	74
4.2.6.1	Prensa Mecánica Manual	74
4.2.6.2	Proceso de extracción	75
4.3	Análisis y resultados	77
4.3.1	Diseño de experimentos <i>Plackett-Burman</i>	77
4.3.2	Diseño de experimentos 2^{5-2}	80
4.3.3	Diseño de experimentos <i>Box-Behnken</i>	82
4.3.3.1	Análisis del modelo	85
4.3.3.2	Análisis de varianza (<i>ANOVA</i>).....	86

4.3.3.3	Verificación de Supuestos	87
4.3.4	Optimización mediante metodología de superficie de respuesta (MSR)	94
5	Características fisico-químicas del aceite obtenido	100
5.1	Materiales y métodos	100
5.1.1	Índice de refracción.....	100
5.1.2	Viscosidad.....	102
5.1.3	Densidad.....	103
5.1.4	Índice de acidez.....	104
5.1.5	Índice de yodo	105
5.1.6	Contenido de fósforo	108
5.1.7	Índice de saponificación.....	110
5.1.8	Punto de inflamación y combustión	112
5.1.9	Poder Calorífico	113
5.1.10	Cromatografía y perfil Lipídico	114
5.2	Análisis y resultados.....	115
5.2.1	Resultados de análisis para el aceite extraído bajo condiciones óptimas de rendimiento.....	122
6	Conclusiones.....	126
7	Trabajo futuro	130
8	Bibliografía	131
9	Anexos.....	141
9.1	Códigos en R.....	141
9.1.1	Código Diseño de experimentos 2^{5-2}	141
9.1.2	Código diseño de experimentos <i>Box-Behken</i> y MSR.....	143
9.2	Código en GAMS.....	150

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Distribución Geográfica de Zonas para el Cultivo de <i>Jatropha</i> y Palma de Aceite.....	20
Figura 2. Usos de la planta y granos de <i>Jatropha curcas</i>	21
Figura 3. Prensa tipo <i>Ram Bielenberg</i> (Izq) y prensa tipo <i>Expeller</i> (Der).	26
Figura 4. Prensa <i>Ram</i>	28
Figura 5. Esquema de prensa tipo <i>Expeller</i>	29
Figura 6. Proyección de demanda de energía para el sector transporte. Gasolina, Diesel, GNV. y Producción de Biodiesel en Colombia.....	36
Figura 7. Sistema de referencia definido para medición de dimensiones de grano y albumen de <i>Jatropha curcas</i>	39
Figura 8. Montaje ensayo de fuerza de fractura para granos de <i>Jatropha Curcas</i>	43
Figura 9. Variación de la temperatura durante el tiempo del ensayo de poder calorífico.....	45
Figura 10. Variación del peso de la muestra de granos de <i>Jatropha curcas</i> sometido al proceso de secado a 60°C.	49
Figura 11. Granos de <i>Jatropha curcas</i> después de ser sometidos al ensayo de fuerza de fractura.	52
Figura 12. Diagrama de flujo para pre-tratamientos de molienda, cocción y secado para semillas de <i>Jatropha curcas</i> de acuerdo a algunos tratamientos del diseño de experimentos.	68
Figura 13. Diagrama de flujo para pre-tratamientos de pelado, molienda, cocción y secado para semillas y albumen de <i>Jatropha curcas</i> de acuerdo a algunos tratamientos del diseño de experimentos.	68
Figura 14. Granos de <i>Jatropha curcas</i> durante proceso de cocción	70
Figura 15. Curvas de secado para grano y albumen después del proceso de cocción.	71
Figura 16. Montaje de tamices usados para la determinación del tamaño del grano.	73
Figura 17. Modelo (izq.) y prototipo físico (der.) de prensa mecánica utilizada en el desarrollo del proyecto.	74
Figura 18. Comportamiento del rendimiento del proceso de extracción con respecto al contenido de humedad.	79
Figura 19. Gráfica normal cuantil cuantil para los residuales del rendimiento del proceso de extracción de aceite a partir de <i>Jatropha curcas</i>	89
Figura 20. Histograma y curva de distribución para rendimiento del proceso de extracción de aceite a partir de <i>Jatropha curcas</i>	89

Figura 21. Gráfica de predichos vs residuales para el rendimiento del proceso de extracción de aceite a partir de <i>Jatropha curcas</i>	92
Figura 22. Gráfica de orden de corrida vs residuales para el rendimiento del proceso de extracción de aceite a partir de <i>Jatropha curcas</i>	93
Figura 23. Diagramas de superficie de respuesta tridimensionales para el rendimiento del proceso de extracción mecánico de aceite de <i>Jatropha curcas</i> , de acuerdo a la combinación de factores del proceso.....	95
Figura 24. Curvas de nivel con la combinación de factores del proceso de extracción mecánica de aceite de <i>Jatropha curcas</i>	96
Figura 25. Refractómetro usado en prueba de índice de refracción.	101
Figura 26. Cruz de enfoque en mirilla de ensayo de refracción.....	101
Figura 27. Montaje ensayo de viscosidad en viscosímetro <i>Brookfield</i>	102
Figura 28. Picnómetro vacío (izq.) y lleno (der.) en ensayo de densidad	103
Figura 29. Punto final de titulación del aceite para determinar índice de acidez	105
Figura 30. Mezcla de aceite, solvente y reactivo de <i>Wijs</i> en ensayo de índice de yodo.....	107
Figura 31. Solución con las gotas de almidón (izq.) y con la titulación terminada (der.)	107
Figura 32. Soluciones de la calibración de fosfatos para la realización de la curva estándar.....	109
Figura 33. Curva estándar de absorbancia contra el contenido en miligramos de fósforo.....	109
Figura 34. Montaje para reacción de solución etanólica de KOH y muestras de aceite de <i>Jatropha curcas</i>	111
Figura 35. Ensayo de medición de la temperatura de inflamación.....	113
Figura 36. Bomba calorimétrica usada para los ensayos de poder calorífico	114

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Adaptado de especificaciones de aceite para biodiesel según norma DIN V-51605.	31
Tabla 2. Requerimientos de calidad del diesel y el biodiesel (Ministerio de Minas y Energía	34
Tabla 3. Dimensiones geométricas básicas de granos y albumen de <i>Jatropha curcas</i> CBP-2.	49
Tabla 4. Resultados ensayo de humedad base seca del grano y cáscara de <i>Jatropha curcas</i>	50
Tabla 5. Contenido de cáscara y albumen en granos de <i>Jatropha curcas</i>	51
Tabla 6. Datos de granos y albumen de <i>Jatropha curcas</i> usados para realizar cálculos de densidad.	51
Tabla 7. Densidad, volumen específico y gravedad específica de albumen y grano completo de <i>Jatropha curcas</i>	52
Tabla 8. Resultados ensayo fuerza de fractura de granos de <i>Jatropha curcas</i>	53
Tabla 9. Poder calorífico de la cáscara, el albumen y la torta (mezcla albumen y cáscara) de granos de <i>Jatropha curcas</i>	54
Tabla 10. Porcentaje másico de aceite extraído usando bencina como solvente a partir de granos y albumen de <i>Jatropha curcas</i>	54
Tabla 11. Porcentaje másico de aceite extraído usando hexano como solvente a partir de granos y albumen de <i>Jatropha curcas</i>	55
Tabla 12. Características fisicoquímicas del aceite de <i>Jatropha curcas</i> extraído por solventes.	55
Tabla 13. Factores y niveles de diseño de experimentos <i>Plackett-Burman</i>	61
Tabla 14. Matriz de diseño de experimentos para el modelo <i>Plackett-Burman</i>	62
Tabla 15. Factores y niveles de diseño de experimentos tipo 2^{5-2}	63
Tabla 16. Factores fijos seleccionados para el diseño de experimentos tipo factorial 2^{5-2}	63
Tabla 17. Matriz de diseño de experimentos tipo 2^{5-2}	63
Tabla 18. Factores y niveles de diseño de experimentos tipo <i>Box-Behnken</i>	64
Tabla 19. Factores fijos seleccionados para el diseño de experimentos tipo <i>Box-Behnken</i>	65
Tabla 20. Matriz de diseño de experimentos tipo <i>Box-Behnken</i>	65
Tabla 21. Resultados proceso de tamizaje de grano completo y grano después de proceso de molienda.	73
Tabla 22. Matriz de tratamientos diseño de experimentos <i>Plackett-Burman</i> con niveles.....	77
Tabla 23. Valores de variables de respuesta obtenidos de acuerdo a diseño de experimentos <i>Plackett-Burman</i>	78

Tabla 24. Matriz de tratamientos diseño de experimentos 2^{5-2} con niveles.....	80
Tabla 25. Valores de variables de respuesta de acuerdo a diseño de experimentos 2^{5-2}	81
Tabla 26. Resultados regresión multivariable conseguidos con R para el diseño de experimentos 2^{5-2}	81
Tabla 27. Matriz de tratamientos diseño de experimentos <i>Box-Behnken</i> con niveles.....	82
Tabla 28. Valores de variables de respuesta de acuerdo a diseño de experimentos <i>Box-Behnken</i> .	83
Tabla 29. Resultados regresión multivariable conseguidos con R para el diseño de experimentos <i>Box-Behnken</i>	84
Tabla 30. Resultados de análisis de varianza (ANOVA) para el rendimiento del proceso de extracción.....	86
Tabla 31. Valores óptimos de temperatura y presión del proceso y contenido de cáscara sin restricciones en el modelo matemático.....	96
Tabla 32. Autovalores del modelo del proceso de extracción hallados mediante la metodología de superficie de respuesta.....	97
Tabla 33. Valores óptimos de temperatura y presión del proceso y contenido de cáscara con restricciones.....	98
Tabla 34. Valores óptimos de temperatura y presión del proceso y contenido de cáscara con mayor rango de temperatura del proceso.....	99
Tabla 35. Rendimiento real y teórico de proceso de extracción de aceite para <i>Jatropha curcas</i> a partir del modelo de optimización hallado.....	99
Tabla 36. Propiedades de muestras de aceite obtenidas del diseño de experimentos <i>Plackett-Burman</i>	115
Tabla 37. Promedio y porcentaje de variación de propiedades de muestras de aceite obtenidas del diseño de experimentos <i>Plackett-Burman</i>	116
Tabla 38. Promedio y porcentaje de variación de propiedades de muestras de aceite obtenidas del diseño de experimentos <i>Plackett-Burman</i> , sin considerar el tratamiento 7.....	117
Tabla 39. Propiedades de muestras de aceite obtenidas del diseño de experimentos factorial fraccionado 2^{5-2}	119
Tabla 40. Propiedades de muestras de aceite obtenidas del diseño de experimentos factorial fraccionado <i>Box- Behnken</i>	121
Tabla 41. Comparación de índice de acidez del diseño de experimentos <i>Box-Behnken</i> con el diseño <i>Plackett-Burman</i> y factorial fraccionado 2^{5-2}	122

Tabla 42. Propiedades del aceite de <i>Jatropha curcas</i> obtenido con los factores óptimos, comparadas con reportes de otras investigaciones.....	123
Tabla 43. Resultados Análisis cromatográfico de aceite de <i>Jatropha curcas</i> extraído bajo parámetros óptimos (Parte 1).....	124
Tabla 44. Resultados Análisis cromatográfico de aceite de <i>Jatropha curcas</i> extraído bajo parámetros óptimos (Parte 2).....	125

RESUMEN

Una opción promisoriosa en el campo de los biocombustibles es el biodiesel obtenido del aceite de los granos de *Jatropha Curcas*. Ésta es una planta que se desarrolla en países tropicales, puede crecer en suelos marginales, con poca irrigación y ayuda a controlar la erosión de los suelos. Este arbusto crece rápidamente y produce semillas con un contenido de aceite alrededor del 35%, y es una especie que no compite con los cultivos con fines alimenticios. Sin embargo, para que la producción de biodiesel a partir de *Jatropha* sea sostenible y rentable se requiere investigación y desarrollo tecnológico, en todas las etapas de la cadena productiva.

Este proyecto presenta los resultados de un proceso de investigación y evaluación que tiene como objetivo analizar factores relevantes en el proceso de extracción mecánica de aceite, a partir de *Jatropha curcas* cultivadas en la subregión occidental de Antioquia (Colombia). Estos datos brindan información relevante para el diseño de equipos y procesos para la producción de aceite de *Jatropha*.

Como resultado de la investigación se obtuvieron datos como: la fuerza requeridas para la fractura de la cáscara y la deformación del grano, dimensiones promedio de los granos, fracciones de cáscara y albumen en la semilla, humedad, contenido de aceite, poder calorífico de la cáscara, y el albumen; entre otras. Todas estas variables, además de ser útiles para el proceso de diseño, permiten evaluar usos alternativos para subproductos del proceso de extracción. Cabe anotar, que es poca la información que se encuentra con respecto a este grano, en el contexto colombiano.

Además de la información física, mecánica y termoquímica de las semillas, se obtuvieron, mediante la implementación de diferentes diseños de experimentos, los factores más relevantes del proceso de extracción mecánico con una prensa tipo RAM, a partir de *Jatropha curcas*, en el rendimiento del proceso. Asimismo a partir de estos factores se desarrolló un modelo de

optimización para obtener el mayor rendimiento del proceso de extracción de aceite, bajo las condiciones de este proceso.

Por último se determinaron algunas propiedades físico-químicas del aceite obtenido, teniendo en consideración que la meta sería su posterior transformación en biodiesel. En la mayoría de estos ensayos se desarrollaron y estructuraron métodos que pueden ser replicados en caso de necesitarlos para diferentes aceites.

PALABRAS CLAVES

Jatropha curcas, extracción mecánica, propiedades, diseño de experimentos, aceite, proceso, biocombustible, rendimiento.

INTRODUCCIÓN

La *Jatropha curcas* es una opción energética considerada promisoría, sobre todo para países ubicados en trópicos y sub-trópicos (Beerens, 2007), debido a que el aceite que se puede extraer de ella puede ser transformado en biodiesel. Además de ser una planta silvestre que se desarrolla en países tropicales, puede crecer en suelos marginales, sin irrigación y ayuda a controlar la erosión de los suelos (Achten et al., 2008). Esta planta crece rápidamente y produce semillas con alto contenido de aceite, aproximadamente 35% (porcentaje medido sobre el peso del grano completo) durante varios años. También es importante aclarar que las condiciones de cultivo de esta especie reducen su competencia con cultivos con fines alimenticios.

El proceso de extracción mecánica de aceite a partir de semillas, involucra tres conjuntos de factores fundamentales; la semilla oleaginosa a partir de la cual se va a obtener el aceite, las variables del proceso de extracción y el equipo utilizado para realizar el proceso. Este proyecto se desarrolló alrededor de la caracterización y análisis de las dos primeras, la variedad de *Jatropha curcas* usada y las variables relevantes del proceso. En cuanto al último aspecto, se decidió diseñar y manufacturar un equipo simple, que permitiera realizar ensayos a escala de laboratorio. Sin embargo, para hacer más sostenible y eficiente el proceso de extracción de aceite se requiere investigación y desarrollo tecnológico en las diferentes etapas de la cadena productiva.

Algunas investigaciones que han sido desarrolladas acerca del proceso de extracción mecánica de aceite a partir de *Jatropha curcas*, han usado equipos comerciales, tipo *expeller* principalmente, para su desarrollo, obteniendo resultados de parámetros de operación y condiciones del grano. Pero, es relevante anotar que es poca la información que se encuentra sobre esta especie cultivada en Colombia y su comportamiento en el proceso de extracción.

Este proyecto está estructurado en tres partes plenamente diferenciables, la determinación de algunas propiedades relevantes del grano, cáscara y albumen, características del proceso de extracción mecánico de aceite y determinación de propiedades físicas y químicas del aceite obtenido. Información útil para el diseño de equipos y procesos de esta cadena productiva, además de dar cabida al planteamiento y evaluación de opciones de aprovechamiento de los subproductos.

Este proyecto responde a la continuación de diferentes proyectos de investigación, realizados a diferentes niveles dentro de la universidad EAFIT; semilleros de investigación, proyectos de grado e investigación, alrededor de la *Jatropha curcas* como opción energética. Con un interés especial en el proceso de extracción mecánica de aceite, como factor fundamental del proceso de producción biodiesel a partir de esta oleaginosa.

1 ASPECTOS GENERALES

1.1 Planteamiento del problema

La *Jatropha curcas* como opción energética, es una especie que cada vez toma más fuerza alrededor del mundo, y es considerada promisoría debido a que puede ser cultivada en tierras semiáridas, entre otras características; disminuyendo la competencia con los cultivos alimenticios. Además de ser una planta perenne y con alto contenido de aceite. Sin embargo, es una especie que requiere de investigación y desarrollo que contribuya a hacer más sostenible su cadena productiva.

El objeto de estudio del presente proyecto son los factores relevantes involucrados en el proceso de extracción mecánica de aceite a partir de semillas de *Jatropha curcas* cultivadas en la subregión del occidente antioqueño (Colombia). Por otro lado pretende determinar características físicas, mecánicas y termoquímicas de las semillas, que den información útil para el diseño de procesos y equipos involucrados en esta cadena productiva, además de información útil para futuras evaluaciones energéticas del aprovechamiento de los subproductos.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo general

Analizar factores relevantes en el proceso de extracción mecánica de aceite, a partir de *Jatropha curcas* cultivadas en la subregión occidental de Antioquia (Colombia).

1.2.2 Objetivos específicos

- Desarrollar una metodología para el proceso de caracterización física y mecánica de semillas oleaginosas y aplicarla a una variedad de *Jatropha curcas* cultivada en Colombia.
- Realizar ensayos a escala de laboratorio del proceso de extracción mecánica de aceite a partir de *Jatropha curcas* y determinar los factores relevantes del proceso.
- Desarrollar un modelo de optimización aproximado del proceso de extracción mecánica de aceite de *Jatropha curcas* usando como metodología el diseño de experimentos.
- Determinar características físico-químicas de las muestras de aceite obtenido de los ensayos realizados.

2 MARCO TEÓRICO

2.1 Generalidades

2.1.1 *Jatropha curcas*

La *Jatropha Curcas L* (nombre científico) o piñón es una planta silvestre que se desarrolla en países tropicales, puede crecer en suelos marginales, sin irrigación y ayuda a evitar la erosión de los suelos (Achten et al., 2009). Esta planta crece rápidamente y produce semillas con alto contenido de aceite (32%-35%) durante varios años. Además el aceite que se puede extraer de la *Jatropha* tiene buenas características para la combustión directa en motores de encendido por compresión o para la producción de biodiesel. (Putten et al., 2010).

Las condiciones de cultivo de esta especie reducen su competencia con cultivos con fines alimentarios y puede ser utilizada para la recuperación de suelos (Openshaw, 2000), por eso se considera promisoría. Sin embargo, para afirmar que la producción de biodiesel de *Jatropha* es más sostenible que la producción del diesel proveniente del petróleo, se debe garantizar que provenga de un material renovable y que el impacto negativo ambiental sea menor (Achten et al., 2009).

Es relevante anotar que la *Jatropha* aún se encuentra en etapa de investigación y es una fuente de energía relativamente joven, si se compara con otro tipo de fuentes de aceite como la palma africana. Esta última es en Colombia la fuente principal de donde se extrae aceite, para su posterior transformación en biodiesel. Sin embargo, en el mundo es cada vez mayor el número de hectáreas productivas de *Jatropha curcas*. Muestra de ello son las investigaciones que están desarrollando países como India, Malasia, China, Alemania, entre otros.

La *Jatropha* tiene históricamente su origen en Centro América y el norte de América del Sur. Sin embargo, en la actualidad crece en áreas tropicales de todo el mundo, como los países Subsaharianos de África, el Sudeste asiático, India, Malasia, entre otros. Las condiciones climáticas más favorables para el crecimiento de la *Jatropha* y la palma de aceite son: (30°N, 35 °S) y (4°N, 8 °S), respectivamente. (Putten et al., 2010). En la Figura 1, se puede ver una distribución a nivel global de las zonas con las mejores condiciones climáticas para el cultivo de *Jatropha curcas*.



Figura 1. Distribución Geográfica de Zonas para el Cultivo de *Jatropha* y Palma de Aceite. (Putten et al., 2010)

Aunque el principal uso que se le da actualmente al aceite de *Jatropha Curcas* es la producción de biocombustible, este puede ser usado para diferentes productos; dependiendo de la calidad del mismo. Además, los subproductos de esta cadena productiva también han recibido algunos usos. En la Figura 2 se ilustran algunos de ellos.

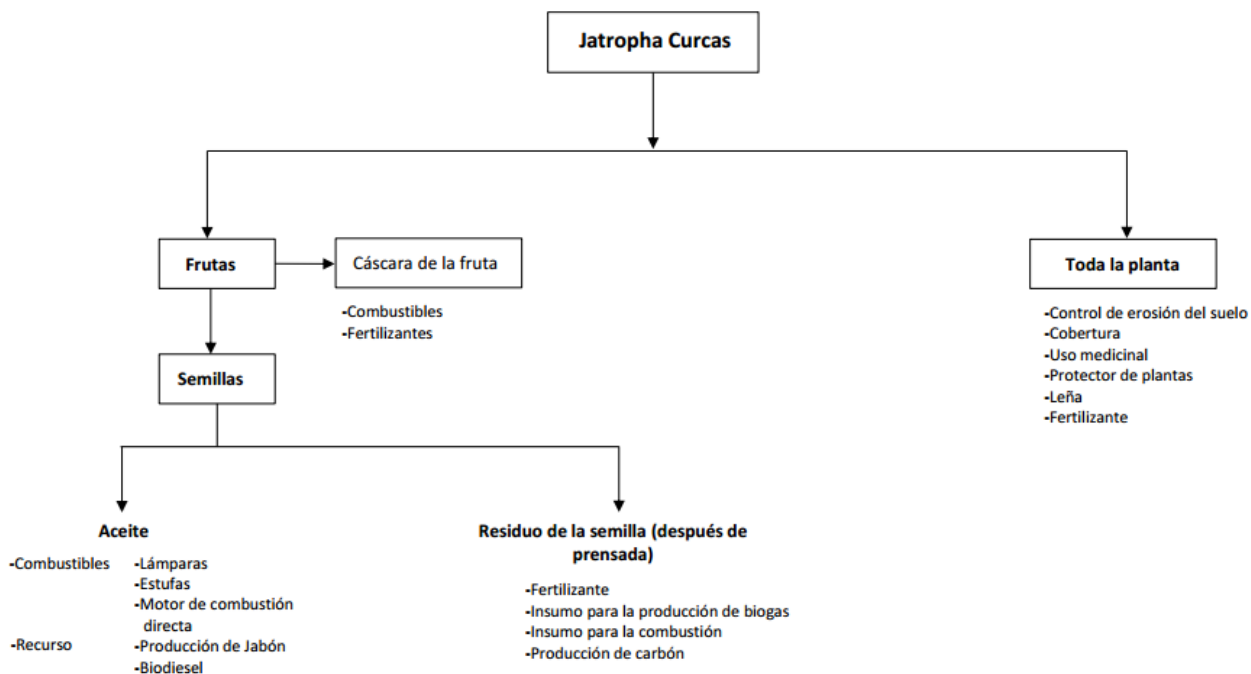


Figura 2. Usos de la planta y granos de *Jatropha curcas* (Putten et al., 2010)

Entre otras características de la *Jatropha Curcas* se pueden nombrar las siguientes: tiene un rendimiento que va desde 0.3 hasta 6 toneladas de semilla seca por hectárea, y un requerimiento mínimo de lluvia de 600 mm/año y máximo de 1500 mm/año. El contenido de aceite se ve afectado por diversas variables y puede ser hasta del 40% de la masa total del grano, y el aceite tiene un contenido energético aproximado de 37 MJ/kg. (Putten et al., 2010)

2.1.2 Procesos de extracción

El proceso de extracción de aceite a partir de semillas oleaginosas es muy antiguo, y se ha utilizado para extraer aceite a partir de diferentes fuentes y para diversos usos. Aunque los equipos y procesos utilizados se han venido desarrollando, todavía implica la trituración de la semilla como elemento básico del proceso de extracción. (Putten et al., 2010)

Sin embargo, en el caso de la *Jatropha Curcas* no existe mucha experiencia, y es común que sea procesada en equipos genéricos que pueden ser usados para diferentes oleaginosas, sin tener en cuenta que los granos de *Jatropha* presentan características específicas de porosidad, abrasividad y reometría, que poco han sido estudiadas.

Cabe anotar que además de los métodos expuestos, existen otros como la extracción con microondas, por ultrasonido, con solventes verdes, por partición trifásica, entre otros y en algunos casos se hace una combinación de diferentes métodos. (Nazir et al., 2009; Tambunan, Situmorang, Silip, Joelianingsih, & Araki, 2012)

En general, los procesos de extracción más usados actualmente son la extracción química y la extracción mecánica. El primero es un proceso que usa solventes como el hexano y la bencina y en el segundo se usan prensas mecánicas tipos *Ram* o *Expeller*. En el primero se pueden lograr porcentajes de extracción cercanos al 99% del aceite disponible en los granos, mientras mediante el proceso mecánico se puede alcanzar entre el 75 y el 85%. (Ofori-Boateng, Keat Teong, & JitKang, 2012)

2.1.2.1 Extracción con solventes

El proceso de extracción por medio del uso de solventes, se puede realizar de manera continua o en batches; siendo este último más común. Usualmente se usa un equipo *Soxhlet* y solventes como hexano, bencina, acetona, tolueno, etanol, entre otros (Giraldo, Velásquez Jiménez, & Cuartas Zapata, 2010). De los estudios realizados se ha determinado que el hexano (punto de ebullición entre 40-60 C) ha sido el solvente con el cual se puede obtener la mayor eficiencia de extracción, con valores cercanos al 99%. (Tambunan et al., 2012) Sin embargo es un proceso que requiere mucho más tiempo que el proceso de extracción mecánico, además genera la emisión de compuestos orgánicos volátiles al ambiente y problemas de salud para las personas que lo manipulan. (Ofori-Boateng et al., 2012)

La eficiencia de este proceso de extracción depende del área superficial de la semilla, la temperatura, el tipo de solvente y el contenido de humedad de la semilla. La mayoría de los solventes pueden ser recuperados; por medio del uso de un roto-evaporador (Silip, Tambunan, Hambali, & Surahman, 2010), aunque no se puede recuperar el 100%.

El método de extracción por solventes puede alcanzar niveles de extracción del 99% (Putten et al., 2010) (este porcentaje es medido con respecto al contenido total de aceite de las semillas, cercano al 40%). Sin embargo, es una solución compleja a gran escala, debido a que involucra el uso de equipos y productos químicos especializados, y para el caso de Colombia con restricciones legales de consecución.

2.1.2.2 Extracción con agua

La extracción con agua (*AOE*, por sus siglas en inglés) es un método en el cual se retira, cuidadosamente, la cáscara del albumen, y a partir de este último se extrae el aceite. Después se prepara una solución homogenizada de agua destilada y albumen, para posteriormente ser encubada a cierta temperatura, y agitada constantemente a aproximadamente 100 rpm durante un tiempo específico. Por último, se separa el aceite del agua mediante un proceso de centrifugado. (Nazir et al., 2009)

2.1.2.3 Extracción con CO_2 supercrítico

La extracción de aceite por medio de CO_2 supercrítico es un proceso que permite obtener altos rendimientos sin tener que usar solventes orgánicos. Aunque es un método con altos índices de rendimiento, es un método costoso. Sin embargo, ofrece una alta calidad del aceite y no requiere la refinación del aceite. (Nazir et al., 2009)

Existe otra variación a este método que es el *GAME (Gas Assisted Mechanical Expression)*, en el cual se usa también CO₂ y no requiere solventes orgánicos. Pero a diferencia del método anterior, en este se usa una prensa mecánica. Al incluir CO₂ en el proceso de prensado aumenta la cantidad de aceite obtenida, además el CO₂ se puede remover fácilmente de la torta y el aceite simplemente despresurizando. (Nazir et al., 2009)

2.1.2.4 Extracción con enzimas

El proceso de extracción con enzimas es un proceso similar al de extracción con agua, con la gran diferencia que en la solución se incluye una mezcla de enzimas como lipasa, celulosa, ultra SP-L, promozima. Las enzimas son adicionadas a la solución después de haber regulado el pH de la misma (Nazir et al., 2009)

Cabe anotar que algunos autores reportan que el uso de ultrasonido como proceso previo a la extracción de aceite a partir de *Jatropha curcas* aumenta considerablemente el rendimiento y a su vez, reduce el tiempo necesario del proceso. (Nazir et al., 2009)

Algunos autores reportan que la extracción de aceite mediante el uso de enzimas acuosas bajo las mejores condiciones de operación, permiten extraer el 74% del aceite disponible (Tambunan et al., 2012). Cabe anotar que para este proceso es fundamental conocer las características físicas de los granos y la relación con los parámetros del proceso para la optimización del proceso y diseño de los equipos. Actualmente, es un método que está siendo usado por algunas industrias para los procesos de extracción de aceite, mediante el uso de digestores. (Ofori-Boateng et al., 2012)

2.1.2.5 Extracción mecánica

La extracción mecánica de aceite es un proceso que se realiza por medio de una máquina que ejerce presión sobre las semillas. Este es un proceso conocido desde hace muchos siglos, sin embargo, en el caso de la *Jatropha*, no existe mucha experiencia. Muestra de ello, es que sólo hasta la década de los 80's la Agencia Alemana Para la Cooperación Técnica (GTZ), haya realizado estudios acerca del proceso de prensado de granos de *Jatropha Curcas* (Putten et al., 2010). Para el proceso de extracción mecánica se encuentran disponibles actualmente diferentes opciones tecnológicas. Su selección depende, principalmente, de los costos, la calidad requerida del aceite, la escala o tamaño de producción, entre otros.

