



REPUBLICA BOLIVARIANA DE VENEZUELA
UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA



**OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL A PARTIR DE SEMILLAS DE NEEM
(*Azadirachta Indica a. Juss*), USANDO LOS MÉTODOS DE EXTRACCIÓN
SUPERCRÍTICA CON CO₂ Y ETANOL COMO SOLVENTES Y EXTRACCIÓN
CONVENCIONAL CON ETANOL.**

TUTORES:

PROF. ARMANDO VIZCAYA

PROF. FRANCISCO YÁNEZ

PRESENTADO POR:

Br. HUSSEÍN MARTÍN ANDRADE

NOVIEMBRE 2010

Puntos a tratar

❖ FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN

❖ MARCO TEÓRICO

❖ METODOLOGÍA

❖ ANÁLISIS DE RESULTADOS

❖ CONCLUSIONES

❖ RECOMENDACIONES



Fundamentos de la Investigación

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

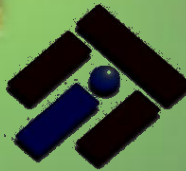
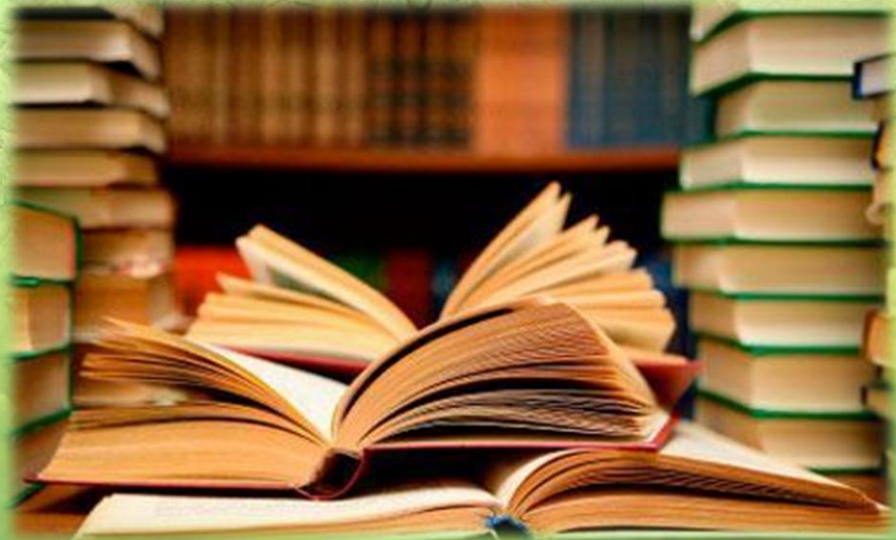
En Venezuela no existen muchos estudios ni desarrollo de técnicas de extracción del Neem.

Conociendo La gran cantidad de compuestos que se pueden hallar en el aceite, los usos que se le pueden dar en la medicina, en la agricultura y teniendo en cuenta que ha aumentado la siembra del árbol en el territorio nacional nos conlleva a la necesidad de realizar este trabajo.



Fundamentos de la Investigación

❖ ANTECEDENTES



Fundamentos de la Investigación

Morales, Laurent

OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE LAS SEMILLAS DEL FRUTO DEL ÁRBOL DE NEEM (*Azadirachta indica A. Juss*), EMPLEANDO MICROONDAS Y ULTRASONIDO COMO MÉTODOS DE EXTRACCIÓN.

- ❖ Las condiciones óptimas de operación para la Extracción Asistida por Microondas del aceite esencial de Neem es con una potencia de 80% durante un tiempo de residencia de 7 segundos empleando Etanol como solvente.
- ❖ Las condiciones óptimas de operación para la extracción asistida por ultrasonido del aceite esencial de Neem es con una temperatura de 40 °C, durante un tiempo de residencia de 25 min, empleando Etanol como solvente.
- ❖ En la Extracción Asistida por Microondas se obtuvo un rendimiento del 45,3% mientras que la Extracción Asistida por Ultrasonido fue 38,6% lo que hace al microondas el método mas eficiente por tener el mayor rendimiento y el menor tiempo de extracción

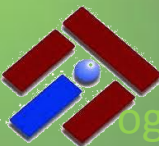


Fundamentos de la Investigación

Rosas, Luis F.

OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL A PARTIR DE HOJAS DE NEEM (*Azadirachta Indica A. Juss*), USANDO LOS MÉTODOS DE EXTRACCIÓN SUPERCRÍTICA CON CO₂ COMO SOLVENTE Y EXTRACCIÓN CONVENCIONAL CON AGUA.

- ❖ La diferencia entre la extracción supercrítica y la hidrodestilación, radica en el costo del solvente y en el tiempo de extracción. En base a estos parámetros la hidrodestilación resulta mucho más económica y funcional.
- ❖ El aumento de la temperatura influye favorablemente sobre la cantidad recuperada en las pruebas de extracción supercrítica y también permite que se observen con mayor claridad los grupos funcionales presentes en el extracto.
- ❖ El porcentaje de recuperación aumentó significativamente con cada aumento de presión. Obteniendo la mayor cantidad de extracto en P=1900psi.



Fundamentos de la Investigación

OBJETIVO GENERAL

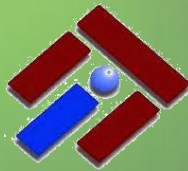
Establecer las condiciones óptimas de presión y temperatura de extracción del aceite esencial de la semilla de Neem usando los métodos de extracción supercrítica con Dióxido de Carbono y Etanol como solventes y extracción convencional con Etanol.



Fundamentos de la Investigación

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ❖ Realizar una revisión bibliográfica sobre la materia prima y de ambos procesos de extracción.
- ❖ Determinar la presión óptima de operación usando el método de extracción supercrítica.
- ❖ Determinar la temperatura óptima de operación usando el método de extracción supercrítica.



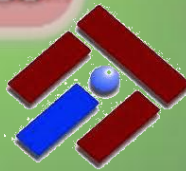
Fundamentos de la Investigación

- ❖ Aplicar el método de extracción convencional con el equipo soxhlet empleando Etanol.
- ❖ Comparar los rendimientos de los métodos de extracción supercrítica con el método de extracción convencional.



Puntos a tratar

❖ MARCO TEÓRICO



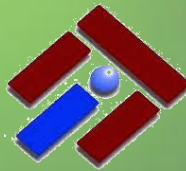
❖ **Neem**



❖ **Compuestos Import**



❖ **Tipos de Ext**



Marco Teórico

COMPOSICIÓN FÍSICA DE LA CASCARA Y SEMILLA DE NEEM

	Cáscara		Semilla	
	Promedio	Desviación estándar	Promedio	Desviación estándar
% Humedad	11,9	0,2	9,5	0,1
% Ácidos grasos	No detectado	-	28	1,7
% Cenizas	1,6	0,1	5,6	0,4
% Fibra cruda	55	1,4	24	2
% Proteínas	4,45	0,03	21,8	0,5
% Carbohidratos	27	1,4	11,1	2,7



Marco Teórico

COMPOSICIÓN DE ACIDOS GRASOS DE LA SEMILLA

Composición media de los ácidos grasos del aceite de Neem	
Nombre del ácido	Porcentaje (%)
Ácido oleico	50-60
Ácido palmítico	14-19
Ácido Esteárico	13-15
Ácido linoleico	8-16
Ácido araquídico	1-3