Por medio de este proceso se pueden lograr valores de extracción de aceite entre 90% y 95% (Putten et al., 2010). Sin embargo, es un proceso que requiere ser estudiado, debido a que hay variables que afectan este valor de manera directa. Las variables están relacionadas, en términos generales, con el grano y los pre-tratamientos que se le realicen, los parámetros de operación del equipo y el diseño del equipo. El grupo de investigación IEXS (Ingeniería, Energía, Exergía y Sostenibilidad) de la Universidad EAFIT, ha decidido trabajar sobre el proceso de extracción mecánica, por la posibilidad de desarrollar producción de aceite a pequeña escala y con procesos relativamente sencillos en la cadena de producción.

Los equipos que se utilizan actualmente son prensas tipo *Expeller* o tipo *Ram* (Figura 3). Las primeras tienen un tornillo dentro de una camisa, el cual transporta y aumenta la presión sobre los granos al llegar hasta una restricción. Las segundas, son prensas manuales conformadas por un pistón que se encarga de aumentar la presión hasta provocar la salida del aceite.



Figura 3. Prensa tipo *Ram Bielenberg* (Izq) y prensa tipo *Expeller* (Der). (Ekkarut Viyanit, Rapeepun Rahong, Noramon Intaranont, & Nirut Boonchu, n.d.; Putten et al., 2010)

El proceso de extracción por medio de prensas tipo *Expeller* se ve afectada por diferentes aspectos, entre los cuales se encuentran la velocidad de rotación, la geometría del tornillo y la camisa, la temperatura, el diámetro de la boquilla, el contenido de humedad, el contenido de cáscara, entre otras. Estas variables inciden directamente en la cantidad y calidad del aceite obtenido.

La calidad del aceite se ve afectada, entre otras variables, por el contenido de humedad de los granos; un alto contenido de humedad del grano puede aumentar la formación de ácidos grasos libres. Por norma, el contenido de agua en el aceite vegetal que se usa para la producción de biodiesel debe ser inferior al 0.075 % (m/m) (Remmele E. & Thuneke K., 2007). Otra variable que afecta, de manera directa, la calidad del aceite es la temperatura a la cual se realice el proceso de extracción; esta variable se controla con las resistencias eléctricas ensambladas a la camisa de la máquina y la fricción al interior de la camisa. Por encima de ciertas temperaturas se aumenta la formación de fósforo. La presencia de compuestos de fósforo en exceso ocasiona problemas en el proceso de combustión en motores, en este caso se hace necesario un proceso adicional de neutralización. Todavía no se ha determinado, en el caso de la *Jatropha Curcas*, la temperatura a partir del cual se empieza a disolver el fósforo en el aceite (Putten et al., 2010)

Otra variable que afecta la calidad del aceite es la presencia de cáscara en el grano en el momento de ser procesado, debido a que la porosidad de la cáscara es superior al 50% (Bamgboye & Adebayo, 2012), ocasionando que se obtengan menores porcentajes de extracción y se requiere una mayor presión, y por ende, mayor consumo de potencia en el equipo. La presión es también una variable que afecta la calidad, debido a que a medida que esta incrementa aumenta la temperatura de salida del aceite y la presencia de partículas sólidas.

Por otro lado, la cantidad de aceite obtenido se ve afectada por la capacidad de procesamiento del equipo, es decir, la cantidad de grano que se procesa por unidad de tiempo. El impacto de este parámetro se puede ver, cuando se aumenta la cantidad de grano procesado por encima de la capacidad del mismo, sin variar los parámetros de operación. Por lo general se obtienen menores tasas de recuperación, debido a la reducción del tiempo de prensado. La capacidad de procesamiento de una prensa tipo *Expeller* es un parámetro que se controla con la variación de la velocidad de rotación del tornillo y la geometría del equipo (Putten et al., 2010).

Otro de los parámetros que afecta la cantidad de aceite obtenido, es la presión a la cual comienza a salir aceite de las semillas. Esta variable se puede ver afectada por condiciones de las semillas, como: la humedad, la especie y la temperatura a la que se realice el proceso. Se espera que entre mayor sea la presión a la que se somete el grano, mayor será la cantidad de aceite obtenido, sin embargo, también será mayor la cantidad de partículas sólidas que migren al aceite. Las presiones típicas para prensas que utilizan una unidad motriz están entre *725 psi – 2176 psi (50 bar – 150 bar)*. La presión es una variable que se ve afectada por la geometría de la boquilla de salida de la torta. El tamaño y características geométricas ideales de la boquilla debe ser encontrado para cada máquina (Putten et al., 2010).

Por último, la humedad del grano y el contenido de cáscara en el proceso de extracción, también afectan la cantidad de aceite que se obtiene. El porcentaje de humedad del grano al momento de ser procesado, se ve afectado, entre otros factores, por el almacenamiento del grano. El contenido

de humedad recomendado para el proceso de extracción de aceite está entre el 2 y 6% (Putten et al., 2010).

2.1.2.5.1 Prensa tipo *Ram*

Las prensas tipo *Ram* son prensas, por lo general, manuales y se usan para capacidades de producción relativamente pequeñas, entre 1-10 kilogramos de grano procesado por hora, además es un proceso que se realiza por baches.

Las prensas *Ram*, como se puede ver en la Figura 4, combinan el uso de un pistón y un cilindro o camisa para aplastar las semillas y extraer el aceite. Este tipo de prensas ofrecen ventajas operativas, como la disminución en el costo de la mano de obra para el proceso de operación. Además, este tipo de prensas se usan en zonas rurales, debido a la poca o nula disponibilidad de energía eléctrica. Por último, una de las características que ofrece este tipo de prensas es que el prensado se realiza en frío con temperaturas menores a 60°C (Putten et al., 2010).



Figura 4. Prensa *Ram* (The Schumacher Centre for Technology and Development, 2008)

2.1.2.5.2 Prensa tipo *Expeller*

Las prensas de tornillo o tipo *expeller*, funcionan generalmente en un proceso continuo. Para este proceso se utiliza un husillo, que gira dentro de una camisa, el cual al girar transporta y amasa las semillas, llevando los granos a la boquilla, lugar en el cual se presenta la mayor presión (Figura 5). En este punto, como consecuencia del aumento de presión, el aceite empieza a fluir por el espacio entre el husillo y la camisa, hasta encontrar los agujeros de salida, que están dispuestos en la camisa.

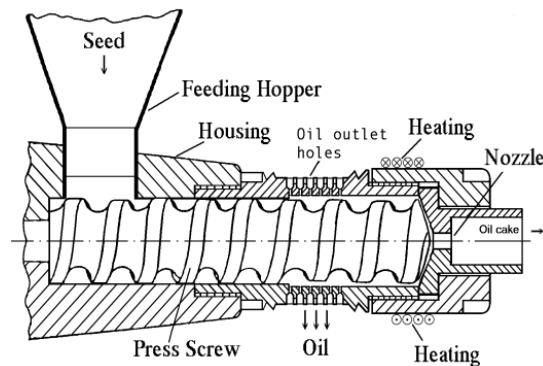


Figura 5. Esquema de prensa tipo *Expeller*. (Ferchau, 2000)

El proceso de prensado consiste básicamente en la introducción de los granos en una tolva y luego son transportados y aplastados en dirección de la boquilla o cabezal; la cual es una restricción que aumenta la presión sobre la masa. El método de transporte se realiza mediante un tornillo que gira dentro de una camisa. La primera parte del equipo debe romper los granos, reducir los espacios entre grano y grano. Todo este proceso ocasiona que se elimine o desplace el aire y aumente la presión aplicada sobre los granos, ocasionando como consecuencia la extracción del aceite.

Existen diferentes tipos de prensas tipo tornillo, entre otras es común encontrar prensas tipo cilindro agujereado y tipo filtro. En el caso de las primeras, el aceite fluye a través de unos

agujeros que se encuentran en una parte de la camisa del equipo, y que se encuentran antes de la zona de calentamiento o entre dos zonas de calentamiento. Este tipo de prensas son usadas, por lo general, en procesos que requieren capacidades de producción de hasta 200 kg/h de grano. Estas prensas pueden utilizar sistemas de calentamiento, en caso que el proceso lo requiera, y se pueden ajustar para ser utilizadas con diferentes oleaginosas; cambiando el diámetro de la boquilla y la velocidad de rotación (Putten et al., 2010)

Por otro lado las prensas tipo filtro, son equipos que cuentan con un filtro en la salida del aceite sobre toda la longitud de la camisa. El filtro es una jaula cilíndrica compuesta de barras horizontales o anillos verticales dispuestos a manera de dejar pequeños espacios entre ellos, el espaciamiento puede ser fijo o ajustable. En este tipo de prensas el diámetro del tornillo aumenta gradualmente hacia la salida, incrementando la presión sobre el material sólido. Este tipo de tornillos pueden ser hechos en una sola pieza, con cambios de sección; con el fin de crear varias etapas de compresión. En algunos casos se puede fabricar el tornillo en sub-secciones con diferentes tamaños y formas, esto con el fin de dar mayor flexibilidad al equipo. Las prensas tipo filtro cubren un gran rango de capacidades de producción, desde 15 kg/h hasta 10 ton/h de grano. (Putten et al., 2010)

Algunos autores recomiendan las prensas tipo filtro para la *Jatropha*. Sin embargo, es bastante difícil definir un modelo adecuado de prensa para este grano, que aplique para todas las especies y todos los casos. Para escoger el modelo a utilizar es necesario tener en cuenta diferentes factores como: la capacidad de producción, el uso que se le va a dar al aceite, ubicación del lugar donde se va a realizar el proceso, el presupuesto disponible, el nivel tecnológico del país, entre otros. (Putten et al., 2010)

El aceite crudo de *Jatropha curcas*, es decir, el aceite obtenido inmediatamente después del prensado, puede contener entre 5-15% de sólidos en peso. Este valor puede corresponder a un 10-30% del volumen del aceite (Putten et al., 2010). Para saber si estos valores son permitidos o

no, dependerán de la aplicación para la cual va a ser usado el aceite: jabón, aceite para lámparas o biocombustible. Para el caso de la producción de biocombustibles, existen algunas normas, las cuales establecen límites para diferentes características que debe cumplir el aceite usado. En la Tabla 1 se muestra algunas de las especificaciones establecidas en Europa para el aceite usado para combustible.

Tabla 1. Adaptado de especificaciones de aceite para biodiesel según norma DIN V-51605.(Remmele E. & Thuneke K., 2007, p. 5)

N	Unidad	Valores límites		Norma
		Min	Max	
Inspección visual	-----	Libre de contaminación visible, sedimentos o rastros de agua		-----
Densidad a 15 C	kg/m^3	900,00	930,00	DIN EN ISO 3675 DIN EN ISO 12185
Punto de inflamación	°C	220,00	-----	DIN EN ISO 22719
Viscosidad cinemática a 40 C	mm^2/s	-----	36,00	DIN EN ISO 3104
Poder calorífico	kJ/kg	36000,00	-----	DIN 51900-1, -2, -3
Inflamabilidad	-----	39,00	-----	-----
Residuo de carbón	$\%(m/m)$	-----	0,40	DIN EN ISO 10370
Índice de yodo	$g\ de\ yodo/100\ g$	95,00	125,00	DIN EN 14111
Contenido de sulfuro	mg/kg	-----	10,00	DIN EN ISO 20884 DIN EN ISO 20846
Contaminación	mg/kg	-----	24,00	DIN EN 12662
Índice de acidez	$mg\ KOH/g$	-----	2,00	DIN EN 14104
Estabilidad de oxidación a 110 C	h	6,00	-----	DIN EN 14112
Contenido de fósforo	mg/kg	-----	12,00	DIN EN 14107
Contenido de magnesio y calcio sumados	mg/kg	-----	20,00	DIN EN 14538
Contenido de cenizas	$\%(m/m)$	-----	0,01	DIN EN ISO 6245
Contenido de agua	$\%(m/m)$	-----	0,08	DIN EN ISO 12937

Como se ha dicho anteriormente, la temperatura es una variable relevante en el proceso de extracción de aceite. En la mayoría de los casos, cuando el aceite se produce en frío, no se requiere desgomado, ni neutralización. Sin embargo, en algunas investigaciones, acerca del proceso de extracción de aceite a partir de *Jatropha curcas*, se han usado resistencias eléctricas para aumentar la temperatura en el cabezal de la prensa, hasta conseguir temperaturas entre 80-100°C. Estas temperaturas son relativamente altas, si se compara con la producción de aceite a partir de canola, por ejemplo. En este proceso se puede alcanzar temperaturas entre 45- 50°C. Para el caso de la canola manejar temperaturas superiores a los 70 °C hace necesario un proceso de neutralización con el fin de eliminar el fósforo que se disuelve en el aceite como consecuencia del calentamiento (Putten et al., 2010).

Para el caso de la *Jatropha* no se han establecido los límites de temperatura del proceso de extracción que ocasionan que el contenido de fósforo del aceite supere los límites establecidos, en este horizonte, este podría ser un tema para futuras investigaciones. Pero se debe anotar que la presencia de temperaturas relativamente altas, ayuda a obtener mayores tasas de rendimientos.

2.2 Caracterización del grano

La *Jatropha curcas* es una especie sobre la cual se ha venido investigando desde hace varios años, sin embargo, aún existe la necesidad de ahondar más en los ensayos, con el fin de obtener datos más precisos y relevantes, que contribuyan a obtener mejores resultados de procesamiento, para esta especie promisoriosa como combustible alternativo. Es por eso que surge la necesidad de realizar una serie de ensayos, a partir de los cuales se pueda obtener información útil para el diseño de procesos y equipos.

En este orden de ideas es necesaria la investigación de variables físicas, mecánicas y químicas del grano, que den cuenta de su comportamiento y brinde información necesaria para el diseño de equipos y procesos. Algunos autores han establecido diferentes características físicas, mecánicas y químicas de algunas especies de *Jatropha* alrededor del mundo (Atabani et al., 2013; S. Karaj &

Müller, 2011; Shkelqim Karaj & Müller, 2009; Mazumdar, Borugadda, Goud, & Sahoo, 2012; Rathbauer, Sonnleitner, Pirot, Zeller, & Bacovsky, 2012; Sirisomboon, Kitchaiya, Pholpho, & Mahuttanyavanitch, 2007; Sirisomboon & Kitchaiya, 2009; Tambunan et al., 2012). Sin embargo, no hay información sobre especies que han sido cultivadas y cosechadas en Colombia, entonces se hace relevante e importante lograr la caracterización de una especie cultivada en condiciones locales. Además existen algunas variables de las que se encuentra poca información, como el poder calorífico de la torta (mezcla de albumen y cáscara resultante del proceso de prensado), y que dan cuenta de opciones de aprovechamiento de los subproductos del proceso de extracción mecánico de aceite.

2.3 Biodiesel

El principal uso del aceite a partir de *Jatropha curcas* es la producción de biodiesel. El biodiesel es un biocombustible líquido que se obtiene a partir de lípidos naturales como aceites vegetales o grasas animales; limpios o usados, mediante procesos industriales de transesterificación (Ma & Hanna, 1999). Este combustible también se conoce como *FAME* (por sus siglas en inglés *Fatty Acid Methyl Ester*) o éster metílico.

En términos generales, el término de “bio”, hace referencia a su naturaleza renovable y biológica, en contraste con el combustible tradicional derivado del petróleo. Por otra parte, el término diésel se relaciona con el uso en este tipo de motores. El biodiesel sustituye al diésel, con la ventaja de ser un combustible limpio y renovable, reduciendo así las emisiones de gases que provocan el efecto invernadero.

El biodiesel, es un combustible compuesto de ésteres monoalquílicos de ácidos grasos de cadena larga derivados de lípidos renovables, como aceites vegetales; es empleado en motores de ignición por compresión, y además en calderas de calefacción. El porcentaje de ésteres presentes en el biodiesel está establecido en estándares internacionales como se puede ver en Tabla 2.

Tabla 2. Requerimientos de calidad del diesel y el biodiesel (Ministerio de Minas y Energía (Colombia), 2007) (ICONTEC, 2006b)

Parámetro	Unidades	Requisitos Diesel	Requisitos Biodiesel
Densidad (15°C)	kg/cm^3	820 – 845	860 - 900
Viscosidad Cinemática (40°C)	<i>cSt</i>	2.0 – 4.5	1,6 – 6,0
Número de cetano	<i>Cetanos</i>	Mínimo 51	Mínimo 47
Punto de inflamación	°C	Mínimo 55	Mínimo 120
Azufre	<i>ppm</i>	Máximo 350	Máximo 10
Contenido de éster	$\%(m/m)$	-	Mínimo 96,5
Cenizas sulfatadas	$\%(m/m)$	Máximo 0,01	Máximo 0,02
Índice de yodo	<i>gr de yodo / 100 gr</i>	-	Máximo 120
Carbón residual	$\%(m/m)$	-	Máximo 0,3
Estabilidad oxidación	<i>horas</i>	Máximo 25	Mínimo 6
Contenido de agua	mg/kg	Máximo 200	Máximo 500

Cada vez es más común que los países implementen el uso de biodiesel como fuente energética; principalmente el producido a partir de aceites vegetales. Muestra de ello es el uso de aceite de canola (colza) y de girasol como materia prima en países Europeos. Mientras que en EE.UU. los productores prefieren el biodiesel de aceite de soya. En Brasil, no sólo los aceites de palma, coco y soya; también de girasol y aceites de ricino se utilizan en la producción de biodiesel (Ali, Hanna, & Borg, 1995); y para el caso de Colombia se produce a partir de la palma de aceite.

El biodiesel es un combustible que presenta entre otras, las siguientes características: es un combustible limpio, renovable y no es tóxico; tiene un alto índice de lubricidad y es libre de azufre. Sin embargo, las propiedades del biodiesel varían según la materia prima a partir de la cual se obtenga (aceites vegetales nuevos usados de distinto origen o grasas animales). Es por ello, que las

normas indican un rango admisible en el valor de las propiedades (Meher, Vidyasagar, & Naik, 2006).

Cabe anotar que el biodiesel es un combustible oxigenado, por eso tiene una combustión más completa en comparación al diesel derivado del petróleo y produce menos gases contaminantes. Tiene un punto de inflamación relativamente alto (150°C) que le hace menos volátil que el diesel del petróleo y más seguro de transportar (Ver Tabla 2).

2.3.1 Biodiesel en Colombia

En Colombia, el aumento en el consumo de combustibles fósiles, llevó a implementar estrategias como refinar crudos pesados, utilizar gas natural y a usar biocombustibles para suplir la demanda energética (Consejo Nacional de Política Económica y Social, 2008). Adicionalmente, mediante normas, establecer que a partir del 1 de Enero del 2012 el parque automotor nuevo, debía estar acondicionado para usar mezclas de biocombustibles (Ministerio de Minas Y Energía (Colombia), 2007). Es por esto que la demanda de aceite para la producción de biocombustibles se ha incrementado en Colombia.

Como se ve en la Figura 6, la demanda pronosticada de biodiesel en el país ha estado por encima de la oferta real de aceite, con el hecho adicional que a pesar de los incentivos que da el gobierno colombiano a este tipo de proyectos, la producción de biodiesel no es suficiente. Por esto, los cultivos de *Jatropha curcas* para la extracción de aceite, son importantes como opción para suplir la demanda de biodiesel. Sin embargo, la estrategia actual del país ha sido desarrollada alrededor de la palma de aceite, y es en este cultivo donde se han venido desarrollando los mayores avances y cada vez es mayor el área cultivada en el país.

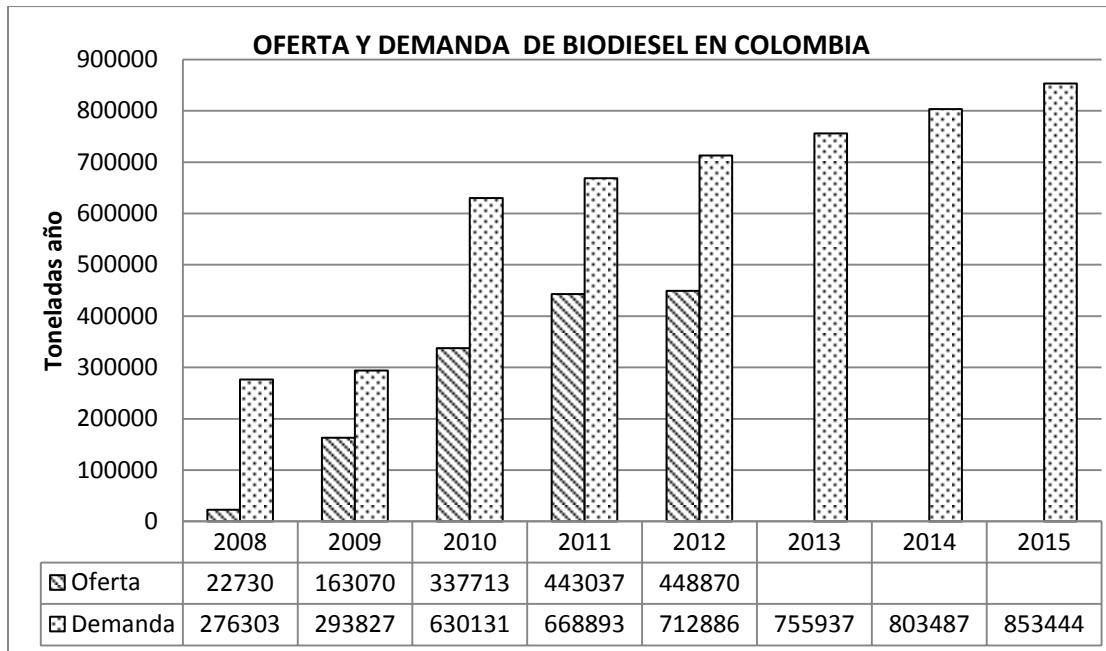


Figura 6. Proyección de demanda de energía para el sector transporte. Gasolina, Diesel, GNV. (UPME, 2007) y Producción de Biodiesel en Colombia (FedeBiocombustibles, 2014)

3 CARACTERIZACIÓN DEL GRANO Y ALBUMEN DE *JATROPHA CURCAS*.

3.1 Materiales y Métodos

3.1.1 *Jatropha curcas*

Para este estudio se usaron granos de *Jatropha curcas* provenientes de un cultivo ubicado en Sopetrán, Antioquia, y denominados como CPB-2, la cual es una variedad proveniente de Brasil. Esta denominación es dada por la empresa colombiana de Biocombustibles (COLBIO); quienes suministraron el grano para cada uno de los ensayos.

Sopetrán es un municipio ubicado en el departamento de Antioquia y cercano a la ciudad de Medellín (Colombia), el cual se caracteriza por tener una temperatura promedio cercana a los 25°C, una altura sobre el nivel del mar de 750 metros y una precipitación anual cercana a los 1500 *mm* (Mejía Rivera & Corantioquia, 2008). Los granos se cosecharon de forma manual durante las primeras semanas de marzo de 2013 y posteriormente fueron almacenados en un lugar donde fueron secados, exponiéndolos de manera directa al sol durante algunos días. Después las semillas fueron transportadas a la Universidad EAFIT (Medellín) y almacenadas en un lugar con una temperatura promedio entre 18 y 23°C. El contenido de humedad medido en los granos fue aproximadamente 5,3% y un contenido de aceite promedio cercano al 35%.

3.1.2 Propiedades físicas

Algunas investigaciones han sido desarrolladas alrededor del mundo acerca de las propiedades físicas de algunas variedades de *Jatropha*. Entre otras propiedades se han determinado la masa del grano, la fracción de albumen y cáscara, la esfericidad, la densidad de bulto, la densidad, la porosidad, el área superficial (S. Karaj & Müller, 2011; Sirisomboon et al., 2007), las dimensiones geométricas (Resende, Siqueira, & Chaves, 2012), la densidad, gravedad específica, índice de refractividad (Atabani et al., 2013), entre otras. Sin embargo, en este proyecto se determinaron

algunas de ellas, que permitieran determinar características básicas de la variedad de *Jatropha curcas* usada en los ensayos.

3.1.2.1 Dimensiones de granos y albumen (Ensayos Dimensionales)

A partir de este ensayo se determinaron las características geométricas básicas de los granos de *Jatropha curcas* mediante medición directa y usando métodos estadísticos para el procesamiento de los datos. Como resultado de estas pruebas, se obtuvieron promedios ponderados de las dimensiones de los granos y albumen, con sus respectivas desviaciones estándar. Esta información da cuenta de variables útiles en procesos previos como almacenamiento, clasificación, descascarado, entre otros. El ensayo se realizó dos veces con muestras aleatorias de 100 gramos de grano cada uno.

Inicialmente, se determinaron las dimensiones de los granos completos, es decir, sin descascarar, en este caso se tomó la muestra y se procedió a tomar las dimensiones de cada uno de los granos con un calibrador digital, el cual tiene rango de medición entre 0-200 *mm* y precisión de 0,01 *mm*. Después se realizó el mismo procedimiento con el albumen, para este caso el proceso de separación se realizó de forma manual.

En la Figura 7, se muestra el sistema de referencia utilizado para definir el ancho, longitud y espesor del grano. Esta convención se definió al interior del proyecto con el fin de dar mayor claridad sobre los resultados obtenidos.

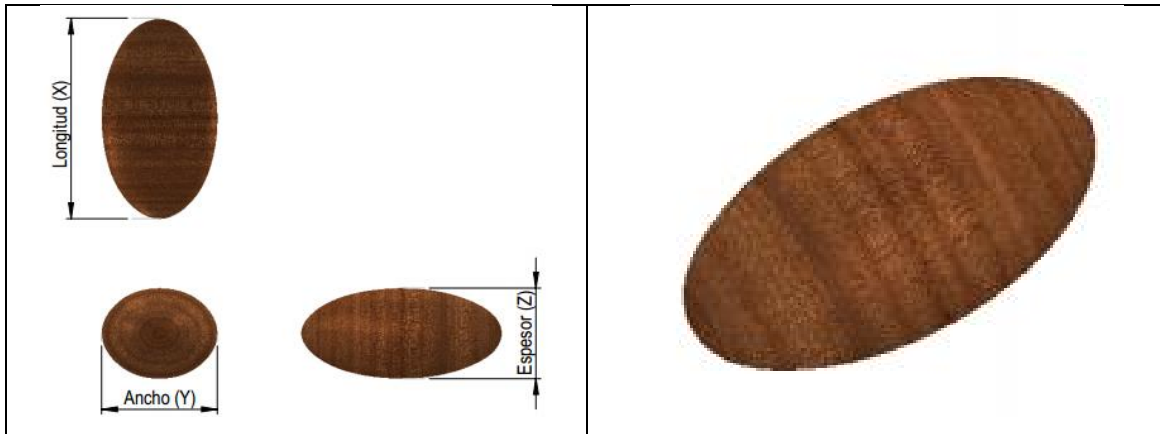


Figura 7. Sistema de referencia definido para medición de dimensiones de grano y albumen de *Jatropha curcas*.

A partir de las dimensiones se determinaron los diámetros geométricos y aritméticos promedio, el volumen y la esfericidad (Stroshine, 1998) usando las ecuaciones que se muestran a continuación. Estas ecuaciones corresponden a las de un elipsoide, la cual es una forma geométrica semejante a los granos de *Jatropha curcas*.

$$\text{Diámetro Aritmético } (D_a) = \frac{(x + y + z)}{3}$$

$$\text{Diámetro Geométrico } (D_g) = (x \cdot y \cdot z)^{1/3}$$

$$\text{Esfericidad } (\phi) = \frac{(x \cdot y \cdot z)^{1/3}}{x} = \frac{D_g}{x}$$

$$\text{Volumen Unitario } (V_u) = \frac{4}{3} \pi (x \cdot y \cdot z)$$

3.1.2.2 Humedad en base seca del grano y de la cáscara

El objetivo de este ensayo fue establecer el contenido de agua que presentan los granos usados en las pruebas. Algunos autores reportan la humedad como un dato que tiene un fuerte impacto

sobre la cantidad de aceite obtenido del proceso de extracción mecánica (Beerens, 2007), razón por lo cual se decidió incluir esta variable entre los análisis realizados.

La humedad medida corresponde a la cantidad de agua presente en el grano después del primer proceso de secado, que en algunos casos se realiza bajo exposición directa al sol. Para los granos sometidos a los ensayos, el proceso de secado se realizó en el lugar de cosecha. Además se midió el contenido de agua de una muestra de grano, de la misma variedad y en el mismo cultivo, recién cosechado, con el objetivo de establecer la cantidad de agua que posee el grano al momento de ser recolectado.

Otro de los ensayos realizados fue la medición del contenido de humedad de la cáscara. El cual se realizó en el laboratorio del grupo interdisciplinario de estudios moleculares (GIEM) de la Universidad de Antioquia, allí se determinó el porcentaje de humedad de dos muestras de cáscara de *Jatropha curcas*. Este ensayo fue realizado bajo la norma técnica colombiana NTC 5167.

Para los ensayos realizados al interior de la Universidad EAFIT se usó un horno *Heraeus* y una balanza electrónica con precisión de 0,01 g. Además, se seleccionaron de manera aleatoria 100 gramos de grano para posteriormente ser pesados e introducidos al horno. La temperatura programada en el horno fue de 60°C. Este ensayo se realizó dos veces durante 80 horas, cada uno, tiempo en el cual se registró la masa del grano en diferentes momentos y posteriormente se graficó.

Para determinar la humedad base seca del grano se usó la ecuación que se presenta a continuación (ICONTEC, 2004):

$$\text{Humedad base Seca} = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100$$

Donde:

m_i : Masa de muestra húmeda [g]

m_f : Masa de muestra seca [g]

3.1.2.3 Fracción de masa de cáscara y albumen en los granos de *Jatropha curcas*

En este caso se tomaron dos muestras aleatorias de grano de *Jatropha curcas*, cada una de aproximadamente 500 gramos y se separó de forma manual la cáscara del albumen, por medio de fractura de la cáscara, evitando afectar significativamente el albumen.

Inicialmente, se determinó la masa de cada una de las muestras usando una balanza digital con una precisión de 0,01 gramos. Acto seguido se midieron las masas correspondientes de cáscara y albumen. A partir de esta información se determinaron los porcentajes que representaba cada una con respecto a la masa inicial, haciendo uso de las siguientes ecuaciones.

$$\% \text{Cáscara} = \frac{m_c}{m_g}$$

$$\% \text{Albumen} = \frac{m_a}{m_g}$$

Donde:

m_c : Masa de cáscara [g]

m_g : Masa de grano completo [g]

m_a : Masa de albumen [g]

3.1.2.4 Densidad de grano y albumen

Para realizar este ensayo se tomaron muestras de grano de aproximadamente 100 gramos cada una, usando una balanza marca *OHAUS* referencia T5600S, con una escala mínima de 0,01 gramos. La densidad es una propiedad intensiva y para la cual se hizo uso de la ecuación:

$$\rho = \frac{M}{V}$$

Donde:

ρ : Densidad de la sustancia [g/cm^3]

M : Masa de la sustancia [g]

V : Volumen de la sustancia [cm^3]

Para este proyecto se hizo uso del volumen unitario (volumen de un grano), calculado a partir de los ensayos realizados para determinar las dimensiones de granos y albumen. En el caso de la masa y albumen, se hizo uso de la información obtenida a partir de las fracciones de masa.

3.1.3 Propiedades mecánicas

3.1.3.1 Fuerza para la fractura del grano

Este ensayo se realizó con el fin de determinar la fuerza requerida para lograr la fractura de la cáscara de los granos de *Jatropha curcas*, afectando en el menor grado posible el albumen.

Se usaron 40 probetas; cada una de ellas correspondió a un grano de *Jatropha curcas* seleccionado de forma aleatoria, cada uno fue sometido a compresión hasta lograr la fractura de la cáscara evitando afectar significativamente el albumen. La velocidad a la cual se realizó el ensayo fue $6 \text{ mm}/\text{min}$. El equipo utilizado fue una máquina universal *INSTRON* 3366 serie Q5582 con una celda de capacidad de $0 - 500 \text{ N}$, y una precisión de $0,1 \text{ N}$ y $0,001 \text{ mm}$, para la fuerza y desplazamiento, respectivamente. En la Figura 8 se ve el equipo y montaje utilizado. Las pruebas se realizaron con las probetas en la misma posición; la cual corresponde a la posición de reposo del grano.

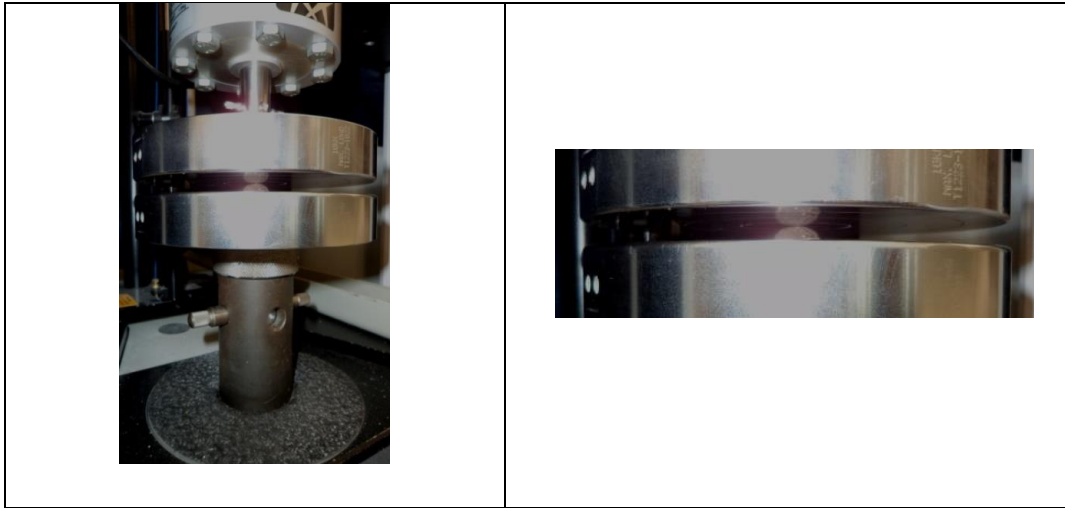


Figura 8. Montaje ensayo de fuerza de fractura para granos de *Jatropha Curcas*.

Se registraron los datos de fuerza y deformación mientras se desarrollaba cada uno de los ensayos. A partir de esta información se determinaron fuerza requerida para la fractura, el porcentaje de deformación y la dureza de la cáscara en el punto de ruptura. Para esto se hizo uso de las ecuaciones que se presentan a continuación (Shkelqim Karaj & Müller, 2010).

$$H = \frac{F_R}{D_R}$$

$$R_D = \frac{D_R}{d}$$

Donde:

H : Dureza del grano [N/mm]

F_R : Fuerza requerida [N]

D_R : Deformación en punto de ruptura [mm]

R_D : Porcentaje de deformación en el punto de ruptura [mm/mm]

d : Dimensión del grano en posición de carga [mm]

3.1.4 Propiedades termoquímicas

3.1.4.1 Poder calorífico del grano, albumen de *Jatropha curcas*

El poder calorífico de un combustible se define como la cantidad de calor liberado cuando se quema por completo una cantidad unitaria de masa de combustible y los productos de la combustión se enfrían a una temperatura de 25 °C y una atmósfera de presión (Cengel & Boles, 2010). El poder calorífico puede ser superior o inferior, el primero se presenta cuando se condensa por completo el agua, y el segundo cuando el agua sale en forma de vapor.

En este ensayo se determinó el poder calorífico de la cáscara, el albumen y la mezcla de los dos. El equipo usado fue una bomba calorimétrica marca *PARR* modelo 1341EB y un termómetro marca *Brand* con rango de medición de 19 a 35°C con una escala mínima de 0,01°C. Para este caso el poder calorífico se determinó en un proceso de combustión a volumen constante.

En general, el procedimiento realizado fue el que se describe a continuación. Se dispuso un crisol para combustible, en el que se dispuso un gramo del combustible, al interior de la bomba, donde

se instaló una bujía de alambre fino y se hizo pasar corriente eléctrica a través de la bujía, provocando la ignición del combustible. Además, se cargó con oxígeno a una presión aproximada de 28 atmósferas. La bomba está rodeada por una camisa de agua con el fin de absorber el calor liberado por la combustión, y fue en este punto donde se midió la temperatura. La bomba tiene también una camisa exterior y un espacio de aire alrededor del recipiente o camisa de agua central para minimizar las pérdidas de calor al ambiente. Los datos que se registraron en cada uno de los ensayos fueron de tiempo y temperatura. A partir de éstos se obtuvieron curvas como la que se puede ver en la Figura 9.

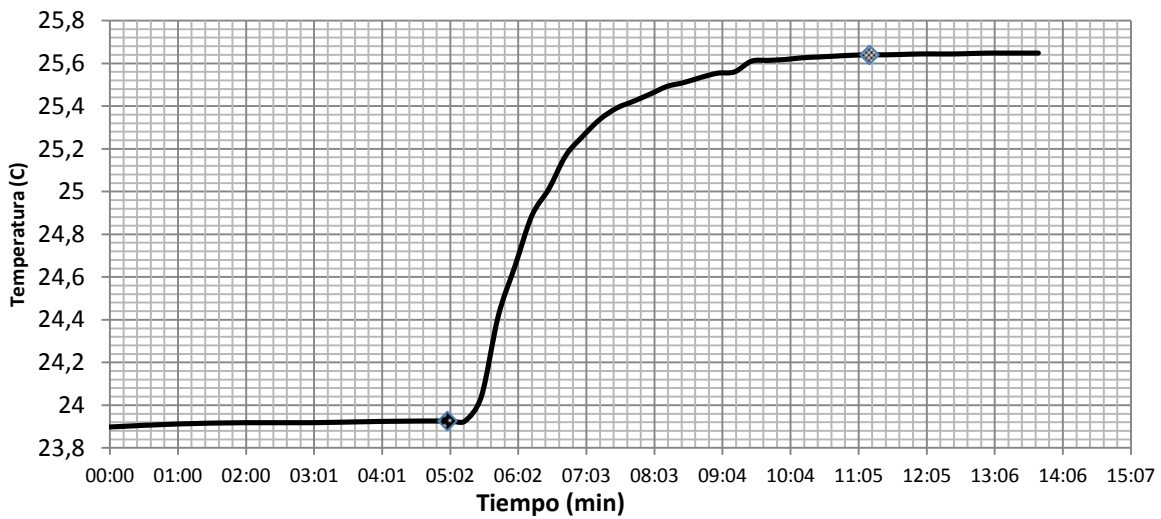


Figura 9. Variación de la temperatura durante el tiempo del ensayo de poder calorífico.

Con los valores hallados y haciendo uso de las ecuaciones que se muestran a continuación, se calculan las diferencias de temperatura para cada ensayo y posteriormente el poder calorífico.

$$\Delta T = T_c - T_a$$

$$PCS = \frac{C\Delta T - e_3}{m}$$

Donde:

T_c : Temperatura después del incremento a causa de la ignición[°C]

T_a : Temperatura antes de la ignición [°C]

PCS: Poder Calorífico superior [kJ/kg]

C : Equivalente en agua del calorímetro (dato propio del equipo)[$J/°C$]

e_3 : Corrección por combustión del alambre fusible [J/cm]

m : Masa de la muestra del combustible [g]

Se registraron datos cada minuto hasta el minuto cinco que se enciende el combustible, de ahí en adelante se tomó la temperatura cada 15 segundos hasta que se estabilizó. Luego se apagó el rotor, y se midió el alambre (fusible) que quedó del proceso de combustión. Por último, se almacenaron los datos y se realizó el cálculo del poder calorífico promedio para los tres casos evaluados (cáscara, albumen y mezcla de cáscara y albumen). El procedimiento anterior se realizó cuatro veces para cada uno de los casos y se hallaron los valores promedio para cada uno.

3.1.5 Contenido de Aceite

La información reportada por algunos autores, expone que por el método de extracción con solventes se puede extraer el 99.3% del aceite contenido en los granos (Ofori-Boateng et al., 2012). Por consecuencia se usó este proceso para determinar el contenido de aceite en los granos. Para cada uno de estos ensayos se usó un equipo *Soxhlet*, en el cual se introdujeron 500 gramos de grano seco; seleccionados aleatoriamente. Estas muestras fueron sometidas al arrastre con solventes, hexano y bencina; algunas investigaciones reportan el primero de estos como el más eficiente para este método de extracción (Giraldo et al., 2010). Las condiciones bajo las cuales se

realizaron los ensayos fueron: temperatura de 70 °C, presión atmosférica y reflujo constante. Con lo cual se obtuvo una mezcla de solvente y aceite que se separó con un roto-evaporador. Este ensayo fue realizado tanto al grano completo como al albumen (grano sin cáscara), en cada caso se realizaron dos ensayos.

Para los ensayos sin cáscara se realizó el proceso previo de separación de forma manual, y posteriormente se estableció la masa de albumen y de cáscara de cada una de las muestras. Después de someterse al ensayo de extracción, se determinó la masa de aceite y torta obtenida, respectivamente.

El contenido de aceite se calculó usando la relación que se presenta a continuación, la cual se usó para ambos ensayos (con y sin cáscara), sin importar que en este último se haya usado sólo el albumen para el proceso de extracción.

$$C_{aceite} = \frac{M_{aceite}}{M_{grano}}$$

Donde:

C_{aceite} : Contenido absoluto de aceite [%] (m/m)

M_{aceite} : Masa total del grano [g]

M_{grano} : Masa total del grano [g]

3.2 Análisis y Resultados

3.2.1 Propiedades Físicas

3.2.1.1 Dimensiones de Grano y Albumen (Ensayos Dimensionales)

Los resultados obtenidos se presentan en la

Tabla 3. De acuerdo a las dimensiones halladas, es posible afirmar que los granos y el albumen de *Jatropha curcas* se asemejan a un elipsoide escaleno ($x > y > z$) (Stroshine, 1998). Además, el albumen presenta una diferencia dimensional relativamente constante, en las tres direcciones medidas, con respecto al grano. En otras palabras, el albumen presenta un factor de escala (λ) con respecto al grano. El cual es aproximadamente $\lambda = 0.79$, eso significa, que en promedio, el albumen es aproximadamente 21% más pequeño en cualquiera de las direcciones con respecto al grano. Basado en esta información, se puede decir que existe también una relación volumétrica dada por λ^3 , que para este caso es $\lambda^3 = 0,493$. Es decir, al retirar la cáscara del grano se estima una reducción en el volumen del 49%.

Ahora, en cuanto a la esfericidad, en el caso del grano es aproximadamente de 66,3%, ésta es cercana a la de otros granos, como es el caso del maíz (66,4%) (Stroshine, 1998). Por otro lado, la esfericidad del albumen está por debajo de la del grano y es aproximadamente 63,6%.

Estos datos son relevantes al considerar realizar procesos de separación y clasificación, después de un proceso de descascarado previo a la extracción mecánica, el cual es el estado recomendado de la *Jatropha* para el proceso de extracción mecánica (Putten et al., 2010). Sin embargo, con los equipos comerciales usados actualmente para el proceso de extracción, al parecer se necesita la presencia de cáscara para mejorar el flujo de aceite y la torta en el proceso. (Putten et al., 2010).

Tabla 3. Dimensiones geométricas básicas de granos y albumen de *Jatropha curcas* CBP-2.

Parámetro	Grano		Albumen	
	Promedio	Desviación Estándar	Promedio	Desviación Estándar
Longitud (X) [mm]	17,80	0,76	14,70	0,64
Ancho (Y) [mm]	10,80	0,60	8,49	0,67
Altura (Z) [mm]	8,58	0,46	6,60	0,71
Diámetro aritmético Promedio [mm]	12,39	0,45	9,94	0,45
Diámetro geométrico Promedio [mm]	11,80	0,45	9,37	0,51
Volumen Unitario [cm^3]	6,92	0,78	3,48	0,54
Esfericidad [%]	66,30	2,20	63,60	3,50

3.2.1.2 Humedad base seca del grano y la cáscara

El comportamiento del peso de la muestra de granos de *Jatropha curcas* se muestra en la Figura 10. Como se puede ver el comportamiento corresponde a una curva asintótica al tiempo.

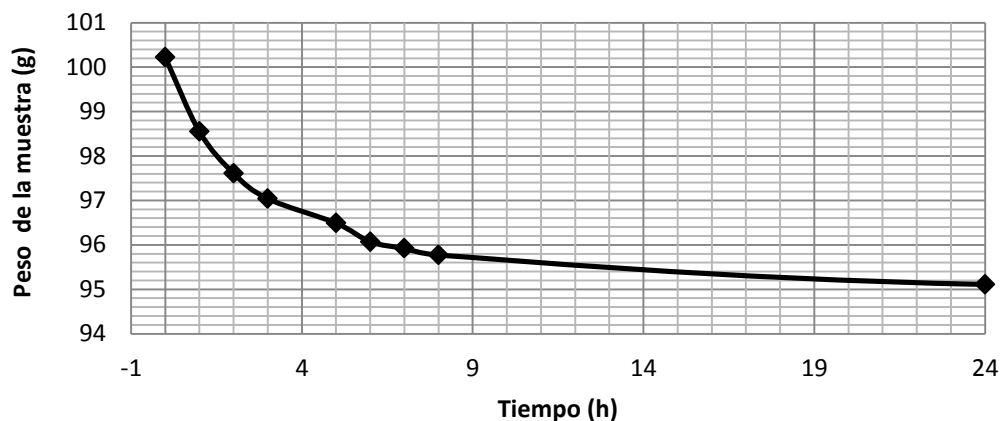


Figura 10. Variación del peso de la muestra de granos de *Jatropha curcas* sometido al proceso de secado a 60°C.

La humedad base húmeda promedio hallada en los granos fue de aproximadamente 5,25% ($\pm 0,47\%$), tal como se puede ver en la Tabla 4, correspondiente a 5,26 gramos del peso inicial de la muestra y para la cáscara fue de 9,18%. Cabe anotar que después de 24 horas ya se había retirado el 94% de la masa de agua total. Algunos autores aseguran que la humedad es una variable que afecta de manera directa la cantidad de aceite que se puede extraer de los granos, y sostienen que para lograr mejores rendimientos el contenido de humedad debería estar 2-4 % (Beerens, 2007). Por esta razón, se recomienda disminuir el contenido de agua con respecto a las condiciones en las cuales se encontraba inicialmente el grano.

Tabla 4. Resultados ensayo de humedad base seca del grano y cáscara de *Jatropha curcas*.

Muestra	Humedad Medida	Promedio
Grano 1	4,92%	5,25%
Grano 2	5,58%	
Cáscara 1	9,14%	9,18%
Cáscara 2	9,21%	

También se estableció que la humedad presente en el grano recién cosechado es aproximadamente el 27%. Este valor es importante porque puede dar cuenta de la energía requerida para el proceso de secado del grano después de ser cosechado.

3.2.1.3 Fracción de masa de cáscara y albumen en los granos de *Jatropha curcas*

En el caso de la variedad de *Jatropha curcas* analizada, la cáscara representa aproximadamente el 37,6% de la masa total del grano en base seca, como se puede ver en la Tabla 5. Esto indica que al retirar la cáscara previamente al proceso de extracción, se reduciría el 38% de la masa a transportar, en otras palabras se podría disminuir la energía requerida en los procesos de transporte y/o extracción, o aumentar la cantidad de albumen transportado, que es donde se encuentra en gran porcentaje el aceite disponible en la *Jatropha curcas*.

Tabla 5. Contenido de cáscara y albumen en granos de *Jatropha curcas*.

Ensayo	Descripción	Masa [g]	Fracción Porcentual [%]
1	Cáscara	190	38%
	Albumen	310	62%
2	Cáscara	186	37,2%
	Albumen	314	62,8%

3.2.1.4 Densidad de granos y albumen

En la Tabla 6 se muestran los valores de masa, obtenidos de manera experimental, y los valores de volumen unitario obtenidos a partir de los ensayos de dimensiones de granos y albumen. Además a partir de las fracciones de cáscara y albumen se pudo determinar la masa de albumen contenida en un grano de *Jatropha curcas*.

Tabla 6. Datos de granos y albumen de *Jatropha curcas* usados para realizar cálculos de densidad.

Propiedad	Unidad	Valor
Masa promedio de granos	<i>g</i>	0,58
Volumen unitario (estimado) de granos	<i>cm</i> ³	6,92
Volumen unitario (estimado) de albumen	<i>cm</i> ³	3,48

Fracción de masa de albumen	%	62,4%
Fracción de masa de cáscara	%	37,6%
Masa de albumen	<i>g</i>	0,36

Teniendo en cuenta las fracciones de cáscara y albumen, se determinó la masa de albumen contenida por un grano, y con este valor se determinaron las densidades de grano y albumen que se presentan en la Tabla 7, además del volumen específico y la gravedad específica, respectiva a cada muestra. Como se puede apreciar la densidad del albumen es considerablemente mayor, que la del grano completo; aproximadamente 20% mayor, a pesar del hecho que la masa del albumen sea el 62.4% de la del grano completo.

Tabla 7. Densidad, volumen específico y gravedad específica de albumen y grano completo de *Jatropha curcas*.

Propiedad	Unidad	Valor
Densidad de grano	kg/m^3	83,97
Densidad de albumen	kg/m^3	104,20
Volumen Específico grano	m^3/kg	0,012
Volumen Específico albumen	m^3/kg	0,010
Gravedad específica grano	----	0,084
Gravedad específica albumen	----	0,104

3.2.2 Propiedades Mecánicas

1.1.1.1 Fuerza y energía para fractura del grano

En la Figura 11 se muestran los granos de *Jatropha curcas* después de ser sometidos al ensayo, como se puede ver en todas las muestras se logró fracturar la cáscara, evitando afectar significativamente el albumen.



Figura 11. Granos de *Jatropha curcas* después de ser sometidos al ensayo de fuerza de fractura.

A partir de este ensayo se determinaron los valores de fuerza, deformación, porcentaje de deformación y la dureza de la cáscara en el punto de ruptura, los cuales se pueden ver en la Tabla 8. La fuerza promedio fue aproximadamente 120 N, el cual es cercano al reportado por algunos autores de 140 N (Shkelqim Karaj & Müller, 2009; Sirisomboon et al., 2007; Sirisomboon & Kitchaiya, 2009).

Tabla 8. Resultados ensayo fuerza de fractura de granos de *Jatropha curcas*.

Descripción	Unidad	Valor
Fuerza Promedio	<i>N</i>	118,70
Desviación Estándar fuerza	<i>N</i>	20,34
Deformación Promedio	<i>mm</i>	2,80
Dureza Promedio	<i>N/mm</i>	42,39
Porcentaje de deformación en el punto de ruptura	%	25,93

3.2.3 Propiedades termoquímicas

1.1.1.1 Poder calorífico del grano, albumen y torta de *Jatropha curcas*

El poder calorífico, ofrece información acerca de opciones para el aprovechamiento de los subproductos del proceso de extracción de aceite, por prensado mecánico, como la cáscara y la

torta (mezcla de albumen y cáscara). Los resultados calculados, a partir de los datos experimentales, se encuentra registrados en la Tabla 9. El agua condensada hallada dentro del crisol dio cuenta que el poder calorífico determinado fue el superior. Como se puede ver el poder calorífico mayor fue el del albumen, el cual es aproximadamente 24,5% superior al de la mezcla de albumen y cáscara; y este último a su vez es superior, en aproximadamente 15,1% al de la cáscara. En el caso de la mezcla, el poder calorífico hallado ($20109,8 \text{ kJ/kg}$) es cercano al promedio ponderado, de acuerdo a las fracciones másicas, del poder calorífico del albumen y la cáscara ($21857,6 \text{ kJ/kg}$).

Tabla 9. Poder calorífico de la cáscara, el albumen y la torta (mezcla albumen y cáscara) de granos de *Jatropha curcas*.

Muestra	Unidades	Poder Calorífico	Porcentaje de variación
Cáscara	kJ/kg	17080,64	1,80%
Albumen	kJ/kg	26634,54	2,96%
Cáscara + Albumen	kJ/kg	20109,80	0,01%

3.2.4 Contenido de Aceite

Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 10 y Tabla 11, estos resultados fueron calculados en base a la masa inicial total de grano (cáscara + albumen). Como se puede ver la cantidad máxima de aceite obtenido por extracción con bencina y hexano, bajo las condiciones que ya se han descrito, fueron de 27,92% y 32,65%, respectivamente. Sin embargo, con respecto a la cantidad de aceite obtenida con bencina, el aceite representa el 90,4%. Del total. En el caso de la extracción con hexano, se obtiene la mayor cantidad de aceite cuando se retira la cáscara, aunque la diferencia es mínima. Además, con respecto a la masa de albumen usada para el proceso de extracción, la cantidad de aceite obtenido representa el 45,89%, en el caso de la bencina, y 52,14% en el caso del hexano. En conclusión, al realizar el proceso de extracción con hexano, es posible obtener 23,11% más de aceite, a partir de *Jatropha curcas*, que usando como

solvente bencina. Lo cual confirma resultados que han sido presentados en otras investigaciones. (Giraldo et al., 2010)

Tabla 10. Porcentaje másico de aceite extraído usando bencina como solvente a partir de granos y albumen de *Jatropha curcas*.

Muestra	Porcentaje másico promedio de aceite obtenido [% (<i>m/m</i>)]
Grano completo	29,32
Grano sin cáscara	26,52

Tabla 11. Porcentaje másico de aceite extraído usando hexano como solvente a partir de granos y albumen de *Jatropha curcas*.

Muestra	Porcentaje másico promedio de aceite obtenido [% (<i>m/m</i>)]
Grano completo	31,98
Grano sin cáscara	32,65

A partir de estos resultados, surgió el interrogante si la cáscara poseía aceite. Por esta razón, se realizaron ensayos de extracción a partir de una muestra de sólo cáscara, de donde se obtuvo que; en relación con la masa inicial de las muestras (500 gramos) el contenido de aceite fue aproximadamente de 2%.

Por último, a esta muestra de aceite obtenido, se le practicaron algunos análisis fisicoquímicos, los cuales fueron llevados a cabo por el laboratorio de Salud Pública de la Universidad de Antioquia; específicamente en el área de análisis fisicoquímico. Para este ensayo se enviaron 250 gramos, y se determinaron: el índice de acidez, índice de saponificación, índice de yodo, índice de peróxido, índice de refracción y peso específico. Los resultados se presentan en la Tabla 12.

Tabla 12. Características fisicoquímicas del aceite de *Jatropha curcas* extraído por solventes.

Parámetro	Unidades	Valor	Método
Índice de Acidez	%	10,96	AOAC 925.41
Índice de Saponificación	<i>mg de KOH/g</i>	193,3	AOAC 920.160
Índice de Yodo	%	88,65	AOAC 920.159
Índice de Peróxido	<i>meq O₂/kg</i>	0,59	AOAC 965.33
Índice de Refracción (25°C)	---	1,469	ISO 6320
Peso Específico (20°C)	---	0,9133	Picnometría

En cuanto a estas propiedades se puede decir que el aceite extraído presenta un color amarillo claro, un índice de yodo que está entre el rango de mono-insaturados (50 a 100). El grado de insaturación es mayor que para el aceite de palma, y menor que para los aceites de maíz y algodón (Berbel, 2010) Las otras propiedades son semejantes al aceite de palma utilizado actualmente para la producción de aceite comestible y biodiesel en Colombia.

4 DISEÑO DE EXPERIMENTOS PARA EL PROCESO DE EXTRACCIÓN MECÁNICO DE ACEITE DE *JATROPHA CURCAS*.

Esta etapa del proyecto presenta la implementación de la metodología de diseño de experimentos, al proceso de extracción de aceite a partir de *Jatropha curcas* cultivadas en una subregión de Antioquia. En este proyecto se usaron tres diseños de experimentos, el primero fue un tipo *Plackett-Burman*, seguido de un fraccionado 2^{5-2} y por último uno tipo *Box-Behnken*.

Los dos primeros diseños de experimentos permitieron depurar los factores iniciales que se habían definido como importantes en el proceso de extracción, de acuerdo a otras investigaciones reportadas por diferentes autores. El último diseño de experimentos permitió determinar un modelo que describe el rendimiento del proceso de extracción mecánico de aceite, en función de tres factores; presión del proceso, temperatura del proceso y contenido de cáscara. A partir del cual, mediante el uso de la metodología de superficie de respuesta se realizó el proceso de optimización del rendimiento del proceso de extracción mecánico de aceite.

El diseño estadístico de experimentos (DDE) es un método que permite determinar cuáles ensayos se deben realizar y de qué manera, con el fin de obtener información suficiente, que al ser analizada estadísticamente permite tomar decisiones y mejorar el conocimiento de un proceso (Pulido & Salazar, 2008).

Algunas de las aplicaciones que ha tenido el diseño de experimentos son las siguientes: determinar los factores más relevantes de un proceso que impactan de alguna manera el producto final, encontrar las condiciones de operación bajo las cuales se reducen los defectos o se mejore el desempeño y apoyar el diseño o rediseño de procesos, equipos o productos (Pulido & Salazar, 2008).

En el caso de este proyecto se usó el diseño de experimentos para determinar el impacto de algunas de las variables del proceso de extracción mecánica de aceite, sobre aspectos como el rendimiento y la calidad del aceite crudo extraído. Además, se usó para determinar un modelo de optimización que brinda información de parámetros propios del proceso.

Cabe anotar, que en términos generales, en el proceso de producción de aceite a partir de semillas oleaginosas hay tres aspectos o conjuntos de aspectos. El primero hace referencia a la oleaginosa a partir de la cual se extrae el aceite. El segundo aspecto es el equipo que se va a utilizar; especialmente si se hace uso de una prensa tipo *Expeller*; donde la geometría, los materiales, el diseño tienen una influencia determinante. El tercer, y último aspecto, está relacionado con el proceso, y es justamente este aspecto al que da respuesta esta etapa del proyecto.

Cabe anotar que este proyecto no incluye todas las variables involucradas en el proceso de extracción mecánica de aceite, pero es posible obtener tendencias generales útiles en el diseño de equipos y procesos involucrados en esta cadena productiva. Por otro lado, la metodología del diseño de experimentos ha sido poco usada en el proceso de extracción mecánica de aceite a partir de *Jatropha curcas*. Aunque se ha utilizado para otros procesos de extracción y otras especies (Afif, 2008; Ahmad, Alkarkhi, Hena, Siddique, & Dur, 2010; Arvelález, Mieres Pitre, & Hernández, 2008; Meziane, Kadi, Daoud, & Hannane, 2009; Nur Ain, Zaibunnisa, Zahrah, & Norashikin, 2013)

En términos generales, cuando se desea mejorar un proceso, existen dos maneras básicas de obtener la información necesaria. Una es por medio del monitoreo, vía herramientas estadísticas, hasta obtener las señales útiles que permitan mejorarlo (estrategia pasiva). La otra manera consiste en experimentar, es decir, hacer cambios estratégicos y planeados al proceso para provocar las señales útiles. (estrategia activa) (Pulido & Salazar, 2008)

En conclusión, un diseño de experimentos consiste en planear y realizar una serie de pruebas que generen información suficiente, para posteriormente ser analizada estadísticamente y dar respuesta a un problema específico. Para lograr esto el diseño de experimentos tiene las siguientes etapas; planeación y realización, análisis, interpretación, control y conclusiones finales. (Pulido & Salazar, 2008)

1.1 Diseño factorial

El diseño factorial tiene como objetivo estudiar el efecto de varios factores sobre una o varias variables de respuesta, a partir de los mismos factores. Estos factores pueden ser cuantitativos o cualitativos.

En este tipo de diseños es necesario que haya, como mínimo, dos niveles de prueba para cada factor, y en caso que sea un diseño factorial completo es necesario correr, de manera aleatoria, todas las posibles combinaciones que se pueden formar a partir de los niveles de cada factor. (Pulido & Salazar, 2008)

Se puede afirmar que los diseños factoriales son más eficientes que el método tradicional experimental, en el cual se mueve un factor a la vez. Además es común que la experimentación empírica, en apariencia más simple y sencilla, resulte cara y poco eficaz. Esta característica es más notable a medida que se tiene una mayor cantidad de factores. (Pulido & Salazar, 2008)

El diseño factorial ofrece, entre otras, las siguientes ventajas: permite estudiar el efecto individual y de interacción de los diferentes factores, puede utilizarse en combinación con diseños de bloques, la interpretación y el cálculo de los efectos puede hacerse de forma sencilla y el diseño se pueden aumentar para formar diseños compuestos. (Pulido & Salazar, 2008)

1.1.1 Diseño factorial 2^k

Los diseños factoriales completos 2^k son, tal vez, los diseños factoriales más usados en la industria y en la investigación, debido a que son versátiles y eficaces. Este tipo de diseño se usan, principalmente, cuando el número de factores a estudiar está entre dos y cinco ($2 \leq k \leq 5$), rango en el cual su tamaño se encuentra entre 4 y 32 tratamientos; esta cantidad es manejable en muchas situaciones experimentales. Si el número de factores es mayor que cinco se recomienda utilizar un diseño factorial fraccionado 2^{k-p} . (Pulido & Salazar, 2008)

Es importante anotar que usualmente un máximo de 16 pruebas son suficientes, en la mayoría de los casos de estudio, para lograr resultados adecuados. Sin embargo, esto dependerá del problema que se esté resolviendo y los resultados que se buscan. Además cuando el número de factores es mayor o igual a cinco ($k \geq 5$), entonces se pueden ignorar algunos efectos sin afectar en gran medida los resultados que se obtienen. Esto indica que con cinco factores se puede hacer fraccionar el diseño de experimentos sin perder información relevante (Pulido & Salazar, 2008). Es importante anotar que mientras más grande sea el valor de k , el diseño admite un mayor grado de fraccionamiento.

1.2 Planeación diseño de experimentos.

El diseño estadístico de experimentos desarrollado, consistió de tres etapas, en la primera, se hizo uso de un diseño de experimentos tipo *Plackett-Burman*, la segunda etapa se desarrolló con un diseño factorial 2^{5-2} , y por último, se usó un diseño tipo *Box-Behnken*; a partir del cual se desarrolló el proceso de optimización mediante la metodología de superficie de respuesta.

1.1.1 Diseño de Experimentos *Plackett-Burman*

El diseño de experimentos *Plackett-Burman* es muy eficiente y relativamente económico, cuando el interés radica en los efectos principales y no en las interacciones. Es este orden de ideas, permite hacer un cribado o filtro de los factores que tienen incidencia sobre la variable de respuesta. Por ejemplo, el diseño de experimentos *Plackett-Burman* para 12 tratamientos, puede ser usado para un experimento que presenta hasta 11 factores. (NIST/SEMATECH, 2013; Plackett & Burman, 1946)

En principio, se evaluó la incidencia de variables de proceso como temperatura de cocción, tiempo de cocción, presión de proceso, temperatura de proceso, diámetro de salida de la torta por la boquilla, temperatura de secado de la semilla y tiempo de secado de la semilla, en el rendimiento y en la calidad del aceite, mediante un diseño de experimentos *Plackett-Burman* con 12 tratamientos y nueve factores. En la Tabla 13 se pueden ver los factores y los niveles correspondientes a cada uno. La columna correspondiente a nomenclatura es simplemente una representación de cada uno de los factores para lograr un manejo más sencillo de los mismos.

Tabla 13. Factores y niveles de diseño de experimentos *Plackett-Burman*

Nomenclatura	Factores ($k = 9$)	Niveles	
		Min (-1)	Max (+1)
A	Temperatura de cocción [°C]	40	80
B	Tiempo de cocción [min]	5	20
C	Presión de Procesos [psi]	2300	4300
D	Temperatura de Proceso [°C]	25	80
E	Diámetro de salida torta [mm]	9	18
F	Tamaño de grano [mm]	2,36	9,5
G	Contenido de Cascarilla [%]	0	100
H	Temperatura de secado de la semilla [°C]	40	80
I	Tiempo de secado de la semilla [h]	6	13

Ahora, en la Tabla 14 (NIST/SEMATECH, 2013; Plackett & Burman, 1946) se puede observar la matriz del diseño de experimentos *Plackett-Burman* con los 12 tratamientos y los niveles inferiores y superiores correspondientes a cada uno de los factores, esta matriz se estableció de acuerdo a la literatura (Plackett & Burman, 1946).

Tabla 14. Matriz de diseño de experimentos para el modelo *Plackett-Burman*. (Plackett & Burman, 1946)

TRATAMIENTO	Factores								
	A	B	C	D	E	F	G	H	I
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
2	-1	1	-1	1	1	1	-1	-1	-1
3	-1	-1	1	-1	1	1	1	-1	1
4	1	-1	-1	1	-1	1	1	1	-1
5	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	1
6	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1
7	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	1
8	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1
9	1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1
10	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1
11	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1
12	1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1

1.1.2 Diseño de experimentos 2^{5-2}

El segundo diseño de experimentos que se usó fue un diseño de experimentos factorial fraccionado 2^{5-2} . Un diseño factorial fraccionado 2^{k-2} representa la cuarta parte del diseño factorial completo (2^k) (Pulido & Salazar, 2008). Para obtener este diseño se necesitan dos efectos generadores, de entre las interacciones de más alto orden, para este caso los generadores fueron $D = \pm AB$ y $E = \pm AC$, con lo cual se obtienen ocho tratamientos. (Montgomery, 2011)

En este nuevo diseño de experimentos presenta dos niveles para cada factor; uno mínimo y otro máximo, tal como se puede ver en la Tabla 15. Por otro lado, en la Tabla 16 se presentan los factores que se dejaron como constantes para este nuevo diseño de experimentos.

Tabla 15. Factores y niveles de diseño de experimentos tipo 2^{5-2}

Nomenclatura	Factores ($k = 5$)	Niveles	
		Min (-1)	Max (+1)
C	Presión de Procesos [<i>psi</i>]	2300	4300
D	Temperatura de Proceso [$^{\circ}\text{C}$]	25	80
E	Diámetro de salida torta [<i>mm</i>]	9	18
F	Tamaño de grano [<i>mm</i>]	2,36	9,5
G	Contenido de Cascarilla [%]	0	100

Tabla 16. Factores fijos seleccionados para el diseño de experimentos tipo factorial 2^{5-2}

Nomenclatura	Factores	Valor
A	Temperatura de cocción [$^{\circ}\text{C}$]	80
B	Tiempo de cocción [<i>min</i>]	5
H	Temperatura de secado de la semilla [$^{\circ}\text{C}$]	80
I	Tiempo de secado de la semilla [<i>h</i>]	13

Tabla 17. Matriz de diseño de experimentos tipo 2^{5-2} . (Montgomery, 2011)

TRATAMIENTO	Factores				
	C	D	E	F	G
1	-1	-1	-1	1	1
2	1	-1	-1	-1	-1
3	-1	1	-1	-1	1
4	1	1	-1	1	-1
5	-1	-1	1	1	-1
6	1	-1	1	-1	1
7	-1	1	1	-1	-1
8	1	1	1	1	1

A partir de los factores definidos y cada uno de los niveles seleccionados, se procedió a estructurar la matriz para este diseño de experimentos, tal como se puede ver en la Tabla 17. Esta combinación de factores y niveles es propia de este diseño de experimentos y corresponde a la reportada en la literatura (Montgomery, 2011). Para realizar este diseño de experimentos se corrieron 8 tratamientos, bajo las condiciones definidas por la combinación de factores y niveles, de acuerdo a la literatura.

1.1.3 Diseño de Experimentos *Box-Behnken*

Este tipo de diseño de experimentos fue propuesto por *Box y Behnken* en el cual se incluyen tres niveles para ajustar superficies de respuesta. Estos diseños se forman combinando factoriales 2^k con diseños de bloques incompleto. Este tipo de diseños suelen ser muy eficientes en términos de número de tratamientos, y son giratorios o casi giratorios. Este diseño a diferencia de los otros dos anteriores, presenta tres niveles para cada factor; mínimo, medio y máximo, tal como se puede ver en la Tabla 18. (Montgomery, 2011)

Tabla 18. Factores y niveles de diseño de experimentos tipo *Box-Behnken*

Nomenclatura	Factores ($k = 3$)	Niveles		
		Min (-1)	Medio (0)	Max (+1)
C	Presión de Proceso [<i>psi</i>]	2300	3300	4300
D	Temperatura de Proceso [°C]	25	62,5	100
G	Contenido de Cascarilla [%]	0	50	100

Por último, para este diseño de experimentos se dejaron constantes los niveles de los factores que se presentan en la Tabla 19, quedando como factores únicos del proceso, la temperatura y presión del proceso de extracción, y el contenido de cáscara de la semilla. Esta decisión se toma con base en el análisis del diseño de experimentos factorial fraccionado 2^{5-2} .

Tabla 19. Factores fijos seleccionados para el diseño de experimentos tipo *Box-Behnken*

Nomenclatura	Factores	Valor
A	Temperatura de cocción [°C]	80
B	Tiempo de cocción [<i>min</i>]	5
E	Diámetro de salida torta [<i>mm</i>]	9,5
F	Tamaño de grano [<i>mm</i>]	9
H	Temperatura de secado de la semilla [°C])	80
I	Tiempo de secado de la semilla [<i>h</i>]	13

De acuerdo a los factores y niveles definidos en este diseño de experimentos, se obtuvo la matriz de este diseño, tal como se puede ver en la Tabla 20. (Montgomery, 2011). Para realizar este diseño de experimentos se corrieron 15 tratamientos; de acuerdo a la literatura, bajo las condiciones definidas por la combinación de factores y niveles.

Tabla 20. Matriz de diseño de experimentos tipo *Box-Behnken*. (Montgomery, 2011)

TRATAMIENTO	FACTORES		
	C	D	G
1	-1	-1	0
2	1	-1	0
3	-1	1	0
4	1	1	0
5	-1	0	-1
6	1	0	-1
7	-1	0	1
8	1	0	1
9	-1	-1	-1
10	0	1	-1
11	0	-1	1
12	0	1	1
13	0	0	0
14	0	0	0
15	0	0	0

1.1.4 Optimización

En el desarrollo de la etapa de optimización, se usó la metodología de superficie de respuesta (MSR). Esta metodología es una estrategia experimental y de modelación que permite encontrar condiciones de operación óptima de para un proceso. (Pulido & Salazar, 2008)

La metodología de superficie de respuesta implica tres aspectos: diseño, modelo y técnica de optimización. El diseño y el modelo se desarrollan al mismo tiempo y dependen del tipo de comportamiento que se espera en la respuesta. El modelo puede ser de primer o segundo orden, por ello el tipo de diseño y el método de optimización se clasifican como de primero o segundo orden. (Montgomery, 2011)

La etapa de diseño, en la metodología de superficie de respuesta, implica la necesidad del diseño de experimentos, en particular aquellos que sirven para ajustar un modelo de regresión lineal múltiple. El modelo utiliza el análisis de regresión lineal múltiple, junto con sus elementos básicos que son: parámetros del modelo, modelo ajustado, significancia del modelo, prueba de falta de ajuste, residuos, predichos, intervalos de confianza para predichos y coeficientes de determinación. Por último, la optimización requiere de algunas técnicas matemáticas que sirven para que dado un modelo ajustado, explorarlo a fin de obtener información sobre el punto óptimo. (Pulido & Salazar, 2008)

Las superficies de respuesta se caracterizan ajustando un modelo a los datos experimentales. Los modelos que se utilizan en MSR son básicamente polinomios. De esta manera, si se tienen factores, el modelo del primer orden está dado por:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \varepsilon$$

Y el modelo de segundo orden:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^k \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon$$

A partir de estos modelos se obtienen las formas específicas de la superficie de respuesta, en el caso del modelo de primer orden la figura se representa por un plano. En el caso de los modelos de segundo orden, se pueden obtener diferentes figuras como: superficie de máximo (montaña), superficie con mínimo (valle) y superficie con punto de silla (minimax). (Pulido & Salazar, 2008)

1.1.5 Pre-tratamientos

Los pre-tratamientos corresponden a todos los procesos realizados previos al proceso de extracción mecánica. Los procesos realizados fueron los siguientes: descascarado y separación, variación del tamaño del grano, y cocción y secado. El orden en el cual se realizaron estos procesos se pueden ver en los diagramas de flujos expuestos por la Figura 12 y la Figura 13. Cabe anotar que estos procesos se aplicaban de acuerdo al tratamiento definido por el diseño de experimentos correspondiente.

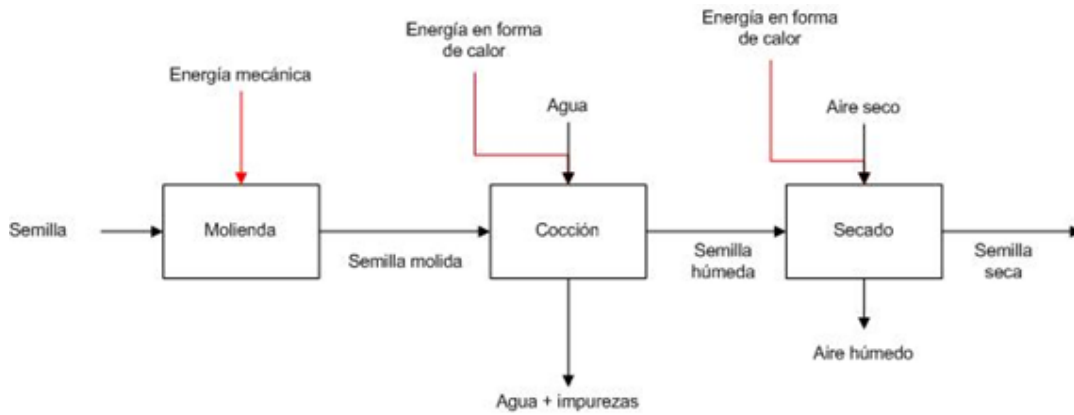


Figura 12. Diagrama de flujo para pre-tratamientos de molienda, cocción y secado para semillas de *Jatropha curcas* de acuerdo a algunos tratamientos del diseño de experimentos.

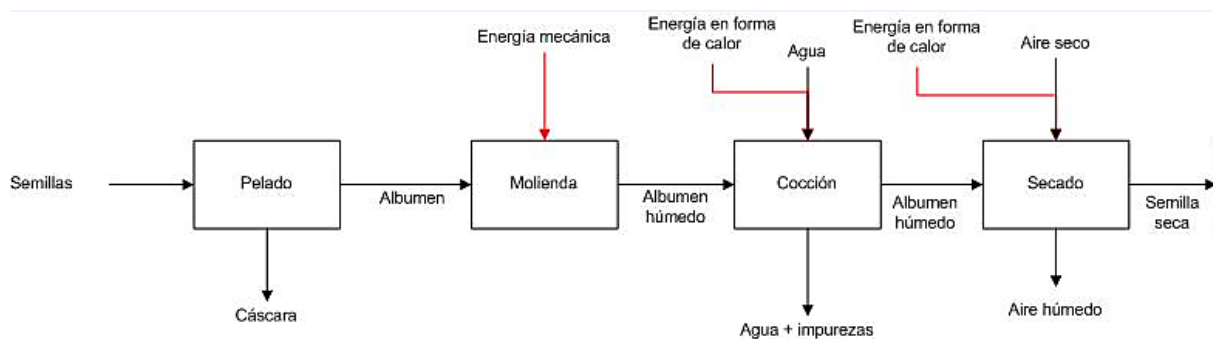


Figura 13. Diagrama de flujo para pre-tratamientos de pelado, molienda, cocción y secado para semillas y albumen de *Jatropha curcas* de acuerdo a algunos tratamientos del diseño de experimentos.

1.1.1.1 Descascarado y separación

Para el proceso de descascarado se utilizó un molino de mandíbula ubicado en el laboratorio de sólidos, al cual se le ajustaba la separación entre las mandíbulas, de manera manual, hasta obtener una abertura suficiente para lograr la fractura de la mayor cantidad de granos, sin afectar el estado del albumen. Después se realizó un proceso de separación manual de la cáscara y el

albumen. En el caso que el grano no hubiera sufrido algún impacto, se hizo pasar de nuevo por el molino o se fracturó en forma manual.

Por último se almacenó, por separado, la cáscara y el albumen, en recipientes secos. Este procedimiento se repitió tantas veces como fuera necesario para obtener la cantidad necesaria de albumen para cada uno de los ensayos.

1.1.1.2 Cocción

Este proceso se hace con el fin de poder variar la humedad de los granos antes de ser sometidos al proceso de extracción. Además, permite aumentar la fluidez del aceite, y a su vez facilitar el flujo de salida de la torta; ayudando a la ruptura de las paredes celulares y la coagulación de las proteínas, reduciendo así la cantidad de sólidos en el momento de filtrar. (Dufaure, Leyris, Rigal, & Mouloungui, 1999)

Para cada uno de los ensayos, se pesaron muestras de 1000 gramos de granos o albumen de *Jatropha curcas*, según fuera el caso, usando una balanza digital marca *OHAUS* referencia T5600S, con una escala mínima de 0,01 gramos. Esta muestra fue sometida a cocción durante diferentes tiempos y temperaturas, de acuerdo al diseño de experimentos inicial (*Plackett-Burman*). Inicialmente, en un recipiente metálico, se vertieron 1000 mililitros de agua y la muestra, después se agitó de manera manual, con el fin de obtener una mezcla homogénea, y por último se realizó el proceso de cocción. Para el calentamiento se usó una hornilla eléctrica marca *HACEB* con una potencia de 1100 *Watts* como se puede ver en la Figura 14 y la temperatura se registraba mediante una termocupla tipo K y un transductor de temperatura marca *FLUKE 52*, con una exactitud de medición de $\pm 0,05\%$ de la lectura. Una vez terminado el tiempo de cocción se filtró, para retirar el exceso de agua, utilizando una tela comercial para filtrar.



Figura 14. Granos de *Jatropha curcas* durante proceso de cocción

1.1.1.3 Secado

A causa del proceso de cocción, las muestras adquieren humedad, por lo cual es necesario un proceso de secado para variar el contenido de agua. La humedad ha sido reportada como una variable importante en el proceso de extracción de aceite, que impacta de manera directa la cantidad y calidad del aceite. (Beerens, 2007)

Para este ensayo se usó un horno *HERAEUS FUNTION LINE* y una balanza electrónica marca OHAUS referencia T5600S, con una escala mínima de 0.01 gramos. En este caso, se determinaron las masas iniciales y se introdujeron las muestras húmedas, provenientes del proceso de cocción, al interior del horno, el cual fue programado con la temperatura requerida, de acuerdo al diseño de experimentos. Después de transcurrir los tiempos definidos por el mismo diseño, se procedió a extraer las muestras y registrar su masa final.

Para determinar la humedad de cada una de las muestras, inicialmente se determinó la cantidad de agua que se retiró a cada una de las muestras, haciendo uso de la siguiente ecuación.

$$\% \text{ humedad relativa} = \frac{P_i - P_f}{P_i} * 100$$

Donde:

$P_i = \text{Peso Inicial de la muestra [g]}$

$P_f = \text{Peso Final de la muestra [g]}$

Para determinar la humedad que quedaba en cada una de las muestras, se realizaron curvas de humedad; tanto para los granos como para el albumen, durante 24 horas. Tiempo durante el cual se registró la masa de las muestras en diferentes momentos. Con estas curvas se pudo determinar el contenido total de humedad. Las curvas de humedad para el grano y el albumen se pueden ver en la Figura 15.

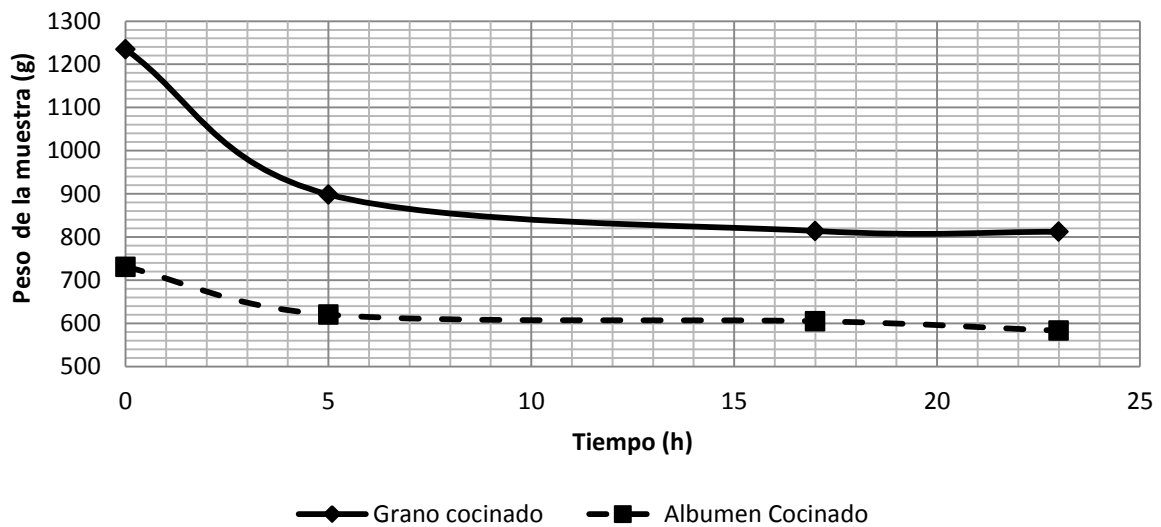


Figura 15. Curvas de secado para grano y albumen después del proceso de cocción.

1.1.1.4 Disminución de tamaño de grano

1.1.1.1.1 Molienda

Este proceso se lleva a cabo con el fin de disminuir el tamaño de partícula del grano de *Jatropha Curcas*, usando un molino de cuchillas marca IMPEJOY referencia CS503AB que se encuentra en la Universidad EAFIT. Algunos autores sostienen que este proceso permite mejorar el rendimiento del proceso de extracción, al incrementar el área superficial, en comparación a cuando se procesa el grano completo. (Reuber, Johnson, & Watkins, 2001)

En este proceso se usaron 1000 gramos de grano o albumen, dependiendo del que se requiriera en el ensayo que se iba a realizar. Cada una de las muestras se hizo pasar por el molino de cuchillas y posteriormente fueron tamizadas para lograr una muestra con un tamaño de grano, relativamente homogéneo.

1.1.1.1.2 Determinación de tamaño de grano después de la molienda

Para determinar el tamaño del grano, completo y después del proceso de moliendo, se usaron siete mallas (la número 7/16", 3/8", 4, 6, 8, 10, 14 y el recolector) de la serie de tamices *Tyler* como se puede ver en la Figura 16. Como resultado se determinaron los límites inferior y superior del tamaño de grano, para el primer y segundo diseño de experimentos. Para dar una mejor confiabilidad, en cuanto a los resultados obtenidos, se realizó una réplica de este ensayo.



Figura 16. Montaje de tamices usados para la determinación del tamaño del grano.

Tabla 21. Resultados proceso de tamizaje de grano completo y grano después de proceso de molienda.

Tamiz	Abertura [mm]	Masa de grano completo		Masa de grano molido	
		[g]	[%]	[g]	[%]
7/16"	11,11	15	5,00%	0	0,00%
3/8"	9,53	235	78,33%	5	1,67%
4	4,75	15	5,00%	4	1,33%
6	3,35	10	3,33%	10	3,33%
8	2,36	5	1,67%	246	82,00%
10	2	0	0,00%	20	6,67%
14	1,4	20	6,70%	15	5,00%

En términos generales para la realización de este ensayo, fueron usadas muestras de aproximadamente 200 gramos, que fueron pesadas en una balanza digital marca OHAUS referencia T5600S, con una escala mínima de 0.01 gramos. Y posteriormente fueron sometidas al proceso de tamizaje. Una vez terminada esta etapa, se pesaron las cantidades de grano que quedaron en cada uno de los tamices y se determinó el porcentaje de masa que quedaba en cada uno, con respecto a la masa inicial. En el caso del grano completo, la mayor parte de se quedó en

la malla de $\frac{3}{8}$ " (9,53 mm) y en el caso del grano molido fue en la malla número ocho (2,36 mm) como se puede observar en la Tabla 21.

1.1.6 Extracción de aceite

1.1.1.1 Prensa Mecánica Manual

Para el proceso de extracción mecánica de aceite se hizo uso de un equipo prototipo fabricado y ensamblado por miembros del grupo de investigación IEXS de la Universidad EAFIT. Esta prensa consiste, principalmente, de tres placas, dos fijas y una móvil, entre las cuales hay dos ejes principales que sirven como guías y cuatro auxiliares que permiten dar más robustez al equipo. Los bujes de latón se deslizan en las dos guías principales. También se encuentra el pistón principal, el cual transmite la presión desde la unidad hidráulica hacia la muestra (grano o albumen). El aumento de presión produce el flujo del aceite por los pequeños agujeros ubicados de manera radial en una de las camisas de la prensa, y el flujo de la torta por la boquilla superior de la prensa, boquilla que es intercambiable. En la Figura 17 se puede ver el modelo digital y físico del equipo utilizado.

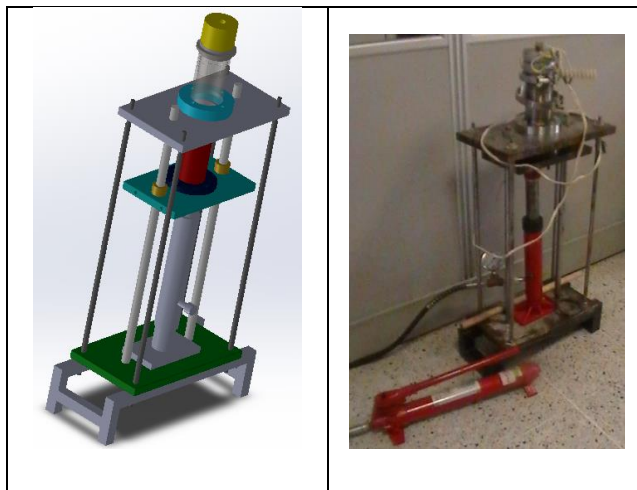


Figura 17. Modelo (izq.) y prototipo físico (der.) de prensa mecánica utilizada en el desarrollo del proyecto.

El sistema de presión está conformado por una unidad hidráulica comercial, a la cual se le instaló un manómetro para permitir la medición de la presión ejercida sobre la muestra. Además cuenta con una palanca, que se opera de manera manual y ocasiona el desplazamiento del pistón de la unidad, y a su vez el de la placa móvil y el pistón principal.

Además, el equipo admite la instalación de bandas eléctricas de calentamiento, que permiten el calentamiento de la camisa donde se encuentra almacenada la muestra. Este punto es importante, debido a que algunos autores reportan la temperatura como una variable que afecta de manera directa la cantidad y la calidad del aceite

Es importante anotar que para obtener aceite a partir de granos de *Jatropha curcas*, se requieren presiones en un rango de 290 a 2175 psi (S. Karaj & Müller, 2011; Pradhan, Mishra, Naik, Bhatnagar, & Vijay, 2011).

1.1.1.2 Proceso de extracción

El proceso de extracción de aceite se realizó en baches, cada uno de los cuales estaba limitado por la capacidad de almacenamiento de la cámara del equipo. Sin embargo, para cada ensayo se realizaron las pruebas necesarias que pudieran procesar aproximadamente 1000 gramos de grano o albumen.

El procedimiento consistió en cargar la cámara con la muestra correspondiente, posteriormente se ajustó la cámara superior, por medio de un acople tipo férula. Después se conectaron las bandas de calentamiento (siempre que el tratamiento lo requirió) y a su vez los sensores de temperatura, a la salida del aceite y en la torta; con el fin de tener control de la temperatura que se planeó tener en el ensayo. En este caso el control de temperatura fue manual de apagado y encendido de las resistencias eléctricas.

Después de verificar el montaje anteriormente descrito, se procedió a manipular, manualmente, la palanca que controlaba el desplazamiento del pistón, reduciendo el volumen dentro de la cámara y aumentando así la presión. La presión fue medida mediante un manómetro análogo comercial, ubicado a la salida de la unidad hidráulica. Después que la presión alcanzó los niveles deseados, se mantuvo en ese punto hasta que el aceite dejó de fluir por los agujeros de la camisa. Por último, se desensambló el equipo, se retiró la torta, se almacenó el aceite en recipientes de vidrio y se limpió el equipo para el siguiente tratamiento.

Para determinar el rendimiento del proceso de extracción, se usó la ecuación que se presenta a continuación. Para determinar las respectivas masas se utilizó una balanza electrónica *OHAUS* referencia T5600S, con una escala mínima de 0.01 gramos.

$$\text{Rendimiento} = \frac{M_{\text{aceite}}}{M_{\text{total}}} \times 100$$

Donde:

M_{aceite} : Masa de aceite extraído [g]

M_{total} : Masa inicial de la muestra [g]

1.3 Análisis y resultados

1.1.1 Diseño de experimentos *Plackett-Burman*

A partir de los tratamientos definidos por el diseño de experimentos *Plackett-Burman* (Tabla 22), se obtuvieron los datos que se listan en la Tabla 23.

Tabla 22. Matriz de tratamientos diseño de experimentos *Plackett-Burman* con niveles

TRATAMIENTO	FACTORES								
	A [°C]	B [min]	C [Psi]	D [°C]	E [mm]	F [mm]	G [%]	H [°C]	I [h]
1	80	20	4300	80	18	9,50	100	80	13
2	40	20	2300	80	18	9,50	0	40	6
3	40	5	4300	25	18	9,50	100	40	6
4	80	5	2300	80	9	9,50	100	80	6
5	40	20	2300	25	18	2,36	100	80	13
6	40	5	4300	25	9	9,50	0	80	13
7	40	5	2300	80	9	2,36	100	40	13
8	80	5	2300	25	18	2,36	0	80	6
9	80	20	2300	25	9	9,50	0	40	13
10	80	20	4300	25	9	2,36	100	40	6
11	40	20	4300	80	9	2,36	0	80	6
12	80	5	4300	80	18	2,36	0	40	13

Como se puede ver en la Tabla 23, sólo fue posible obtener aceite en el 33,33% de los tratamientos realizados, y el mayor rendimiento global fue de 13,69% correspondiente al tratamiento 6, y se encuentra resaltado en la Tabla 22, lo cual plantea la necesidad de realizar un nuevo diseño de experimentos realizando cambios en los factores, y como consecuencia se plantea el diseño de experimentos factorial fraccionado 2^{5-2} .

Es importante anotar que no se pudo realizar un análisis estadístico que permitiera analizar en un mayor grado esta información, debido a que en aproximadamente el 70% de los tratamientos no

fue posible obtener aceite, y por ende, no fue posible determinar rendimientos del proceso de extracción, para estas combinaciones de variables

Tabla 23. Valores de variables de respuesta obtenidos de acuerdo a diseño de experimentos *Plackett-Burman*

TRATAMIENTO	VARIABLES DE RESPUESTA		
	H_r [%]	M_a [g]	R_g [%]
1	16,30%	93,00	9,30%
2	22,88%	0,00	0,00%
3	23,05%	0,00	0,00%
4	1,12%	45,77	4,58%
5	12,95%	0,00	0,00%
6	11,65%	136,90	13,69%
7	7,00%	100,60	10,06%
8	2,21%	0,00	0,00%
9	5,45%	0,00	0,00%
10	120,20%	0,00	0,00%
11	2,68%	0,00	0,00%
12	3,69%	0,00	0,00%

La notación usada en la Tabla 23 y sus respectivas ecuaciones se presentan a continuación:

$$H_r = \frac{M_s}{M_i}$$

$$R_g = \frac{M_a}{M_g}$$

Donde:

H_r : *Humedad relativa de la muestra de grano o albumen [%]*

M_s : *Masa seca de la muestra de grano o albumen [g]*

M_i : Masa de la muestra de grano o albumen (respectivamente) antes de cualquier pretratamiento [g]

M_g : Masa de la muestra de grano antes de cualquier pretratamiento [g]

M_a : Masa de aceite obtenida del proceso de extracción [g]

R_g : Rendimiento global del proceso de extracción [%]

Sin embargo, a partir de estos resultados se puede decir que la humedad, del grano o albumen, es fundamental en el proceso de extracción mecánico, conclusión a la que también han llegado algunas investigaciones (Beerens, 2007). Es así como se puede afirmar que existe una relación entre la humedad base seca y el rendimiento del proceso de extracción, tal como se puede ver en la Figura 18. Basado en la misma gráfica, es posible decir que los valores recomendables de humedad, podrían estar en un intervalo entre el 10 y 14%, para obtener rendimientos importantes en el proceso de extracción. Pero estos valores no son necesariamente los que presenten los valores óptimos del proceso, al no incluir el resto de factores involucrados en el proceso. Sin embargo, brinda información relevante acerca de una variable, que de acuerdo a otras investigaciones es relevante en el rendimiento de la extracción mecánica.

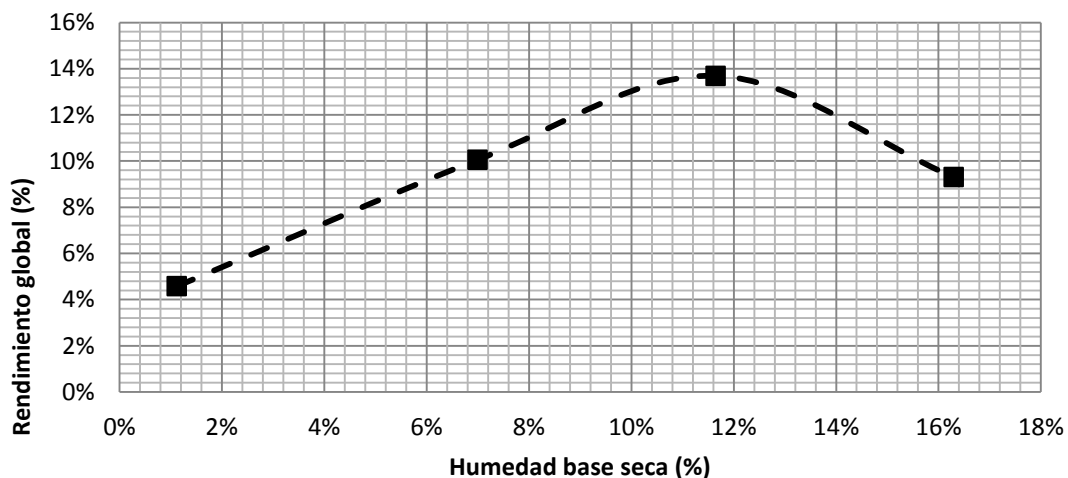


Figura 18. Comportamiento del rendimiento del proceso de extracción con respecto al contenido de humedad.

Ahora bien, a partir de los resultados arrojados por este diseño de experimentos, se decidió definir como constantes, los factores que se presentan en la Tabla 16, y reuniendo estas variable en una constante que fue la humedad. Es importante anotar que con los valores definidos, es posible obtener humedades relativas inferiores al 20%, y garantizar así, obtener aceite en cada uno de los tratamientos del nuevo diseño de experimentos (factorial 2^{5-2}).

1.1.2 Diseño de experimentos 2^{5-2}

Como se dijo anteriormente, para este nuevo diseño de experimentos, se suprimieron, como factores, las variables asociadas a los pre-tratamientos de cocción y secado del grano, pero se conservaron los niveles de los otros factores, tal como se puede observar en la Tabla 24.

Tabla 24. Matriz de tratamientos diseño de experimentos 2^{5-2} con niveles

TRATAMIENTO	FACTORES				
	C [<i>Psi</i>]	D [°C]	E [<i>mm</i>]	F [<i>mm</i>]	G [%]
1	2300	25	9	9,50	100
2	4300	25	9	2,36	0
3	2300	100	9	2,36	100
4	4300	100	9	9,50	0
5	2300	25	18	9,5	0
6	4300	25	18	2,36	100
7	2300	100	18	2,36	0
8	4300	100	18	9,5	100

A partir de este diseño de este diseño de experimentos, se obtuvieron los resultados que se encuentran registrados en la Tabla 25. Como se puede ver en todos los tratamientos se obtuvo aceite. Para este diseño de experimentos el mayor rendimiento global obtenido fue de 20,06%, correspondiente al tratamiento 4; cuyas condiciones se encuentran resaltadas en la Tabla 24. Esto quiere decir que la eficiencia máxima obtenida, teniendo como base la cantidad de aceite obtenida por el proceso de extracción con hexano (32,65%), fue de 61,44%.

Tabla 25. Valores de variables de respuesta de acuerdo a diseño de experimentos 2^{5-2}

TRATAMIENTO	VARIABLES DE RESPUESTA		
	H_r [%]	M_a [g]	R_g [%]
1	16,50%	13,3	1,33%
2	10,90%	146	14,60%
3	4,00%	87	8,70%
4	11,06%	125,2	20,06%
5	6,25%	103,3	10,33%
6	7,46%	92	9,20%
7	8,81%	160,3	16,03%
8	16,50%	111,2	11,12%

A partir de este diseño de experimentos se desarrolló una regresión lineal multivariable, con el objetivo de determinar la relevancia de los factores involucrados en el proceso de extracción, en el rendimiento del proceso de extracción. Este análisis se hizo con la ayuda del software “R versión 3.0.2” y el código usado se presenta en el anexo **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** Como se puede ver en la

Tabla 26 los factores de presión de proceso (C), temperatura de proceso (D) y contenido de cáscara (G) son los que tienen mayor influencia en el rendimiento, esto se puede concluir, debido a que el valor “P” de estas variables es menor que 0,05. (Pulido & Salazar, 2008)

Tabla 26. Resultados regresión multivariable conseguidos con R para el diseño de experimentos 2^{5-2} .

Tabla regresión lineal multivariable para el rendimiento				
Intercepto	Estimado	Error Estándar	Valor t	Valor-p
	3,761E+00	2,562E+00	1,468	0,2798
C	2,324E-04	4,893E-04	4,749	0,0416
D	6,817E-02	1,305E-02	5,225	0,0347
E	5,528E-02	1,087E-01	0,508	0,6617
F	-1,992E-01	1,370E-01	-1,454	0,2832
G	-7,767E-02	9,785E-03	-7,836	0,0159

En este caso la regresión lineal presenta un ajuste (R^2) de 0,9827 y uno ajustado (R_{aj}^2) de 0,9395, lo cual indica que es un muy buen ajuste y el modelo describe en un alto grado el comportamiento del proceso bajo los parámetros establecidos. Además, el error estándar residual fue 1,384 con dos grados de libertad.

En ese orden de ideas, se decide eliminar el diámetro de salida de la torta (E) y el tamaño del grano como factores (F), con lo cual queda un modelo menos complejo, a partir del cual se desarrolla el diseño de experimentos *Box-Behnken*.

1.1.3 Diseño de experimentos *Box-Behnken*

Tabla 27. Matriz de tratamientos diseño de experimentos *Box-Behnken* con niveles

TRATAMIENTO	FACTORES		
	C [Psi]	D [°C]	G [%]
1	2300	25	50
2	4300	25	50
3	2300	100	50
4	4300	100	50
5	2300	62,5	0
6	4300	62,5	0
7	2300	62,5	100
8	4300	62,5	100
9	3300	25	0
10	3300	100	0
11	3300	25	100
12	3300	100	100
13	3300	62,5	50
14	3300	62,5	50
15	3300	62,5	50

Para el desarrollo de este diseño de experimentos se adicionó un nivel al centro, entre los límites que se habían establecido para cada factor: presión de proceso (C), temperatura del proceso (D) y

el contenido de cáscara (G). Los niveles usados para cada uno de los factores se pueden ver en la Tabla 27.

A partir de estos tratamientos se obtuvieron los resultados que se encuentran en la Tabla 28. Para este caso, el mayor rendimiento global obtenido fue de 20,84% y se consiguió bajo las condiciones del tratamiento 4, que se encuentran resaltados en la Tabla 27. Además, la humedad base seca de todos los ensayos se encuentra en un intervalo entre el 5% y 11%, el cual es un intervalo en el cual se pueden obtener cantidades importantes de aceite, de acuerdo al análisis realizado anteriormente y a la Figura 18.

Tabla 28. Valores de variables de respuesta de acuerdo a diseño de experimentos *Box-Behnken*

TRATAMIENTO	VARIABLES DE RESPUESTA		
	H_r [%]	M_a [g]	R_g [%]
1	7,17%	13,40	1,34%
2	8,17%	156,38	15,64%
3	8,43%	135,18	13,52%
4	7,75%	208,35	20,84%
5	5,51%	134,00	13,40%
6	6,00%	190,12	19,01%
7	9,95%	15,46	1,55%
8	8,55%	102,89	10,29%
9	7,05%	159,85	15,99%
10	5,95%	192,61	19,26%
11	10,12%	56,65	5,67%
12	9,25%	85,75	8,58%
13	8,10%	161,30	16,13%
14	7,81%	159,67	15,97%
15	8,38%	160,35	16,04%

Basado en estos resultados se desarrolló un código en "R" y GAMS para realizar el análisis estadístico, mediante las metodologías de regresión multivariable, análisis ANOVA (Análisis de varianza) y metodología de superficie de respuesta. En este caso se incluyeron las interacciones entre los diferentes factores así como las interacciones cuadráticas para cada factor, tal como se

puede ver en la Tabla 29. El código en “R” usado para este diseño de experimentos se encuentra en el anexo **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**

Para este caso el modelo presenta un ajuste (R^2) de 0,9578 y uno ajustado (R_{aj}^2) de 0,8819, lo cual indica que es un muy buen ajuste y el modelo describe en un alto grado el comportamiento del proceso bajo los parámetros establecidos.

Tabla 29. Resultados regresión multivariable conseguidos con R para el diseño de experimentos *Box-Behnken*.

Tabla regresión lineal multivariable para el rendimiento				
Intercepto	Estimado	Error Estándar	Valor t	Pr(>F)
	-3,564E+01	1,410E+01	-2,528	0,0527
Pr	2,153E-02	7,580E-03	2,843	0,0361
Te	3,190E-01	1,392E-01	2,292	0,0705
Ca	-4,365E-02	9,083E-02	-0,481	0,6511
PrTe	-4,653E-05	2,816E-05	-1,653	0,1593
PrCa	1,565E-05	2,112E-05	0,741	0,4918
TeCa	-4,880E-05	5,631E-04	-0,087	0,9343
Prsq	-2,259E-06	1,100E-06	-2,056	0,0949
Tesq	-6,753E-04	1,099E-06	-2,056	0,0949
Casq	-1,089E-03	4,396E-04	-2,478	0,056

Con la información obtenida de la regresión lineal multivariable, se pudo determinar la ecuación del modelo para el proceso de extracción mecánico de aceite, bajo las condiciones que fueron realizados los ensayos. La ecuación se presenta a continuación:

$$\begin{aligned}
 y = & -3,56 \times 10^1 + 2,15 \times 10^{-2}Pr + 3,19 \times 10^{-1}Te - 4,37 \times 10^{-2}Ca - 4,67 \times 10^{-5}PrTe \\
 & + 1,57 \times 10^{-5}PrCa - 4,88 \times 10^{-5}TeCa - 2,26 \times 10^{-6}Pr^2 - 6,75 \times 10^{-4}Te^2 \\
 & - 1,09 \times 10^{-3}Ca^2
 \end{aligned}$$

Donde:

Pr: Presión del Proceso [Psi]

Te: Temperatura del Proceso [°C]

Ca: Contenido de Cáscara [%]

PrTe: Interacción de Presión y Temperatura del Proceso

PrCa: Interacción de Presión del Proceso y Contenido de Cáscara

TeCa: Interacción de Temperatura del Proceso y Contenido de Cáscara

*Pr*²: Componente cuadrático de la Presión del Proceso

*Te*²: Componente cuadrático de la Temperatura del Proceso

*Ca*²: Componente cuadrático del Contenido de Cáscara

Esta ecuación es la que posteriormente fue usada en el proceso de optimización, teniendo en cuenta restricciones del proceso.

1.1.1.1 Análisis del modelo

A partir de esta información se desarrollaron diferentes validaciones del modelo, con el fin de poder afirmar que las estimaciones dadas por el modelo sean aceptables. La primera de las verificaciones realizadas fue observar el grado de ajuste del modelo con respecto a los datos, a través del coeficiente de correlación múltiple (R^2) y el coeficiente de correlación ajustado (R_{aj}^2) que en este caso fueron 0,9578 y 0,8819, respectivamente. A partir de estos valores, se puede concluir que existe un alto grado de ajuste entre los datos y el modelo.

1.1.1.2 Análisis de varianza (ANOVA)

Para realizar el análisis de varianza (ANOVA) se hizo uso del software “R”, el código usado en este proceso se encuentra en el anexo **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia..** Como se puede ver en la

Tabla 30 los factores con mayor significancia son la presión, la temperatura y el contenido de cáscara, esto es explicado por el valor-p; que sólo para estas variables es inferior a 0,05. Cabe anotar que podría considerarse la variable Ca^2 (“Casq”), cuyo valor p está ligeramente por encima de 0,05 como una variable significativa. Esto confirma que los factores definidos a partir del diseño de experimento anterior, como significativos, lo siguen siendo. Sin embargo, para el análisis se decidieron dejar tanto los factores, como cada una de las interacciones y así contribuir en menor grado, en el error del modelo.

Tabla 30. Resultados de análisis de varianza (ANOVA) para el rendimiento del proceso de extracción.

Tabla ANOVA para rendimiento					
Factor	GL	SC	CM	F_0	Valor p
Pr	1	161,78	161,78	36,277	0,00181
Te	1	69,42	69,42	15,567	0,01090
Ca	1	216,14	216,14	48,469	0,00094
PrTe	1	12,18	12,18	2,731	0,15931
PrCa	1	2,45	2,45	0,550	0,49182
TeCa	1	0,03	0,03	0,008	0,93431
Prsq	1	14,89	14,89	3,339	0,12722
Tesq	1	2,03	2,03	0,456	0,52933
Casq	1	27,37	27,37	6,139	0,05600
Residuales	5	22,30	4,46		

La notación usada en la

Tabla 30 se presenta a continuación (Pulido & Salazar, 2008):

GL: Grados de libertad

SC: Suma de cuadrados

CM: Cuadrado Medio

F₀: Estadístico

Valor p: Significancia observada

1.1.1.3 Verificación de Supuestos

Ahora para validar los resultados obtenidos a partir del análisis de varianza es necesario realizar la verificación de los supuestos del modelo. Los supuestos que se verificaron fueron: normalidad, varianza constante e independencia. El cumplimiento de estos supuestos, indican que la variable de respuesta se comporta de manera normal, con la misma varianza en cada tratamiento y las mediciones deben ser independientes (Pulido & Salazar, 2008). Estos supuestos sobre la variable de respuesta se traducen en supuestos sobre el error, teniendo en cuenta la siguiente ecuación.

$$Y_{ij} = \mu + \tau_i + \varepsilon_{ij}$$

Donde:

Y_{ij}: Variable de respuesta

μ: Media global

τ_i: Efecto del tratamiento i

ε_{ij}: Error atribuible a la medición Y_{ij}

En este orden de ideas, es usual utilizar la muestra de residuales para comprobar los supuestos del modelo, ya que si los supuestos se cumplen los residuales pueden ser vistos como una muestra aleatoria de una distribución normal con media cero y varianza constante. Para este efecto se parte de la siguiente definición de residuales (Montgomery, 2011):

$$\hat{\epsilon}_i = y_i - \hat{y}_i$$

Donde:

$\hat{\epsilon}_i$: *Residual*

y_i : *Respuesta observada*

\hat{y}_i : *Respuesta predicha por el modelo*

A continuación se presentan las verificaciones para los supuestos, para el caso del rendimiento del proceso de extracción, como variable de respuesta.

Normalidad de residuales

Para determinar la normalidad del modelo se pueden usar diferentes procedimientos, en este caso se usaron uno gráfico y otro matemático. En el primero, se creó la gráfica normal Cuantil-Cuantil (Q-Q). Esta gráfica (tipo X-Y) tiene las escalas de tal manera que si los residuos siguen una distribución normal, al ser graficados tienden a quedar alineados en una línea recta. (Montgomery, 2011)

Usando el software “R” y el código que se presenta en el anexo **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** se obtuvo la gráfica que se puede observar en la Figura 19. Es claro que los

residuales tienen una distribución normal, ya que se encuentran relativamente alineados a la línea recta ilustrada en la gráfica.

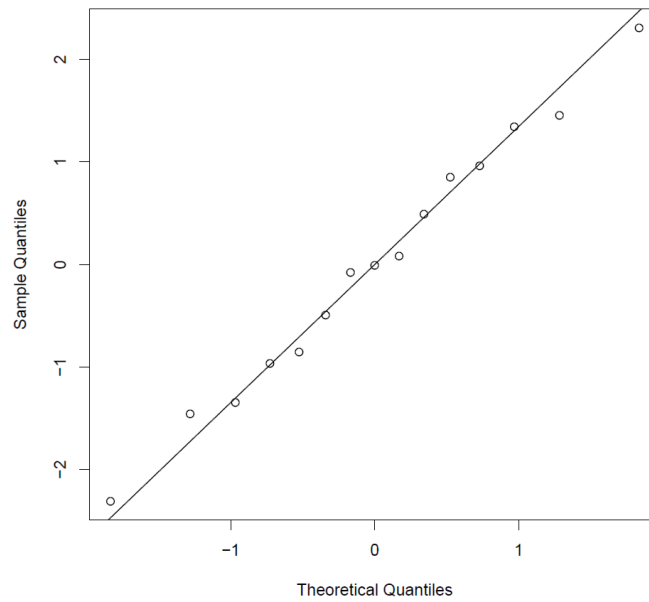


Figura 19. Gráfica normal cuantil cuantil para los residuales del rendimiento del proceso de extracción de aceite a partir de *Jatropha curcas*.

Otro de los métodos gráficos para determinar la normalidad, es el histograma, que se presenta en la Figura 20. De la gráfica se puede confirmar que los residuales tienen una distribución normal.

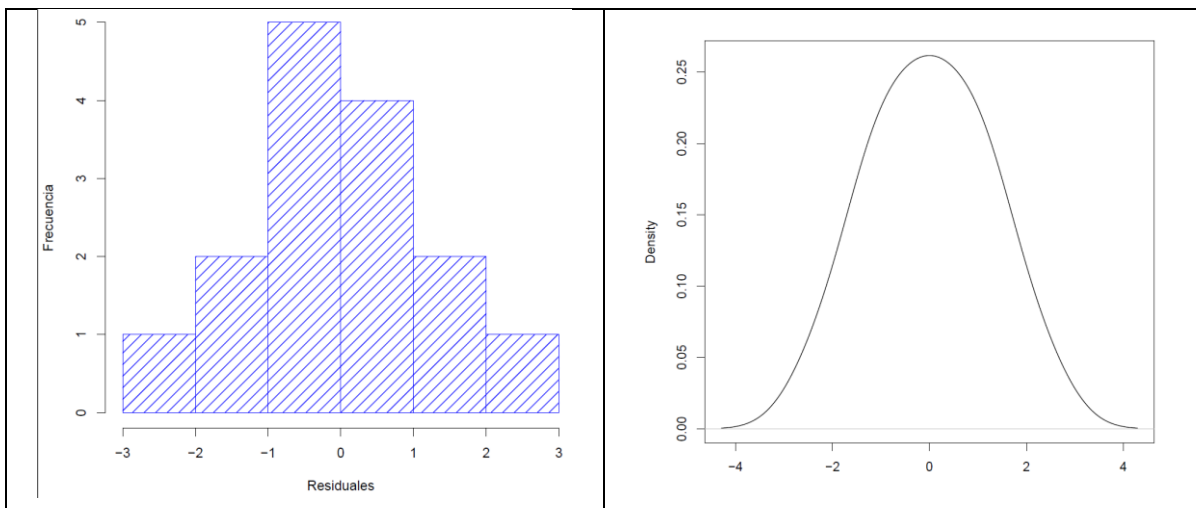


Figura 20. Histograma y curva de distribución para rendimiento del proceso de extracción de aceite a partir de *Jatropha curcas*.

En el caso matemático se usó la prueba de *Shapiro-Wilks*, debido a que es la más recomendada (Pulido & Salazar, 2008). Este método tiene establece dos hipótesis, que se presentan a continuación:

H_0 : Los datos proceden de una distribución normal

H_a : Los datos no proceden de una distribución normal

Para calcular el estadístico *Shapiro-Wilks* se usa la siguiente ecuación:

$$W = \frac{1}{(n-1)S^2} \left[\sum_{i=1}^k a_i (X_{(n-i+1)} - X_{(i)}) \right]^2$$

Donde:

W : Estadístico

S^2 : Varianza muestral

a_i : Coeficientes

n : Tamaño de la muestra

k : Aproximadamente $n/2$

El desarrollo de esta prueba en "R" se puede encontrar en el anexo **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia..** De este código se obtuvo que el estadístico fue $W = 0,9885$ mientras que el *valor - p* = 0,9985, entonces como el estadístico es menor que el valor-p se puede aceptar la hipótesis nula, es decir, los datos proceden de una distribución normal (Faraway, 2005).

Como se puede ver el estadístico es mayor que el valor crítico a partir de lo cual se puede afirmar que se cumple la hipótesis nula, es decir, los datos proceden de una distribución normal. (Pulido & Salazar, 2008)

Igualdad de varianza

La igualdad de varianzas o varianza constante es una forma de verificar si los tratamientos tienen la misma varianza, para realizarlo se pueden usar métodos gráficos y/o métodos matemáticos. En el desarrollo de este proyecto se usó uno de los métodos gráficos, en el cual se grafican los valores predichos (eje horizontal) contra los valores residuales (eje vertical) (Figura 21).

Si los puntos en esta gráfica se distribuyen de manera aleatoria, es decir, sin ningún patrón claro, en una banda horizontal, entonces es señal que se cumple el supuesto de que los tratamientos tienen igual varianza (Pulido & Salazar, 2008). Existe otro método gráfico para verificar este supuesto, y es la gráfica de niveles de factor contra residuales, pero no fue usada en el desarrollo de este proyecto.

Como se puede observar en la Figura 21, claramente se ve una distribución aleatoria de los puntos alrededor del cero y en una banda horizontal, entre menos dos y dos. Entonces es posible afirmar que se cumple el supuesto de igualdad de varianzas para los residuales del modelo para el rendimiento del proceso de extracción, y por ende lo cumple el modelo (Pulido & Salazar, 2008).

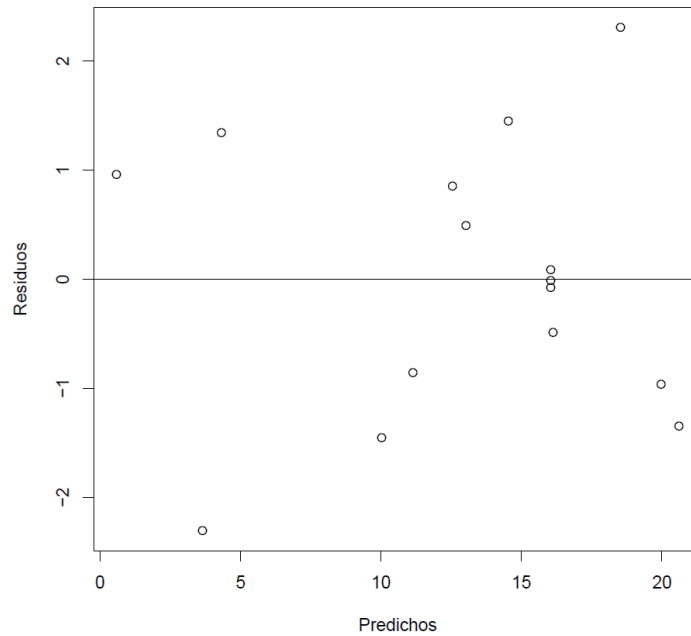


Figura 21. Gráfica de predichos vs residuales para el rendimiento del proceso de extracción de aceite a partir de *Jatropha curcas*.

Independencia de residuales

El supuesto de independencia es uno de los supuestos importantes de los residuales, para verificarlo se usa un método gráfico en el cual se grafican los residuos contra el orden en el cual se obtuvieron los datos. El supuesto se cumple si los puntos en la gráfica no sigue ningún patrón o tendencia definida (Pulido & Salazar, 2008). La violación de este supuesto generalmente indica deficiencias en la planeación y ejecución del experimento, en otras palabras, puede indicar que no se aplicó correctamente el principio de aleatorización.

En este caso la gráfica obtenida para la verificación del supuesto de independencia se presenta en la Figura 22. A partir de la cual se puede decir que se cumple el supuesto de independencia, pues no se presenta un patrón de los residuales con respecto al orden de corrida de cada uno de los tratamientos.

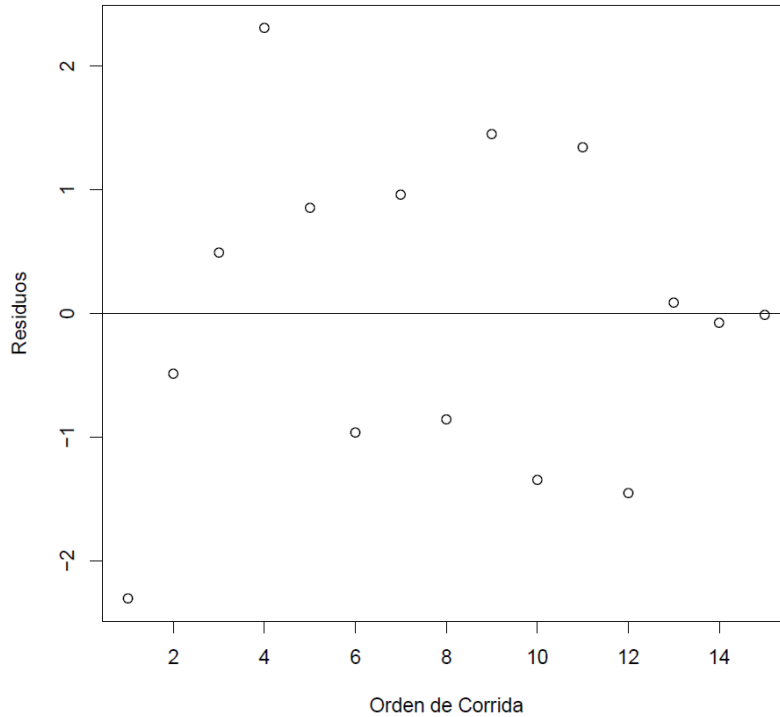


Figura 22. Gráfica de orden de corrida vs residuales para el rendimiento del proceso de extracción de aceite a partir de *Jatropha curcas*.

Ahora bien, existe otro método de verificación de este supuesto y es la prueba de *Durbin-Watson*. Esta prueba permite diagnosticar la presencia de correlación entre los residuos ordenados en el tiempo, que es una posible consecuencia de la falta de independencia. Esta prueba presenta el inconveniente de no detectar las correlaciones entre los residuos no consecutivos en el tiempo que pudieran no cumplir el supuesto de independencia. (Pulido & Salazar, 2008)

La hipótesis en la prueba de *Durbin-Watson* se presenta a continuación. Donde ρ es parámetro que representa la correlación entre residuos consecutivos:

$$H_0: \rho = 0$$

$$H_a: \rho > 0$$

Para calcular el estadístico *Durbin-Watson* se usa la siguiente ecuación (Pulido & Salazar, 2008):

$$d = \frac{\sum_{i=2}^n (e_i - e_{i-1})^2}{\sum_{i=1}^n (e_i)^2}$$

Donde los $e_i, i = 1, 2, \dots, n$ corresponde a los residuos ordenados en el tiempo. Para tomar la decisión sobre la hipótesis se usa la siguiente regla:

Si $d < d_L$ Se rechaza H_0

Si $d > d_u$ No se rechaza H_0

Si $d_L \leq d \leq d_u$ Sin decisión

Donde d_L y d_u son cotas que se leen en tablas, y para las cuales se requiere el número de residuos (n), el nivel de significancia (α) y el número de variables de la regresión del modelo (p). Para este caso; $n = 15$, $\alpha = 0.05$, $p = 9$ y después de correr el código del anexo **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**, en el software “R” se obtuvo como valor del estadístico $d = 2,2693$. Este valor es mayor que $d_u = 2,21$, esto indica que se cumple el supuesto de independencia de residuales del modelo.

1.1.4 Optimización mediante metodología de superficie de respuesta (MSR)

A partir del diseño de experimentos *Box-Behnken* se encontró el mejor tratamiento o la mejor combinación de los niveles que se incluyeron (punto estacionario). Sin embargo, esta combinación de niveles y factores no corresponde necesariamente al punto óptimo, es decir, a la mejor combinación posible en toda la región de operabilidad, dicha región está delimitada por el

conjunto de puntos o condiciones donde el equipo o proceso puede ser operado (Pulido & Salazar, 2008).

Para este proyecto se usó el paquete “*rsm*” del software “R” como herramienta para determinar la superficie de respuesta que se ajustara al modelo hallado. El código de programación usado se encuentra en el anexo **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia..** A partir de este código, se obtuvo como resultado los gráficos tridimensionales que se pueden ver en la Figura 23. En todos estos gráficos el eje vertical corresponde al rendimiento, y los otros dos ejes corresponden a dos de los tres factores definidos como importantes en el proceso. En el gráfico de la izquierda dichos ejes corresponden a la temperatura y presión del proceso, en el gráfico del centro corresponden a la presión del proceso y el contenido de cáscara, y en el gráfico de la derecha corresponden a temperatura y contenido de cáscara. Además, en cada gráfico el factor que no se grafica se mantiene constante en el punto medio de los niveles usados en los ensayos; contenido de cáscara 50%, temperatura del proceso 62,5°C y presión del proceso 3300Psi. Además las gráficas son claramente superficies de máximo (montaña), indicando de esta manera que el valor máximo hallado es un máximo global.

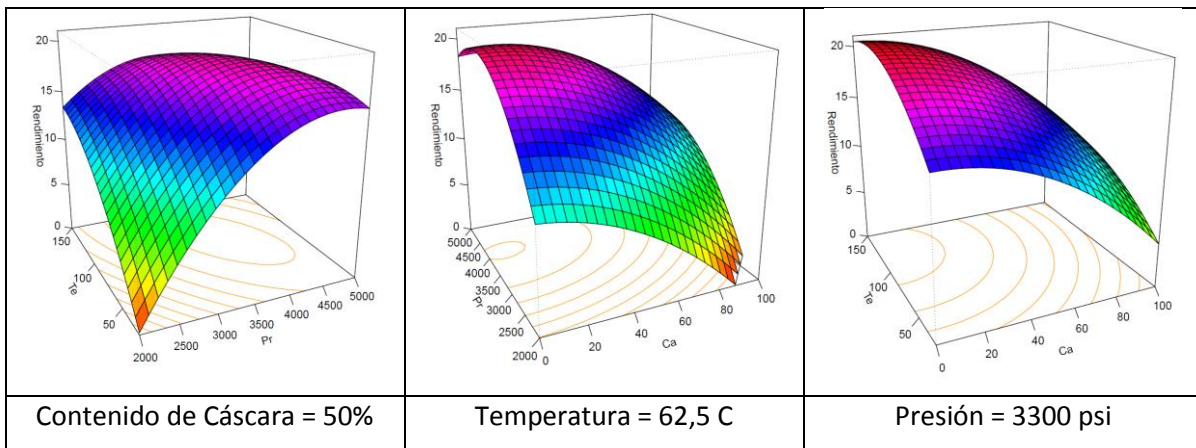


Figura 23. Diagramas de superficie de respuesta tridimensionales para el rendimiento del proceso de extracción mecánica de aceite de *Jatropha curcas*, de acuerdo a la combinación de factores del proceso.

Ahora, a partir de las gráficas de superficies tridimensionales se obtienen las curvas de nivel o isolíneas, que se presentan en la Figura 24. Estas curvas permiten ver de una mejor manera las combinaciones de los factores que permiten obtener mejores rendimientos. Los valores que acompañan a cada una de las líneas corresponden a los valores de rendimiento que el modelo predice bajo cada combinación de los factores. Como se puede ver, el rendimiento máximo que se puede obtener, a partir de las combinaciones de factores es alrededor de 20%. Sin embargo, este tipo de gráficos permiten determinar rangos para cada factor, pero no valores específicos de cada variable bajo los cuales se obtenga el rendimiento óptimo.

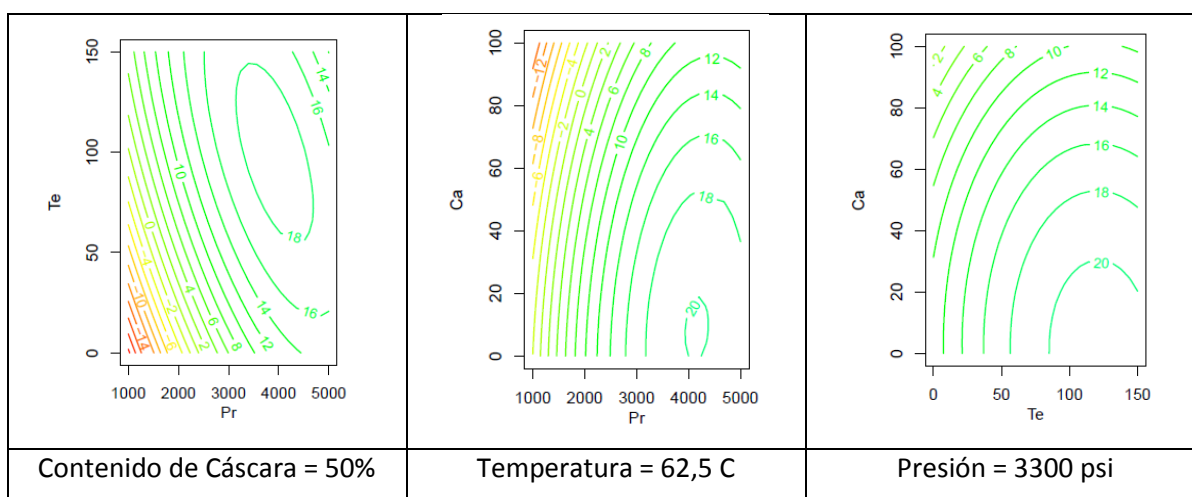


Figura 24. Curvas de nivel con la combinación de factores del proceso de extracción mecánica de aceite de *Jatropha curcas*.

En ese orden de ideas, para determinar los puntos óptimos se usó el software *GAMS (General Algebraic Modeling System)* y el código que se presenta en el anexo **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia..** A partir de la ecuación obtenida del diseño de experimentos *Box-Behnken* y condiciones de proceso se determinaron los valores para cada factor, presión de proceso, temperatura de proceso y contenido de cáscara que arrojaran el mayor rendimiento del proceso de extracción mecánico.

Tabla 31. Valores óptimos de temperatura y presión del proceso y contenido de cáscara sin restricciones en el modelo matemático.

Variable	Unidad	Valor
Presión	<i>Psi</i>	8,45
Temperatura	°C	237,05
Contenido de Cáscara	%	-25,33

Para esto se hizo uso de la ecuación que se halló a partir de la regresión lineal multivariable, del diseño de experimentos *Box-Behnken* y restricciones para cada uno de los factores. Sin embargo, antes de incluir las restricciones se determinaron los valores para cada variable, mediante el código de R que se presenta en el anexo **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**, que optimizaban la ecuación del modelo, y los resultados se presentan en la Tabla 31. Pero tal como se observa los resultados no tiene sentido físico, y por ende no son útiles para el objetivo del proyecto.

Además, se determinaron los autovalores del modelo tal como se puede observar en las Tabla 32 a partir de lo cual se puede concluir que el valor hallado es un máximo global de la ecuación, ya que todos los autovalores son menores o iguales a cero (Edgar, Himmelblau, & Lasdon, 2001).

Tabla 32. Autovalores del modelo del proceso de extracción hallados mediante la metodología de superficie de respuesta.

Autovalores		
0,000000	-0,000675	-0,001091

Ahora bien para realizar un proceso de optimización que respondiera al proceso, se incluyeron las restricciones que se presentan a continuación y se corrió el código de GAMS que se encuentra en el anexo **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia..**

- ✓ Temperatura del proceso entre 25 y 100°C ($25 \leq T_e \leq 100^\circ\text{C}$)
- ✓ Presión del proceso entre 2300 y 6000 *Psi* ($2300 \leq P_r \leq 6000 \text{ Psi}$)
- ✓ Contenido de cáscara entre 0 y 100% ($0 \leq C_a \leq 100\%$)

Entonces con estas restricciones y el modelo definido, se obtuvo los resultados que se presentan en la Tabla 33.

Tabla 33. Valores óptimos de temperatura y presión del proceso y contenido de cáscara con restricciones.

Variable	Unidad	Valor
Presión del proceso	<i>Psi</i>	3751,70
Temperatura del proceso	°C	100
Contenido de cáscara	%	4,68
Rendimiento másico	% (m/m)	21,05
Rendimiento relativo	%	64,48

Para este modelo el rendimiento másico máximo de aceite obtenido sería el 21,05%, lo cual corresponde a un rendimiento relativo de 64,48% con respecto a la cantidad de aceite obtenida por extracción con hexano y presentado en la Tabla 11. Además es claro que la presión que se requiere es aproximadamente 3750 *psi*, lo que es menor al valor establecido como máximo en el desarrollo de otras investigaciones. Por otro lado el contenido de cáscara óptimo es muy pequeño, cercano al 5%, lo cual en términos prácticos podría asumirse como cero. Por último, la temperatura óptima está en el límite superior de la restricción definida, es decir, 100°C, en ese orden de ideas se decidió realizar una nueva corrida del código, ampliando el rango de temperatura del proceso a 150°C ($25 \leq T_e \leq 150^\circ\text{C}$) y se obtuvo los resultados que se exponen en la Tabla 34.

En este caso la temperatura del proceso aumentó 10,75°C, pasando de 100°C a 110,751°C, y como consecuencia se redujo la presión en 3,05% y el contenido de cáscara en 22,73%. Sin embargo, el rendimiento sólo aumenta 0,23%, manteniéndose aproximadamente el mismo rendimiento relativo (64,62%). Pero esta información es útil al dar un rango de operación de las variables del proceso.

Tabla 34. Valores óptimos de temperatura y presión del proceso y contenido de cáscara con mayor rango de temperatura del proceso.

Variable	Unidad	Valor
Presión del proceso	<i>Psi</i>	3637,29
Temperatura del proceso	°C	110,75
Contenido de cáscara	%	3,61
Rendimiento másico	% (m/m)	21,10
Rendimiento relativo	%	64,62

Tabla 35. Rendimiento real y teórico de proceso de extracción de aceite para *Jatropha curcas* a partir del modelo de optimización hallado.

Variable	Unidad	Valor
Masa Inicial de la muestra	<i>g</i>	585,10
Masa de aceite obtenida	<i>g</i>	121,05
Rendimiento másico real	%	20,69%
Rendimiento másico teórico	%	21,10%
Error	%	1,95%

A partir de la ecuación obtenida, se determinaron los valores óptimos para cada factor; presión y temperatura del proceso, y contenido de cáscara. Se realizó un experimento con estos parámetros y se midió el rendimiento del proceso de extracción. Los valores hallados se encuentran reportados en la Tabla 35. A partir de esta información se puede decir que el modelo predice en

un alto nivel el comportamiento real del proceso, debido a que el error o diferencia entre el rendimiento másico teórico y el real es de 1,95%.

5 CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DEL ACEITE OBTENIDO

1.1 Materiales y métodos

Este proyecto tiene como objetivo que el aceite sea usado como un combustible, razón por la cual se hace necesario determinar las principales características, físicas y químicas, que den cuenta de sus condiciones para ser usado de manera directa como combustible o para ser transformado en biodiesel. En este panorama, se determinaron algunas propiedades mediante ensayos de laboratorio al interior de la Universidad EAFIT, y en otros casos en laboratorios externos.

A continuación se describen los procedimientos realizados para cada uno de las pruebas de caracterización realizadas a las diferentes muestras de aceite, obtenidas a partir de los diferentes diseños de experimentos. Cabe anotar que en algunos casos no fue posible determinar ciertas propiedades debido a la poca o nula cantidad de aceite obtenida del proceso de extracción.

1.1.1 Índice de refracción

El índice de refracción se define como la razón de la velocidad de la luz en el vacío con respecto a la velocidad de la luz en el aceite evaluado. Por razones prácticas, normalmente los instrumentos comparan con la velocidad de la luz en el aire en lugar del vacío. El índice de refracción es característico, dentro de ciertos límites, para cada aceite por lo que es un indicador de pureza del aceite (Álvarez, 2013). Este valor está relacionado con el grado de saturación, a partir de la razón *cis/trans* de los dobles enlaces, y puede estar influenciado por el daño que sufre el aceite tras la oxidación. Este índice es una herramienta que ayuda a determinar adulteraciones del aceite o el grado de deterioro debido al tratamiento térmico.

Para este ensayo se usó el refractómetro *ABBE* modelo 315 con un rango de medida 1'3000 a 1'7000 y una precisión de las medidas de $\pm 0'0002$, que se presenta en la Figura 25 y etanol, como solvente para limpiar el visor y evitar el ruido en el resultado final. Para iniciar el ensayo, se toma etanol con un gotero y se limpia con un algodón el visor. Para después, con otro gotero, ubicar dos o tres gotas de la muestra y llevar a cabo la medición. (Universidad Nacional de Mar del Plata, 2013)



Figura 25. Refractómetro usado en prueba de índice de refracción.

Se determina que el ensayo finalizó, cuando la división entre la parte oscura y la clara se encuentra en el medio de la cruz que se observa por la mirilla del equipo, como se observa en la Figura 26. Por último, se registra el dato, se limpia de nuevo el visor con etanol para realizar los otros ensayos.



Figura 26. Cruz de enfoque en mirilla de ensayo de refracción

1.1.2 Viscosidad

La viscosidad se define como la resistencia interna de un fluido al movimiento (Cengel & Cimbala, 2006). Esta propiedad es importante en el proceso de combustión, porque afecta la lubricidad y el grado de atomización del combustible, en el momento de ser inyectado en el motor y, con ello, a la formación de depósitos en el motor. En el biodiesel, la viscosidad se relaciona con la cantidad de triglicéridos no reaccionados, es decir, a mayor cantidad de triglicéridos mayor viscosidad. (Peña et al., 2009)

La determinación de la viscosidad se realizó utilizando un viscosímetro de *Brookfield*, como se observa en la Figura 27. Para este caso se seleccionó la aguja número 1, de las 6 opciones que presenta el equipo. En cada ensayo se usaron muestras de aproximadamente 50 mililitros de aceite, dentro de las cuales se sumergió la aguja y el sensor de temperatura; evitando el contacto con las paredes del recipiente. Antes de dar inicio al equipo, se programaron las condiciones de operación; velocidad de rotación y aguja correspondiente. Después se dio inicio al ensayo hasta que el dato arrojado en la pantalla fuera relativamente constante.



Figura 27. Montaje ensayo de viscosidad en viscosímetro *Brookfield*

Es importante anotar que en vista que la viscosidad es una propiedad sensible a la temperatura, se realizaron ensayos para cada muestra de aceite a diferentes temperaturas: 23, 30 y 40 °C, y así se determinó la variación de la viscosidad, del aceite de *Jatropha curcas* extraído, con respecto a la temperatura. Esto se realizó con cada una de las muestras de aceite obtenidas a las cuales se les pudo realizar, debido a que en algunos ensayos el rendimiento fue demasiado bajo como para obtener una muestra representativa.

1.1.3 Densidad

La densidad está definida por la masa y el volumen propio de la sustancia. En el caso de procesos de combustión es una propiedad importante, debido a que los sistemas de inyección de combustible son volumétricos, lo cual significa que a medida que es mayor la densidad aumenta el consumo másico de combustible (Dzida & Prusakiewicz, 2008)

Para este caso los ensayos fueron realizados usando un picnómetro de 50 mililitros, que fue pesado en vacío y con la muestra de aceite, como se puede ver en la Figura 28 con una balanza marca OHAUS referencia T5600S, con una escala mínima de 0.01 gramos. Este ensayo se realizó bajo la norma. (ICONTEC, 2002)



Figura 28. Picnómetro vacío (izq.) y lleno (der.) en ensayo de densidad

Para determinar la densidad se hizo uso de las siguientes ecuaciones:

$$M_a = M_{pf} - M_{pi}$$

$$\rho_a = \frac{M_a}{V_a}$$

Donde:

M_a : Masa de la muestra de aceite [g]

M_{pf} : Masa del picnómetro con la muestra de aceite [g]

M_{pi} : Masa del picnómetro vacío [g]

V_a : Volumen de la muestra de aceite [ml]

ρ_a : Densidad del aceite [g/ml]

1.1.4 Índice de acidez (ICONTEC, 2011)

El índice de acidez es un coeficiente que determina el porcentaje de ácidos grasos libres que contiene una muestra determinada. La acidez de un aceite es una medida del grado en el que la hidrólisis, o la descomposición lipolítica de algunos triglicéridos, ha liberado a los ácidos grasos de su enlace éster con la molécula de glicérido original. Esta propiedad se eleva con la degradación del combustible y se asocia a depósitos en el sistema de combustible, además, reduce la vida de la bomba del combustible y filtros (Ma & Hanna, 1999). Además es un factor importante en el proceso de transesterificación de aceite para ser convertidos en biodiesel, debido a que un índice de acidez alto ocasiona una mayor formación de jabones que son complicados de separar (Vélez, 2007). Para este ensayo se hizo uso de la norma NTC 218. (ICONTEC, 2011)

En este ensayo, se preparó, previamente, una solución $50/50$ *volumen/volumen* de etanol al 96% y éter dietílico libre de peróxido. Esta mezcla se neutraliza con una solución de *hidróxido de sodio/potasio* en presencia de 0,3 mililitros de fenolftaleína. Por otro lado, la solución del indicador, se prepara con una concentración de 0.5 mol/L de etanol. Una vez preparada y neutralizada esta solución, se pesa en un matraz 10 gramos del aceite y se le adicional 100 mililitros de la mezcla del solvente, agitándolo continuamente durante un minuto aproximadamente. Para terminar se adicionan algunas gotas de indicador y se procede a titular la solución obtenida, con movimientos constantes utilizando otra solución de *hidróxido de sodio/potasio*. El punto final de la titulación se logra cuando queda definido un color rosado durante un tiempo aproximado de 15 segundos como se puede apreciar en la Figura 29. (ICONTEC, 2011)



Figura 29. Punto final de titulación del aceite para determinar índice de acidez

1.1.5 Índice de yodo (ICONTEC, 2012)

El índice de yodo está relacionado con el nivel de insaturación presente en el aceite, es decir, cuanto mayor sea el contenido en insaturaciones más elevado es el índice de yodo (Albuquerque et al., 2009), y se mide como el yodo adsorbido, en gramos, por cada 100 gramos de muestra. Este

parámetro depende del origen del aceite, y en consecuencia, el biodiesel obtenido a partir de este aceite presentará valores de yodo similares al del aceite. (Lang, Dalai, Bakhshi, Reaney, & Hertz, 2001)

Los ácidos grasos insaturados tienen en la cadena dobles enlaces, en un número que va de uno a seis. Los que tienen una sola insaturación se llaman mono-insaturados, quedando para el resto el término de poli-insaturados. Los ácidos grasos poli-insaturados son fácilmente oxidables, cuanto mayor sea el número de dobles enlaces. (Nelson & Cox, 2005)

Para llevar a cabo este ensayo se preparó una solución de yoduro de potasio al 10% (100 g/L agua destilada), mientras en otro recipiente se preparó otra solución de almidón soluble. Después se mezclaron cinco gramos de éste en 30 mililitros de agua en ebullición, y se adicionó agua hasta completar un volumen de 1000 mililitros. Una vez completado esto se deja en ebullición durante tres minutos. Finalmente, se preparó una solución de 0.1 mol/l de tiosulfato de sodio en un litro de agua destilada y se una mezcla solvente $50/50 \text{ volumen/volumen}$ de ciclohexano y ácido acético glacial.

Una vez preparadas las soluciones se procede a hacer la medición. Para lo cual se pesa 0.2 gramos del aceite extraído en un matraz y se le adicionan 20 mililitros de la mezcla de solvente y 25 mililitros del reactivo de *Wijs*, como se puede ver en la Figura 30, y se deja reaccionar durante una hora en un lugar oscuro, debido a que en presencia de luz la reacción no ocurre de manera apropiada. (ICONTEC, 2012)



Figura 30. Mezcla de aceite, solvente y reactivo de *Wijs* en ensayo de índice de yodo

En paralelo se prepara un blanco siguiendo los pasos descritos anteriormente, pero sin adicionar la muestra de aceite. Una vez pasa el tiempo de reacción, se le adicionan al blanco, como a la muestra, 20 mililitros de la solución de yoduro de potasio y 150 mililitros de agua destilada. Ahora se hace un proceso de titulación con la solución normalizada de tiosulfato de sodio, hasta producir una coloración amarilla. Una vez ocurra esto se le adicionan unas gotas del almidón, como se puede ver en la parte izquierda de la Figura 31, y se continúa titulando hasta que la coloración azul, generada por el almidón, desaparezca después una agitación constante, obteniendo como resultado una solución como la que se puede ver en la parte derecha de la Figura 31. (ICONTEC, 2012)



Figura 31. Solución con las gotas de almidón (izq.) y con la titulación terminada (der.)

Finalmente, se registra el volumen de la solución de tiosulfato requerida para alcanzar el punto final de la muestra y del blanco. El índice de yodo se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$VI = \frac{12,69 \times c \times (v_1 - v_2)}{m}$$

Donde:

VI: Índice de yodo (por sus iniciales en inglés) [$g/100g$]

c = Concentración de la solución del tiosulfato de sodio [$\frac{mol}{L}$]

*v*₁ = Volumen de la solución de tiosulfato de sodio empleada en el blanco [ml]

*v*₂ = Volumen de la solución de tiosulfato de sodio utilizado con la muestra [ml]

m = Masa de la muestra usada en el ensayo [g]

1.1.6 Contenido de fósforo (ICONTEC, 2006a)

La temperatura es una variable que se incluye en el proceso de extracción mecánica con el objetivo de disminuir la viscosidad del aceite y aumentar el rendimiento. Sin embargo, algunas investigaciones sostienen que a medida que se aumenta la temperatura se aumenta el contenido de fósforo en el aceite, lo cual no es deseable en procesos de combustión (Putten et al., 2010). Pero aún no se conoce cuál es el límite de temperatura para el proceso de extracción de aceite a partir de *Jatropha curcas*. En ese orden de ideas, es necesario determinar el contenido de fósforo de las diferentes muestras de aceite obtenido.

El contenido de fósforo se determinó mediante calcinación de la muestra en presencia de óxido de zinc, seguida por la medición espectrofotométrica de fósforo, como un complejo azul de ácido fosfomolibdico (ICONTEC, 2006a). Adicionalmente se prepara la curva estándar con diferentes soluciones de fosfatos y de esta, como se puede ver en la Figura 32, se efectuó la lectura del contenido de fósforo de la muestra y del blanco.



Figura 32. Soluciones de la calibración de fosfatos para la realización de la curva estándar.

Para realizar este ensayo se construye una curva como la que se puede ver en la Figura 33, la cual es una línea analítica que permite obtener el contenido de fósforo.

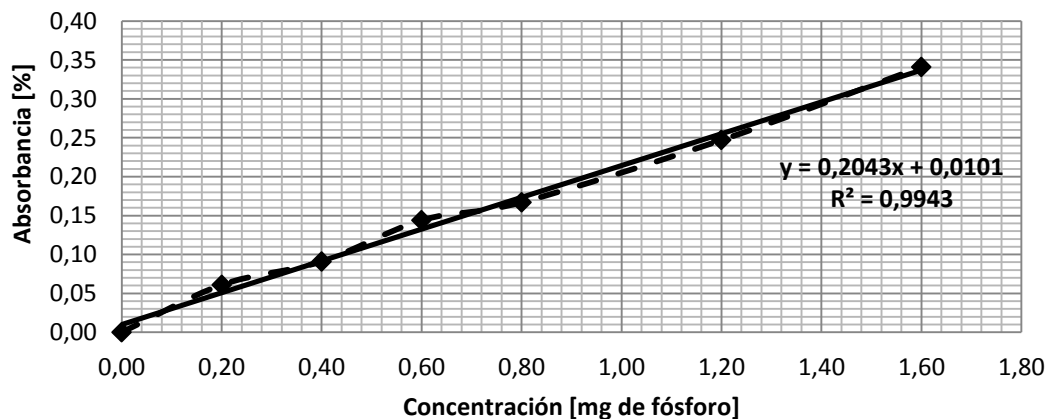


Figura 33. Curva estándar de absorbancia contra el contenido en miligramos de fósforo.

Cálculos

$$\% \text{ de fósforo} = \frac{10(A - B)}{W - V}$$

Donde:

A: Contenido de fósforo en la alícuota [mg]

B: Contenido de fósforo en blanco [mg]

W: Masa de la muestra [g]

V: Volumen de la alícuota usada [ml]

1.1.7 Índice de saponificación (ICONTEC, 1998)

El índice de saponificación permite determinar la cantidad de miligramos de hidróxido de potasio, que se requiere para saponificar un gramo de aceite bajo condiciones específicas (ICONTEC, 1998). Este índice es importante en el proceso de transesterificación, en este orden de ideas, si el índice de saponificación es muy alto, la eficiencia del proceso disminuye. Este fenómeno se da porque se generan espumas a causa de la reacción de los ácidos grasos libres y la base utilizada como catalizador.

El índice de saponificación se relaciona con el peso molecular promedio de la muestra y depende fundamentalmente de la materia prima (aceite) utilizada en el proceso de transesterificación y no de las condiciones en que se haya llevado a cabo el mismo. (Encinar, González, & Rodríguez-Reinares, 2007)

Como proceso previo al ensayo, se preparan dos soluciones, una de ácido clorhídrico 0.5 mol/L de agua destilada y otra de hidróxido de potasio 0.5 mol/L de etanol al 96%. Después se pesan dos gramos de la muestra de aceite extraído y se le añaden 25 ml de la solución etanólica de hidróxido de potasio, esta solución se somete a calentamiento con agitación y reflujo, constantes, durante una hora como se puede ver en la Figura 34.



Figura 34. Montaje para reacción de solución etanólica de KOH y muestras de aceite de *Jatropha curcas*

Al final se adiciona un mililitro de fenolftaleína a la muestra caliente y se titula con la solución de ácido clorhídrico hasta que desaparezca el color rosa del indicador. Adicionalmente se prepara un blanco siguiendo todos los pasos anteriormente descrito pero sin adicionar la muestra de aceite.

Para determinar el índice de saponificación se usa la siguiente ecuación:

$$I_s = (v_0 - v_1) * c * \frac{56,1}{m}$$

Donde:

I_s : Índice de saponificación [$mgKOH/g$]

v_0 = Volumen de la solución de ácido clorhídrico que se usa en el blanco [ml]

v_1 = Volumen de la solución de ácido clorhídrico que se usa con la muestra [ml]

c = Concentración de la solución de ácido clorhídrico [$\frac{mol}{L}$]

m = Masa de la muestra utilizada [g]

1.1.8 Punto de inflamación y combustión

El punto de inflamación es una medida de la tendencia de una muestra para formar mezclas inflamables con aire en condiciones controladas de laboratorio. Es un parámetro a considerar en el manejo, almacenamiento y seguridad de los combustibles y materiales inflamables. Así, los aceites vegetales, en general, tienen altos puntos de inflamación, mayores que los derivados del petróleo, los cuales se reducen cuando el aceite es sometido a un proceso de transesterificación, pero no llegan hasta el punto en que se encuentran los gasóleos. Un bajo punto de inflamación puede ser indicativo de presencia de metanol en el biodiesel. (Dias, Alvim-Ferraz, & Almeida, 2008)

Para llevar a cabo esta prueba se hizo uso de la copa *Cleveland*, donde se vierten aproximadamente 70 mililitros de la muestra de aceite y se somete a un calentamiento controlado hasta llegar a los 100°C, que tarda aproximadamente 10 minutos, a una tasa de 10°C por minuto. Cuando se está cerca a la temperatura (I.N.V.E - 709 -07, 2007) de inflamación se hace pasar una mecha encendida con movimientos periódicos y uniformes sobre la muestra, como se puede ver en la Figura 35.



Figura 35. Ensayo de medición de la temperatura de inflamación

Una vez el aceite genera chispa, se dice que el ensayo ha terminado y se registra el dato de temperatura. Para determinar la temperatura de combustión se continúa calentando, por encima de la temperatura de inflamación, hasta que el aceite se encienda y mantenga la flama, por un tiempo mínimo de 10 segundos. (I.N.V.E - 709 -07, 2007)

1.1.9 Poder Calorífico

Este ensayo se realizó de manera similar al descrito anteriormente para la cáscara, albumen, y mezcla de albumen y cáscara de *Jatropha curca*. La única diferencia es que en este caso se determinó esta propiedad para diferentes muestras de aceite, correspondientes a los tratamientos arrojados por los respectivos diseños de experimentos.

Al igual que en los anteriores casos, se hizo uso de la bomba calorimétrica marca *PARR* ubicada en el laboratorio de operaciones unitarias de la Universidad EAFIT y la cual se puede ver en la Figura 36.



Figura 36. Bomba calorimétrica usada para los ensayos de poder calorífico

1.1.10 Cromatografía y perfil Lipídico

La cromatografía de gases permite separar los componentes de una muestra vaporizada en virtud que se distribuyen entre una fase gaseosa móvil y una fase estacionaria líquida o sólida contenida en una columna. La muestra que se va a analizar se lleva a la fase gaseosa y se inyecta en una de las cabezas de la columna cromatográfica. Existen dos tipos de cromatografías de líquido: gas – líquido y gas – sólido, la primera de estas dos es la más común. (Sagastume, 2008)

El ensayo de cromatografía y perfil lipídico fue realizado en el laboratorio de análisis Tecnimicro, usando diferentes normas: AOAC 920.39 ED. 19, AOCS – Ce- 1 c-89 *Fatty Acid Composition by GLC cis, cis and trans isomers*, AOAC Ca 2e-84. El equipo utilizado fue un cromatógrafo gaseoso SHIMADZU MFCG-002.

La muestra utilizada en este ensayo fueron 25 mililitros de aceite a temperatura ambiente, extraído bajo las condiciones óptimas encontradas a partir del modelo. La muestra, al momento

de realizar el ensayo presentó las siguientes características: líquido traslúcido, oleoso, homogéneo, libre de partículas extrañas y color amarillo.

1.2 Análisis y resultados

A partir de las muestras de aceite obtenidas en el diseño de experimentos *Plackett-Burman*, se determinaron ciertas propiedades descritas anteriormente. Sin embargo, no fue posible determinar todas las propiedades para cada muestra de aceite, debido al bajo rendimiento de algunos de los tratamientos. Las propiedades determinadas y los promedios de las mismas, se pueden observar en la Tabla 36 y Tabla 37, respectivamente.

Tabla 36. Propiedades de muestras de aceite obtenidas del diseño de experimentos *Plackett-Burman*.

Propiedad	Unidad	Tratamiento			
		1	4	6	7
Índice de acidez	$mg\ de\ KOH/g$	7,40	7,40	6,79	16,27
Índice de yodo	$g\ de\ yodo/100\ g$	115,48	113,58	98,35	110,40
Índice de saponificación	$mg\ de\ KOH/g$	196,35	190,74	193,54	203,63
Índice de refracción		1,47	1,47	1,47	1,47
Densidad	g/ml	0,93	0,93	0,93	0,93
Viscosidad absoluta @24,3°C	$Pa.s$	0,11	-----	0,11	-----
Viscosidad absoluta @30°C	$Pa.s$	0,08	-----	0,07	-----
Viscosidad absoluta @40°C	$Pa.s$	0,05	-----	0,06	-----
Poder Calorífico	kJ/kg	38965,09	41540,17	42265,54	38830,30

Tabla 37. Promedio y porcentaje de variación de propiedades de muestras de aceite obtenidas del diseño de experimentos *Plackett-Burman*.

Propiedad	Unidad	Promedio	Porcentaje de variación
Índice de acidez	$mg\ de\ KOH/g$	9,47	48,00%
Índice de yodo	$g\ de\ yodo/100\ g$	109,45	7,03%
Índice de saponificación	$mg\ de\ KOH/g$	196,07	2,83%
Índice de refracción		1,47	0,07%
Densidad	g/ml	0,93	0,28%
Viscosidad absoluta @24,3 C	$Pa.s$	0,11	1,55%
Viscosidad absoluta @30 C	$Pa.s$	0,07	7,25%
Viscosidad absoluta @40 C	$Pa.s$	0,06	18,97%
Poder Calorífico	kJ/kg	40400,27	4,36%

Como se puede ver la propiedad con una mayor variación en los diferentes tratamientos fue el índice de acidez (48%), lo cual indica que es una propiedad sensible a los cambios en las variables del proceso. Además, es importante anotar que esta propiedad es relevante en el proceso de conversión de aceite a biodiesel, por medio de transesterificación. (Vélez, 2007)

Por otro lado el índice de refracción y la densidad presentaron las menores desviaciones alrededor del promedio (0,07% y 0,28%), es decir, son propiedades relativamente independientes a las variables del proceso de extracción.

Sin embargo si no se consideran los resultados arrojados por el tratamiento 7, debido a que presenta variaciones considerables con respecto a los otros tratamientos, se obtienen menores desviaciones como se expone en la Tabla 38. Es notable la disminución en la variación en el índice de acidez, pasando de 48% al 5%. En este panorama, un trabajo futuro a realizar, sería la evaluación más minuciosa de los parámetros de operación sobre la calidad del aceite.

Tabla 38. Promedio y porcentaje de variación de propiedades de muestras de aceite obtenidas del diseño de experimentos Plackett-Burman, sin considerar el tratamiento 7.

Propiedad	Unidad	Promedio	Porcentaje de variación
Índice de acidez	$mg\ de\ KOH/g$	7,20	4,95%
Índice de yodo	$g\ de\ yodo/100\ g$	109,13	8,60%
Índice de saponificación	$mg\ de\ KOH/g$	193,54	1,45%
Índice de refracción		1,47	0,09%
Densidad	g/ml	0,93	0,33%
Viscosidad absoluta @24,3 C	$Pa.s$	0,11	1,55%
Viscosidad absoluta @30 C	$Pa.s$	0,07	7,25%
Viscosidad absoluta @40 C	$Pa.s$	0,06	18,97%
Poder Calorífico	kJ/kg	40923,60	4,24%

Por último, considerando las condiciones del aceite definidas por la norma DIN V-51605, expuestas en la Tabla 1. Se puede decir que el aceite extraído en los tratamientos uno, cuatro, seis y siete presentan densidades, poderes caloríficos e índices de yodo que cumplen el estándar de la norma. Sin embargo para el caso de la viscosidad, no se cumple en ninguno de los tratamientos, la viscosidad se encuentra por encima de los límites permisibles. Para el caso del tratamiento uno la viscosidad absoluta está 44,6% por encima del límite y para el caso del tratamiento seis la viscosidad se encuentra 89,4% por encima.

En otras palabras, se podría decir que para hacer de cualquiera de los tratamientos realizados un combustible normalizado, es necesario modificar las propiedades del aceite mediante métodos químicos, y lograr así que cumplan las condiciones para ser materia de prima, bajo estándares, del proceso de la producción de biodiesel.

Ahora, en el caso del diseño de experimentos factorial fraccionado 2^{5-2} , se obtuvieron los siguientes resultados para cada uno de los tratamientos realizados. Cabe anotar que para el

tratamiento uno no fue posible determinar estas propiedades debido al bajo rendimiento. Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 39.

A partir de esta información obtenida, se pudo observar que, tal como se presentó en las propiedades de las muestras de aceite obtenidas, en el diseño de experimentos *Plackett-Burman*, la propiedad con la mayor variabilidad fue el índice de acidez (13,65%). Aunque en el caso del diseño factorial fraccionado 2^{5-2} en comparación con el diseño *Plackett-Burman* esta variabilidad, fue considerablemente menor, pasando de 48% a casi 14%. Por otro lado, los índices de acidez obtenidos en este diseño, fueron todos menores a los obtenidos en el primero. Para el diseño *Plackett-Burman* el menor valor de acidez fue $6,79 \text{ mg de KOH/g}$, el cual es mayor que cualquier valor obtenido en el diseño factorial fraccionado 2^{5-2} . Es importante anotar que para el caso de la producción de biodiesel, el objetivo es obtener valores de acidez inferiores a 3 mg de KOH/g . (Vélez, 2007)

La otra propiedad que presentó mayores variaciones a causa de los cambios en las condiciones del proceso, fue el contenido de fósforo (13,52%). Algunas investigaciones reportan el contenido de fósforo como una variable con la cual es necesario tener cuidado al momento de usar el biodiesel como combustible, debido a que su presencia en altos niveles aumenta el contenido de cenizas. (Putten et al., 2010)

Tabla 39. Propiedades de muestras de aceite obtenidas del diseño de experimentos factorial fraccionado 2^{5-2} .

Tratamiento	Índice de acidez [<i>mg de KOH/g</i>]	Índice de Yodo [<i>g de yodo/100 g</i>]	Índice de Saponificación [<i>mg de KOH/g</i>]	Índice de refracción	Densidad [<i>g/ml</i>]	Poder Calorífico [<i>kJ/kg</i>]	Contenido de fósforo [<i>ppm</i>]
1	----	----	----	----	----	----	----
2	4,01	114,21	197,75	1,47	0,90	43933,90	4,89
3	3,87	104,06	201,96	1,47	0,89	41540,17	4,50
4	3,17	98,35	199,16	1,47	0,92	39509,12	3,42
5	3,23	103,42	199,16	1,47	0,91	39509,12	4,99
6	4,60	105,33	206,17	1,47	0,91	43571,21	4,16
7	4,10	100,25	207,57	1,47	0,91	42918,38	3,72
8	4,32	92,640	206,17	1,47	0,92	44586,74	4,20
Promedio	3,90	102,61	202,56	1,47	0,91	42224,09	4,27
Porcentaje de variación	13,65%	6,51%	1,99%	0,00%	1,18%	4,93%	13,52%

También es bueno anotar que, en este segundo diseño de experimentos, al igual que en el primero, la densidad y el índice de refracción presentaron las menores desviaciones, 1,18% y 0,00% respectivamente. Lo cual confirma que son propiedades relativamente independientes a las variables definidas en este proceso de extracción.

Ahora para el caso del diseño de experimentos *Box- Behnken*, se determinaron ciertas propiedades para cada una de las muestras de aceite, con excepción de los tratamientos uno y siete; debido al bajo rendimiento de ambos. Los resultados obtenidos para cada uno de los tratamientos de las propiedades determinadas se encuentran en la Tabla 40.

Para este caso al igual que en los análisis de las muestras de aceite, del diseño de experimentos *Plackett-Burman* y fraccionado 2^{5-2} , la propiedad que más variaciones presentó para los diferentes tratamientos fue el índice de acidez (33,43%), lo cual confirma que es una propiedad bastante sensible a los cambios en los parámetros del proceso. Sin embargo, es bueno anotar en este punto que para este diseño de experimentos se usó una semilla que presentó unas condiciones de almacenamiento diferentes a la usada en los otros ensayos. En este caso la semilla suministrada por la empresa COLBIO, presentaba mayor suciedad y presencia de cuerpos extraños en contacto con la semilla. Al parecer este fenómeno ocasionó que el índice de acidez de este diseño de experimentos fuera mucho mayor que en los diseños anteriores, tal como se muestra en la Tabla 41.

Es claro que para cualquiera de los diseños de experimentos sería necesario reducir el índice de acidez para evitar una alta formación de jabones en el proceso de transesterificación. Sin embargo, es el diseño de experimentos *Box-Behnken* el que presenta los niveles más altos, y por ende requiere mayor cantidad de reactivo para bajar este índice; lo cual se traduce en aumento del costo y tiempo del proceso. En este orden de ideas sería interesante evaluar el efecto de diferentes variables en la calidad del aceite, sobretodo en el índice de acidez.

Tabla 40. Propiedades de muestras de aceite obtenidas del diseño de experimentos factorial fraccionado *Box- Behnken*.

Tratamiento	Índice de acidez [<i>mg de KOH/g</i>]	Índice de Yodo [<i>g de yodo/100 g</i>]	Índice de Saponificación [<i>mg de KOH/g</i>]	Índice de refracción [NA]	Densidad [<i>g/ml</i>]	Poder Calorífico [<i>kJ/kg</i>]	Contenido de fósforo [<i>ppm</i>]
1	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
2	19,80	93,27	215,99	1,47	0,91	41714,13	4,79
3	19,58	95,176	204,76	1,47	0,90	39518,75	3,42
4	22,61	93,91	211,78	1,47	0,89	36472,18	4,45
5	19,41	105,96	206,17	1,47	0,91	24276,27	3,77
6	19,92	96,44	187,93	1,47	0,90		4,40
7	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
8	7,24	104,06	208,97	1,47	0,90	36653,52	4,64
9	20,48	95,81	207,57	1,47	0,89		4,25
10	18,12	93,27	213,18	1,47	0,90		5,33
11	7,63	91,37	210,37	1,47	0,88		4,60
12	7,80	93,91	208,97	1,47	0,90		5,07
13	22,61	92,64	204,77	1,47	0,89	42555,69	3,97
14	21,99	95,81	207,57	1,47	0,90		3,47
15	21,82	97,71	206,17	1,47	0,90		3,76
Promedio	17,61	96,10	207,25	1,47	0,90	36865,09	4,30
Porcentaje de variación	33,43%	4,50%	3,22%	0,07%	0,77%	18,06%	13,93%

Tabla 41. Comparación de índice de acidez del diseño de experimentos *Box-Behnken* con el diseño *Plackett-Burman* y factorial fraccionado 2^{5-2} .

Diseño de Experimentos	Índice de acidez [<i>mg de KOH</i> / <i>g</i>]	Diferencia con respecto al DDE <i>Box-Behnken</i>
<i>Plackett-Burman</i>	16,269	38,97%
2^{5-2}	4,600	391,48%
<i>Box-Behnken</i>	22,608	0,00%

1.1.1 Resultados de análisis para el aceite extraído bajo condiciones óptimas de rendimiento.

Como se dijo anteriormente, con los parámetros definidos como óptimos, a partir del modelo, se realizó un proceso de extracción mecánico de aceite. El aceite obtenido fue sometido a diferentes análisis físicos y químicos, entre los que sobresale la cromatografía y perfil lipídico. En la Tabla 42 se comparan las propiedades medidas del aceite extraído, bajo los parámetros óptimos obtenidos a partir del modelo de optimización realizado anteriormente, y algunos reportes presentados en otras investigaciones.[1] (Naresh, Reddy, Vijayalakshmi, Reddy, & Devi, 2012) [2] (de Oliveira et al., 2009) [3] (Thanh et al., 2013, p. -) [4] (Khalil et al., 2013) [5] (Pramanik, 2003) [6] (Agarwal & Agarwal, 2007) [7] (Achten et al., 2008). Para el aceite obtenido en términos generales las propiedades no cambian mucho, con excepción del contenido ácido linoleico, el cual presenta una variación del 97%, mientras que las otras propiedades presentan variaciones entre el 0.03% (Índice de refracción) y el 20,44% (Punto de llama). En este orden de ideas es posible afirmar que el aceite obtenido puede ser comparado, en términos de las propiedades medidas, con los resultados obtenidos de otras investigaciones.

Tabla 42. Propiedades del aceite de *Jatropha curcas* obtenido con los factores óptimos, comparadas con reportes de otras investigaciones.

Propiedades	Unidades	Aceite extraído	[1]	[2]	[3]	[4]	[5]	[6]	[7]
Poder calorífico	kJ/kg	39165,69	-	40310	-	38200	38200	39071	39630
Índice de Yodo	$\text{g de yodo}/100 \text{ g}$	98,98	-	-	-	-	-	-	101
Índice de acidez	$\text{mg de KOH}/\text{g}$	7,6296	5,89	8,45	6,67	9,2	-	-	3,71
Índice de saponificación	$\text{mg de KOH}/\text{g}$	213,18	184,14	-	-	198	198	-	182,8
Índice de fósforo [mg P]	ppm	2,67	-	-	-	2,9	-	-	-
Flash Point	$^{\circ}\text{C}$	266	-	-	-	240	210	229	235
Punto de llama	$^{\circ}\text{C}$	330	-	-	-	274	-	274	-
Densidad 15 $^{\circ}\text{C}$	g/ml	0,9036	0,91	0,92	0,91	0,92	0,93	0,84	0,91
Indice de Refracción	NA	1,4695	1,47	-	-	-	-	-	-
Viscosidad [cSt]		43,6	37,2	30,69	-	52	52,76	35,98	46,82
Grasas Saturadas	%wt	21,12	20,89	-	-	-	-	-	-
Grasas Insaturadas	%wt	78,19	79,07	-	-	-	-	-	-
Ácido oleico	%wt	42,18	-	-	43,8	-	-	-	-
Ácido Linoleico	%wt	34,34	-	-	31,7	-	-	-	-
Ácido Linolenico	%wt	0,19	-	-	3,7	-	-	-	-
Ácido Estearico	%wt	6,92	-	-	6,3	-	-	-	-
Ácido Palmítico	%wt	13,88	-	-	12,7	-	-	-	-

Por último en las Tabla 43 y Tabla 44 se presentan los resultados completos de la cromatografía y perfil lipídico de la muestra de aceite obtenida bajo los parámetros óptimos del proceso de extracción. Como se puede observar, para este caso el aceite de *Jatropha curcas* tiene contenidos considerables de Omega 6 (34,93%) y omega 9 (42,69%). Para el caso de la grasa saturada y monoinsaturada, en el primero el aceite de *Jatropha curcas* (21%) es mayor que en el caso del girasol (11,03%), la soya (16,88%), maíz (12,35%) y canola (7,27), pero menor que en el caso de la palma (39,77%). Este último es el más interesante para comparar, debido a que es la materia prima usada en Colombia para la producción de Biodiesel. (Poveda et al., 2005)

Ahora para el caso de las grasas monoinsaturadas el aceite de *Jatropha curcas* (43,44%) presenta valores superiores que el girasol (33,16%), la soya (22,72%), el maíz (29,81%), pero inferiores que el aceite de canola (60,74%) y palma (43,49%). (Poveda et al., 2005)

Tabla 43. Resultados Análisis cromatográfico de aceite de *Jatropha curcas* extraído bajo parámetros óptimos (Parte 1).

Análisis Físicoquímico	Valor	Unidad	Método
Grasa Insaturada	78,54	%	AOCS -Ce-1 c-89 <i>Fatty Acid Composition by GLC cis, cis and trans isomers</i>
Grasa Monoinsaturada	43,44	%	AOCS -Ce-1 c-89 <i>Fatty Acid Composition by GLC cis, cis and trans isomers</i>
Grasa Saturada	21,00	%	AOCS -Ce-1 c-89 Edition, 2003 mod
Grasa Total	99,84	%	A.O.A.C <i>Official Methods</i> 920,39 Ed. 19, 2013 Método Modificado
Grasa Cis	0,63	%	AOCS -Ce-1 c-89 <i>Fatty Acid Composition by GLC cis, cis and trans isomers</i>
Grasas Trans	0,00	%	AOCS -Ce-1 c-89 Edition, 2003 mod
Humedad por Karl Fisher	0,16	%	AOCS Ca 2e-84
Omega 3	0,17	%	AOCS -Ce-1 c-89 Edition, 2003 método modificado
Omega 6	34,93	%	AOCS -Ce-1 c-89 Edition, 2003 método modificado
Omega 9	42,69	%	AOCS -Ce-1 c-89 Edition, 2003 método modificado

En el caso de la composición de ácidos grasos del aceite de *Jatropha curcas* se puede afirmar que en cuanto al ácido palmítico (13,508%) es inferior al que presenta la oleína de palma (35 -40%), y es cercano al del aceite de soya (9,3 - 13,3%) y maíz (9,2 – 16,5%). Por otro lado el ácido oleico del aceite de *Jatropha curcas* (42,06%) es superior al del aceite de soya (17,7 – 28,5%) y coco (5,4 – 9,9%), cercano al del aceite de maíz (20 – 42,2%), girasol (13 – 40%) y oleína de palma (40 – 45%) e inferior al del aceite de oliva (55 – 83%). Por último en el caso del ácido graso linoléico (C18:2n6c) el aceite de *Jatropha curcas* (34,93%) presenta valores inferiores al del aceite de girasol (48 -74%), maíz (39,4 – 65,6%) y soya (49,8 – 57,1%), pero es superior al del aceite oliva (3,5 -21%), coco (0,8 – 2,1%) y de la oleína de palma (10 – 12%). (Firestone, 2006; Gómez, Velez Van Meerbeke, Modragón, & Barbosa, 2010)

Tabla 44. Resultados Análisis cromatográfico de aceite de *Jatropha curcas* extraído bajo parámetros óptimos (Parte 2).

Análisis	Resultado	Unidad	mg/100 g	Método Utilizado
Láurico C12:0	0,0025	%	2,50	AOCS - Ce 1 c-89 Fatty Acid Composition by GLC cis, cis and trans isomers
Mirístico C14:0	0,0529	%	52,90	
Pentadecanoico C15:0	0,0117	%	11,70	
Palmítico C16:0	13,508	%	13508,00	
Palmitoleico C16:1	0,6714	%	671,40	
Heptadecanoico C17:0	0,0558	%	55,80	
Esteárico C18:0	7,1398	%	7139,80	
Oleico C18:1n9c	42,0625	%	42062,50	
C18:1	0,6277	%	627,70	
Linoléico C18:2n6c	34,9322	%	34932,20	
Linoléico C18:3n3	0,1683	%	168,30	
Araquídico C20:0	0,2003	%	200,30	
Gadoléico C20:1	0,078	%	78,00	
Behénico C22:0	0,0255	%	25,50	

6 CONCLUSIONES

Se desarrolló una metodología para determinar ciertas características físicas, mecánicas y termoquímicas de las semillas de *Jatropha curcas*, cultivadas en la subregión occidental del departamento de Antioquia. En el caso de las características físicas se determinaron las dimensiones del grano y albumen, humedad base seca del grano y la cáscara, fracción de masa de cáscara y albumen para los granos y densidad de grano y albumen. Para el caso de las propiedades mecánicas se determinaron: la dureza de la cáscara y la fuerza requerida para la fractura del grano, afectando en el menor grado posible el albumen (almendra). Por último, en el caso termoquímico se determinó el poder calorífico superior del grano y albumen.

Los granos (longitud=17,8 mm, ancho=10,8 mm y altura=8,58 mm) de *Jatropha curcas* y el albumen (longitud=14,7 mm, ancho=8,49 mm y altura=6,6 mm) presentan dimensiones geométricas típicas de un elipsoide escaleno. Además, existe un factor de escala entre el albumen y el grano (λ) de 0,79 en las direcciones medidas, lo cual indica que el albumen es más pequeño en un 21% en relación con el grano. Característica útil para procesos de descascarado y separación. Por último basado en esta información, se puede afirmar que existe también una relación volumétrica dada por λ^3 , que para este caso es $\lambda^3 = 0,493$.

En el desarrollo de este proyecto se estableció que, para los granos de *Jatropha curcas*, denominados CPB-2, y cultivadas y cosechadas en la subregión occidental del departamento de Antioquia (Colombia). Las condiciones para fracturar la cáscara, afectando en el menor grado posible el albumen, son: Fuerza promedio de compresión: 120 N, la deformación: 2,8 mm. Valores a partir de los cuales se determinó la dureza promedio de la cáscara: 42,39 N/mm. Esta información es relevante para el diseño de procesos y equipos para el descascarado y posterior separación del grano y el albumen, como tratamiento previo al proceso de extracción de aceite.

Los granos de *Jatropha curcas* tienen una humedad base seca cercana al 27% al momento de ser cosechados. Algunos autores reportan como condiciones óptimas de humedad, para obtener mejores rendimientos en el proceso de extracción, valores entre el 2% - 4%, sin embargo, a partir de los experimentos desarrollados, se pudo notar que la humedad de los granos debería ser inferior al 14%, con el fin de obtener un buen rendimiento del proceso de extracción mecánico de aceite a partir de *Jatropha curcas*. Esto indica que es recomendable retirar como mínimo el 13% de la humedad presente en el grano al momento de la cosecha.

La *Jatropha curcas* tipo CPB-2, de origen brasilero y cultivada bajo las condiciones de Sopetrán, municipio de la subregión occidental de Antioquia (Colombia) es una semilla oleaginosa con un contenido aproximado de aceite de 32% (m/m), que puede ser usado para la producción de biodiesel. Este contenido de aceite fue determinado mediante el uso de hexano como solvente para el proceso de extracción.

La extracción química de aceite a partir de semillas oleaginosas, es un proceso que involucra solventes, principalmente aquellos que son derivados del petróleo. En el desarrollo de este proyecto se usaron hexano y bencina, en el primero caso se obtuvo 32,32% de aceite y en el segundo 27,92%; estos valores fueron determinados relacionando la masa de aceite y la masa de la semilla. Tal como se puede ver, para la *Jatropha curcas*, el hexano es una opción que permite extraer mayor cantidad de aceite, que otros solventes, esto confirma lo reportado por otras investigaciones.

En términos generales, los rendimientos más altos del proceso de extracción mecánica de aceite, a partir de *Jatropha curcas*, se lograron cuando no se incluyó la cáscara en el proceso. En ese orden de ideas, sería recomendable realizar procesos de descascarado previo al proceso de extracción. Además al realizar este proceso se evita transportar 38% menos de masa y reducir el espacio de almacenamiento en 49%. Por último, al realizar este proceso se obtiene cáscara como subproducto, la cual podría ser usada en procesos de combustión o gasificación debido a que la

cáscara de presenta un poder calorífico superior de $17080,64 \text{ kJ/kg}$, valor cercano a de algunas especies maderables.

Las condiciones de almacenamiento del grano afectan de manera directa las propiedades del aceite, sobretodo el índice de acidez, el cual ocasiona que sea más difícil el proceso de transesterificación del aceite para ser transformado en biodiesel. En este panorama, sería recomendable establecer de manera cuantitativa el impacto de este factor en las propiedades del aceite crudo, y a su vez determinar métodos para lograr alcanzar los valores determinados por la norma.

Los diseños de experimentos *Plackett-Burman*, factorial fraccionado 2^{5-2} , permitieron establecer cuáles de los factores establecidos: temperatura y tiempo de cocción, presión y temperatura de proceso, temperatura y tiempo de secado, diámetro de salida de la torta y contenido de cáscara, tienen mayor impacto en el rendimiento del proceso de extracción mecánica de aceite con una prensa tipo RAM. En este caso y a partir de los niveles establecidos para cada factor, los factores más influyentes son: temperatura y presión del proceso, y contenido de cáscara.

Para el proceso de extracción mecánico de aceite mediante prensa RAM, a partir de *Jatropha curcas*, y mediante la implementación de diferentes diseños de experimentos (*Plackett-Burman*, factorial fraccionado 2^{5-2} y *Box Behnken*), y la metodología de superficie de respuesta (MSR) se obtuvo un modelo de segundo grado. A partir del cual se hallaron valores óptimos para los factores de presión ($3637,3 \text{ Psi}$) y temperatura del proceso ($110,8^\circ\text{C}$), y contenido de cáscara (3,6%) con los cuales se obtuvo un rendimiento de 64,6%. La validación de estos parámetros se realizó corriendo un ensayo a nivel de laboratorio en la prensa RAM, obteniendo un rendimiento másico real de 20,69%. Este valor presenta un error con respecto al rendimiento másico esperado de 1,95%.

El proceso de extracción mecánica de aceite de *Jatropha curcas* usando como equipo una prensa RAM presenta rendimientos relativamente bajos, inferiores al 70%, lo cual indica que es un proceso sujeto a oportunidades de mejora, incluyendo algunos otros fenómenos físicos como la cizalladura. Sin embargo, es un proceso simple y que puede ser fácilmente implementado, sobre todo para pequeños cultivos y zonas rurales alejadas.

En el desarrollo del proyecto y para las muestras de aceite obtenidas, en cada uno de los diseños de experimentos se determinaron algunas propiedades físico-químicas que permitieran observar cambios en la calidad del aceite como consecuencia de los cambios en los factores. En términos generales, ciertas propiedades como densidad, índice de refracción, índice de yodo e índice de saponificación presentaron pequeñas variaciones. En cambio el contenido de fósforo, poder calorífico y el índice de acidez presentan variaciones relativamente mayores, sobre todo en el caso de este último, siendo la propiedad más sensible a los cambios en los parámetros de proceso.

El aceite de *Jatropha curcas* obtenido mediante extracción mecánica con prensa RAM, y las condiciones de presión y temperatura de proceso, y contenido de cáscara definidas como óptimas por el modelo obtenido, fue sometido a diferentes ensayos que permitieran determinar su calidad. Los ensayos realizados fueron: poder calorífico, índice de yodo, índice de acidez, índice de saponificación, índice de fósforo, *flash point*, punto de llama, densidad, índice de refracción, viscosidad y perfil lipídico. Con esta información y teniendo en cuenta otra información reportada, se afirma que, en términos generales, el aceite presenta características similares a las reportadas en las otras investigaciones.

7 TRABAJO FUTURO

Los biocombustibles son un campo que cada vez toma más fuerza, debido a la demanda energética mundial. Sin embargo, es un tema que aún requiere mayor investigación y desarrollo, en el caso de la *Jatropha curcas* es cada vez más frecuente que se desarrollen diferentes investigaciones alrededor del mundo, relacionadas con el mejoramiento del proceso, la caracterización y la calidad del aceite y biodiesel.

Para nuestro contexto la *Jatropha curcas* se presenta como una opción promisoriosa de recurso energético. Pero es necesario realizar mayores investigaciones relacionadas con las características de diferentes variedades cultivadas bajo condiciones colombianas. Además aún es necesario el desarrollo de equipos y procesos, que permitan obtener productos que cumplan normas nacionales e internacionales.

Otro de los campos en los cuales es importante trabajar es el aprovechamiento de los subproductos del proceso de extracción: cáscara y torta, ya sea como fuente energética, abono o alimentación de animales. Sin dejar de lado los factores energéticos y de sostenibilidad que permitan hacer de esta cadena productiva un opción más atractiva desde el punto de vista energético, económico y agroindustrial.

8 BIBLIOGRAFÍA

- Achten, W. M. J., Maes, W. H., Aerts, R., Verchot, L., Trabucco, A., Mathijs, E., ... Muys, B. (2009). Jatropha: From global hype to local opportunity. *Journal of Arid Environments*, 74(1), 164–165. doi:10.1016/j.jaridenv.2009.08.010
- Achten, W. M. J., Verchot, L., Franken, Y. J., Mathijs, E., Singh, V. P., Aerts, R., & Muys, B. (2008). Jatropha bio-diesel production and use. *Biomass and Bioenergy*, 32(12), 1063–1084. doi:10.1016/j.biombioe.2008.03.003
- Afif, K. (2008). *Optimization of patchouli oil extraction by employing design of experiment (DOE) method*. Universiti Malaysia Pahang. Retrieved from <http://umpir.ump.edu.my/592/>
- Agarwal, D., & Agarwal, A. K. (2007). Performance and emissions characteristics of Jatropha oil (preheated and blends) in a direct injection compression ignition engine. *Applied Thermal Engineering*, 27(13), 2314–2323. doi:10.1016/j.applthermaleng.2007.01.009
- Ahmad, A., Alkarkhi, A. F., Hena, S., Siddique, B. M., & Dur, K. W. (2010). Optimization of Soxhlet Extraction of Herba Leonuri Using Factorial Design of Experiment. *International Journal of Chemistry*, 2(1). Retrieved from <http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&profile=ehost&scope=site&authtype=crawler&jrnl=19169698&AN=49173935&h=rTCzTCAa685GmE%2BcouLwZHBPN6Wg0u1henXleux53xxNNErFIYHimXlWiB39IZ3da5c3W%2B6jAv89fSNqgGcLg%3D%3D&crl=c>
- Albuquerque, M. C. G., Machado, Y. L., Torres, A. E. B., Azevedo, D. C. S., Cavalcante, C. L., Firmiano, L. R., & Parente, E. J. S. (2009). Properties of biodiesel oils formulated using different biomass sources and their blends. *Renewable Energy*, 34(3), 857–859. doi:10.1016/j.renene.2008.07.006

- Ali, Y., Hanna, M. A., & Borg, J. E. (1995, February 27). Optimization of diesel, methyl tallowate and ethanol for reducing emissions from diesel engine. *Bioresource Technology*, (52), 237–243.
- Álvarez, B. A. G. (2013, May 13). *Proyecto de Inversión de una Planta de Extracción y Empaque de Aceite de Aguacate para el Rancho Villa Reguero* (Tesis Maestría administración de Empresas con especialidad en Proyectos de Inversión). Universidad de las Américas Puebla, Cholula, Puebla, México.
- Arvelález, A., Mieres Pitre, A., & Hernández, C. E. (2008). Diseño experimental aplicado a la extracción de aceite de la almendra del corozo (*Acrocomia aculeata*). *Revista Técnica de La Facultad de Ingeniería Universidad Del Zulia*, 31(ESPECIAL), 122–129.
- Atabani, A. E., Mahlia, T. M. I., Anjum Badruddin, I., Masjuki, H. H., Chong, W. T., & Lee, K. T. (2013). Investigation of physical and chemical properties of potential edible and non-edible feedstocks for biodiesel production, a comparative analysis. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 21, 749–755. doi:10.1016/j.rser.2013.01.027
- Bangboye, A. I., & Adebayo, S. E. (2012). Seed moisture dependent on physical and mechanical properties of *Jatropha curcas*. *Journal of Agricultural Technology*, 8(1), 13–26.
- Beerens, P. (2007). Screw-pressing of *Jatropha* seeds for fuelling purposes in less developed countries. *Eindhoven University of Technology. Ministerio de Ambiente Y Energía-MINAE-* (2007). “*Plan Nacional de Biocombustibles*”. *Costa Rica*. Retrieved from <http://jatropha.pro/PDF%20bestanden/AfstudeerverslagPeterBeerens26-08-07%5B1%5D%20jatropha%20tanzania.pdf>
- Berbel, R. L. (2010, June). *Estudio de la viscosidad y densidad de diferentes aceites para su uso como biocombustibles* (Master Thesis). Universitat Politècnica de Catalunya.
- Cengel, Y. A., & Boles, M. A. (2010). *Thermodynamics, An engineering approach* (Séptima.). McGraw-Hill.

Cengel, Y. A., & Cimbala, J. M. (2006). *Mecánica de fluidos. Fundamentos y aplicaciones*. México D.F: McGraw-Hill.

Consejo Nacional de Política Económica y Social. (2008, March 31). Documento Conpes 3510. Lineamientos de Política Para Promover la Producción Sostenible de Biocombustibles en Colombia.

De Oliveira, J. S., Leite, P. M., de Souza, L. B., Mello, V. M., Silva, E. C., Rubim, J. C., ... Suarez, P. A. Z. (2009). Characteristics and composition of *Jatropha gossypifolia* and *Jatropha curcas* L. oils and application for biodiesel production. *Biomass and Bioenergy*, 33(3), 449–453. doi:10.1016/j.biombioe.2008.08.006

Dias, J. M., Alvim-Ferraz, M. C. M., & Almeida, M. F. (2008). Comparison of the performance of different homogeneous alkali catalysts during transesterification of waste and virgin oils and evaluation of biodiesel quality. *Fuel*, 87(17-18), 3572–3578. doi:10.1016/j.fuel.2008.06.014

Dufaure, C., Leyris, J., Rigal, L., & Mouloungui, Z. (1999). A twin-screw extruder for oil extraction: I. Direct expression of oleic sunflower seeds. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 76(9), 1073–1079.

Dzida, M., & Prusakiewicz, P. (2008). The effect of temperature and pressure on the physicochemical properties of petroleum diesel oil and biodiesel fuel. *Fuel*, 87(10-11), 1941–1948. doi:10.1016/j.fuel.2007.10.010

Edgar, T. F., Himmelblau, David M., & Lasdon, L. S. (2001). *Optimization of chemical processes* (Segunda.). United States of America: McGraw-Hill.

Ekkarut Viyanit, Rapeepun Rahong, Noramon Intaranont, & Nirut Boonchu. (n.d.). *Development of Oil Extraction Machine Technology for Being Used Rural Communities of Thailand*. Thailand: National Metal and Materials Technology Center (MTEC).

- Encinar, J. M., González, J. F., & Rodríguez-Reinares, A. (2007). Ethanolysis of used frying oil. Biodiesel preparation and characterization. *Fuel Processing Technology*, 88(5), 513–522. doi:10.1016/j.fuproc.2007.01.002
- Faraway, J. J. (2005). *Linear Models with R* (Vol. 63). United States of America: CHAPMAN and HALL/CRC.
- FedeBiocombustibles. (2014). *Cifras informativas del sector biocombustibles. Biodiesel de palma de aceite*. Colombia: Federación Nacional de Biocombustibles de Colombia.
- Ferchau, E. (2000). *Equipment for decentralised cold pressing of oil seeds*. Denmark: Folkcenter for Renewable Energy.
- Firestone, D. (2006). *Physical and Chemical Characteristics of Oils, Fats, and Waxes* (Second.). AOCS Press.
- 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.
- Gómez, M., Velez Van Meerbeke, A., Modragón, A., & Barbosa, Y. C. (2010). Efectos del aceite de palma sobre el perfil lipídico de consumidores con colesterol normal. *Revista Palmas*, 31(2), 61–70.
- I.N.V.E - 709 -07. (2007). Puntos de ignición y de llama mediante copa abierta Cleveland.
- ICONTEC. (1998, October 28). NTC 335. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del índice de saponificación.
- ICONTEC. (2002, February 20). NTC 336. Grasas y aceites animales y vegetales. Métodos de la determinación de densidad (masa por volumen convencional).
- ICONTEC. (2004, August 25). NTC 3484. Determinación de la humedad en la muestra de análisis de carbón y coque.

- ICONTEC. (2006a, June 28). NTC 4790. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del contenido de fósforo.
- ICONTEC. (2006b, October 25). NTC 5444. Biodiesel para uso en motores diesel. Especificaciones.
- ICONTEC. (2011, August 17). NTC 218. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de acidez y de la acidez.
- ICONTEC. (2012, February 22). NTC 283. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de yodo.
- Karaj, S., & Müller, J. (2009). Optimization of mechanical extraction of *Jatropha curcas* seeds. *Landtechnik*, 3, 164–167.
- Karaj, S., & Müller, J. (2010). Determination of physical, mechanical and chemical properties of seeds and kernels of *Jatropha curcas* L. *Industrial Crops and Products*, 32(2), 129–138. doi:10.1016/j.indcrop.2010.04.001
- Karaj, S., & Müller, J. (2011). Optimizing mechanical oil extraction of *Jatropha curcas* L. seeds with respect to press capacity, oil recovery and energy efficiency. *Industrial Crops and Products*, 34(1), 1010–1016. doi:10.1016/j.indcrop.2011.03.009
- Khalil, H. P. S. A., Aprilia, N. A. S., Bhat, A. H., Jawaid, M., Paridah, M. T., & Rudi, D. (2013). A *Jatropha* biomass as renewable materials for biocomposites and its applications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 22, 667–685. doi:10.1016/j.rser.2012.12.036
- Lang, X., Dalai, A. K., Bakhshi, N. N., Reaney, M. J., & Hertz, P. B. (2001). Preparation and characterization of bio-diesels from various bio-oils. *Bioresource Technology*, 80(1), 53–62.
- Ma, F., & Hanna, M. A. (1999). Biodiesel production: a review. *Bioresource Technology*, 70(1), 1–15.

- Mazumdar, P., Borugadda, V. B., Goud, V. V., & Sahoo, L. (2012). Physico-chemical characteristics of *Jatropha curcas* L. of North East India for exploration of biodiesel. *Biomass and Bioenergy*, *46*, 546–554. doi:10.1016/j.biombioe.2012.07.005
- Meher, L., Vidyasagar, D., & Naik, S. (2006). Technical aspects of biodiesel production by transesterification—a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, *10*(3), 248–268. doi:10.1016/j.rser.2004.09.002
- Mejia Rivera, O., & Corantioquia. (2008). *El recurso hídrico en la jurisdicción de Corantioquia: 1995-2007*. Medellín: Corantioquia.
- Meziane, S., Kadi, H., Daoud, K., & Hannane, F. (2009). Application of experimental design method to the oil extraction from olive cake. *Journal of Food Processing and Preservation*, *33*(2), 176–185.
- Ministerio de Minas y Energía (Colombia). Decreto 2629 de 2007 (2007).
- Ministerio de Minas Y Energía (Colombia). Resolución 180287 (2007).
- Montgomery, D. C. (2011). *Diseño y análisis de experimentos* (Segunda.). México: Limusa S. A.
- Naresh, B., Reddy, M. S., Vijayalakshmi, P., Reddy, V., & Devi, P. (2012). Physico-chemical screening of accessions of *Jatropha curcas* for biodiesel production. *Biomass and Bioenergy*, *40*, 155–161. doi:10.1016/j.biombioe.2012.02.012
- Nazir, N., Ramli, N., Mangunwidjaja, D., Hambali, E., Setyaningsih, D., Yuliani, S., ... Salimon, J. (2009). Extraction, transesterification and process control in biodiesel production from *Jatropha curcas*. *European Journal of Lipid Science and Technology*, *111*(12), 1185–1200. doi:10.1002/ejlt.200800259
- Nelson, D. L., & Cox, M. M. (2005). *Principios de Bioquímica* (4a Edición.). Omega.
- NIST/SEMATECH. (2013). *e-Handbook of Statistical Methods*. Retrieved from <http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/>

- Nur Ain, A. H., Zaibunnisa, A. H., Zahrah, H., & Norashikin, S. (2013). An experimental design approach for the extraction of lemongrass (*Cymbopogon citratus*) oleoresin using pressurised liquid extraction (PLE). *International Food Research Journal*, 20(1). Retrieved from <http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&profile=ehost&scope=site&authtype=crawler&jrnl=19854668&AN=91515376&h=CDFcY2lhTRI6tPOUVdGhb1tHA3%2B2%2B0HF%2F5y01abNFS7neBeWrcgAKBU55pY8L%2FOeSQleJ2JuBcAXL%2F%2BKrtQXpQ%3D%3D&crl=c>
- Ofori-Boateng, C., Keat Teong, L., & JitKang, L. (2012). Comparative exergy analyses of *Jatropha curcas* oil extraction methods: Solvent and mechanical extraction processes. *Energy Conversion and Management*, 55, 164–171. doi:10.1016/j.enconman.2011.11.005
- Openshaw, K. (2000). A review of *Jatropha curcas*: an oil plant of unfulfilled promise. *Biomass and Bioenergy*, 19(1), 1–15.
- Peña, R., Romero, R., Martínez, S. L., Ramos, M. J., Martínez, A., & Natividad, R. (2009). Transesterification of Castor Oil: Effect of Catalyst and Co-Solvent. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 48(3), 1186–1189. doi:10.1021/ie8005929
- Plackett, R. L., & Burman, J. T. (1946, June). The Design of Optimum Multifactorial Experiments. *Biometrika Trust*, 33(4), 305–325.
- Poveda, E., Ayala, P., Rodríguez, M., Ordóñez, E., Baracaldo, C., Delgado, W., & Guerra, M. (2005). Efecto del suplemento de aceites vegetales sobre el perfil lipídico en ratas wistar. *Biomédica*, 25(1), 101–9.
- Pradhan, R. C., Mishra, S., Naik, S. N., Bhatnagar, N., & Vijay, V. K. (2011). Oil expression from *Jatropha* seeds using a screw press expeller. *Biosystems Engineering*, 109(2), 158–166. doi:10.1016/j.biosystemseng.2011.02.012

- Pramanik, K. (2003). Properties and use of *Jatropha curcas* oil and diesel fuel blends in compression ignition engine. *Renewable Energy*, 28(2), 239–248.
- Pulido, H. G., & Salazar, R. de L. V. (2008). *Análisis y diseño de experimentos* (Segunda.). McGraw-Hill.
- Putten, Eric Van der, Ywe Jan Franklen, Flemming Nielsen, Jan de Jongh, Winfried Rijssenbeek, ... Janske van Ejick. (2010). *The jatropha handbook: From cultivation to application*. FACT Foundation.
- Rathbauer, J., Sonnleitner, A., Pirot, R., Zeller, R., & Bacovsky, D. (2012). Characterisation of *Jatropha curcas* seeds and oil from Mali. *Biomass and Bioenergy*, 47, 201–210. doi:10.1016/j.biombioe.2012.09.040
- Remmele E., & Thuneke K. (2007). Pre-standard DIN V 51605 for rapeseed oil fuel (pp. 2612–2613). Presented at the 15th European Biomass Conference and Exhibition, Berlin, Germany.
- Resende, O., Siqueira, V. C., & Chaves, T. H. (2012). FORM AND SIZE OF THE JATROPHA (*Jatropha curcas* L.) BEANS DURING DRYING AT SEVERAL TEMPERATURES. In *Post Harvest, Food and Process Engineering. International Conference of Agricultural Engineering-CIGR-AgEng 2012: agriculture and engineering for a healthier life, Valencia, Spain, 8-12 July 2012*. (p. P-0063). CIGR-EurAgEng. Retrieved from http://cigr.m.ageng2012.org/images/fotosg/tabla_137_C0063.pdf
- Reuber, M. A., Johnson, L. A., & Watkins, L. R. (2001). Dehulling crambe seed for improved oil extraction and meal quality. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 78(6), 661–664.
- Sagastume, D. D. R. (2008, May). *Caracterización de aceites esenciales por cromatografía de gases de tres especies del género piper y evaluación de la actividad citotóxica* (Tesis para optar

por el título de química farmacéutica). Universidad de San Carlos de Guatemala, Guatemala.

Silip, J. J., Tambunan, A. H., Hambali, E., & Surahman, M. (2010). Possibility to reduce drudgery and time in harvesting individual ripe fruits of *Jatropha curcas* Linn by whole bunch harvesting. *Jurnal Agronomi Indonesia (Indonesian Journal of Agronomy)*, 38(2). Retrieved from <http://jamu.journal.ipb.ac.id/index.php/jurnalagronomi/article/viewArticle/1800>

Sirisomboon, P., & Kitchaiya, P. (2009). Physical properties of *Jatropha curcas* L. kernels after heat treatments. *Biosystems Engineering*, 102(2), 244–250. doi:10.1016/j.biosystemseng.2008.11.003

Sirisomboon, P., Kitchaiya, P., Pholpho, T., & Mahuttanyavanitch, W. (2007). Physical and mechanical properties of *Jatropha curcas* L. fruits, nuts and kernels. *Biosystems Engineering*, 97(2), 201–207. doi:10.1016/j.biosystemseng.2007.02.011

Stroshine, R. (1998). *Physical properties of agricultural materials and food products*. Purdue University.

Tambunan, A. H., Situmorang, J. P., Silip, J. J., Joelianingsih, A., & Araki, T. (2012). Yield and physicochemical properties of mechanically extracted crude *Jatropha curcas* L oil. *Biomass and Bioenergy*, 43, 12–17. doi:10.1016/j.biombioe.2012.04.004

Thanh, L. T., Okitsu, K., Sadanaga, Y., Takenaka, N., Maeda, Y., & Bandow, H. (2013). A new co-solvent method for the green production of biodiesel fuel – Optimization and practical application. *Fuel*, 103, 742–748. doi:10.1016/j.fuel.2012.09.029

The Schumacher Centre for Technology and Development. (2008). *Oil extraction. Practical Action*. United Kingdom.

Universidad Nacional de Mar del Plata. (2013). Análisis de aceites y grasas.

UPME. (2007). *Proyección de demanda de energía para el sector transporte (Gasolina-Diesel-GNV)*

(Documento UPME). Colombia: Unidad de Planeación Minero Energética (Ministerios de Minas y Energía).

Vélez, A. (2007). *Investigation of biodiesel production from high free fatty acid feedstocks using a mesoreactor* (Master Thesis). University of Cambridge, United Kingdom.