Marco Teórico

COMPUESTOS MÁS IMPORTANTES

Nimbidina

Nimbinina

Nimbidol

Salannina

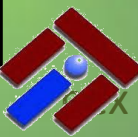
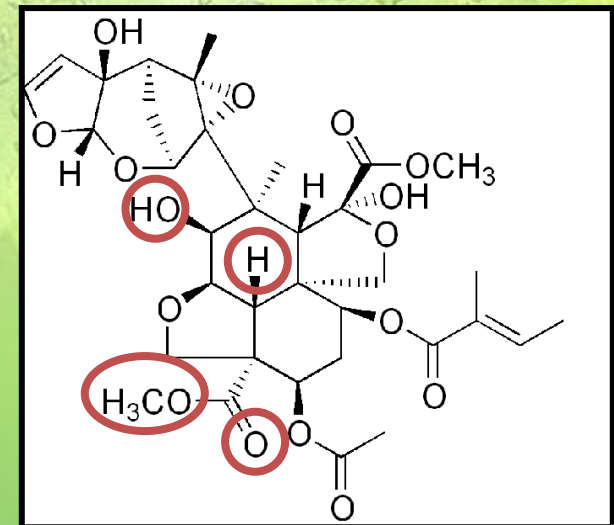
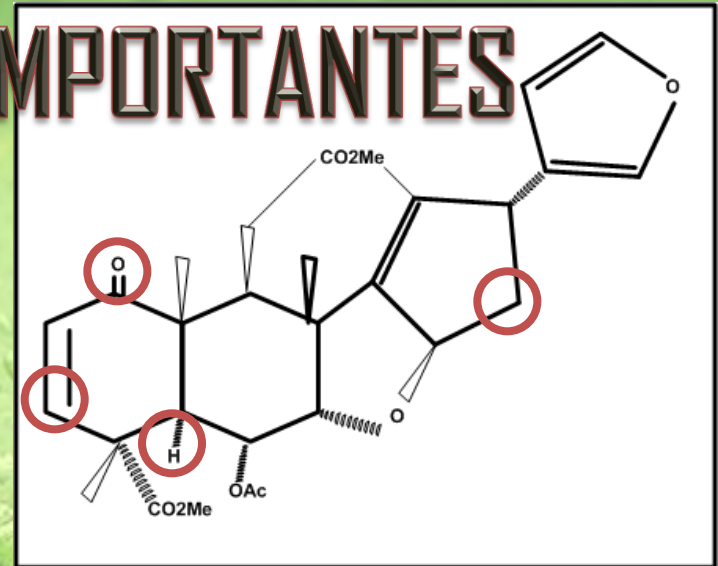
Sodio nimbinate

Genunina

Meliantriol

Nimbina

Azadiractina



PROCESOS DE EXTRACCIÓN

Operación unitaria donde el componente de un alimento se separa por el contacto con un disolvente afín a él, mientras que el resto de los componentes permanecen en el alimento.

TIPOS DE EXTRACCIÓN

❖ Solventes

Consiste en arrastrar uno o más de los componentes de una mezcla volátil por medio de la transferencia simultánea de calor y masa.

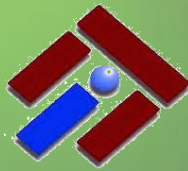
❖ Fluidos Presurizados

❖ Microondas

Es la operación unitaria que utiliza el poder solvente de determinadas sustancias, a temperaturas y presiones superiores a sus valores

❖ Soxhlet

❖ Supercritica



Marco Teórico

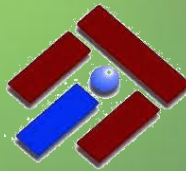
TIPOS DE EXTRACCIÓN

	Soxhlet	Supercrítico
Tiempo de extracción	24 h	2 h
Tipo de disolvente	Etanol	CO ₂ / Etanol
Consumo de disolvente	100 ml	10 ml/1 kg
Método de extracción	Calentamiento	Calor y presión
Secuencial o simultaneo	Secuencial	Secuencial
Habilidad del operador	Baja	Alta
Costo del equipo	Bajo	Alto
Nivel de automatización	Mínimo	Mínimo
Etapas de filtración	No	No

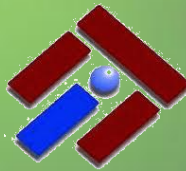
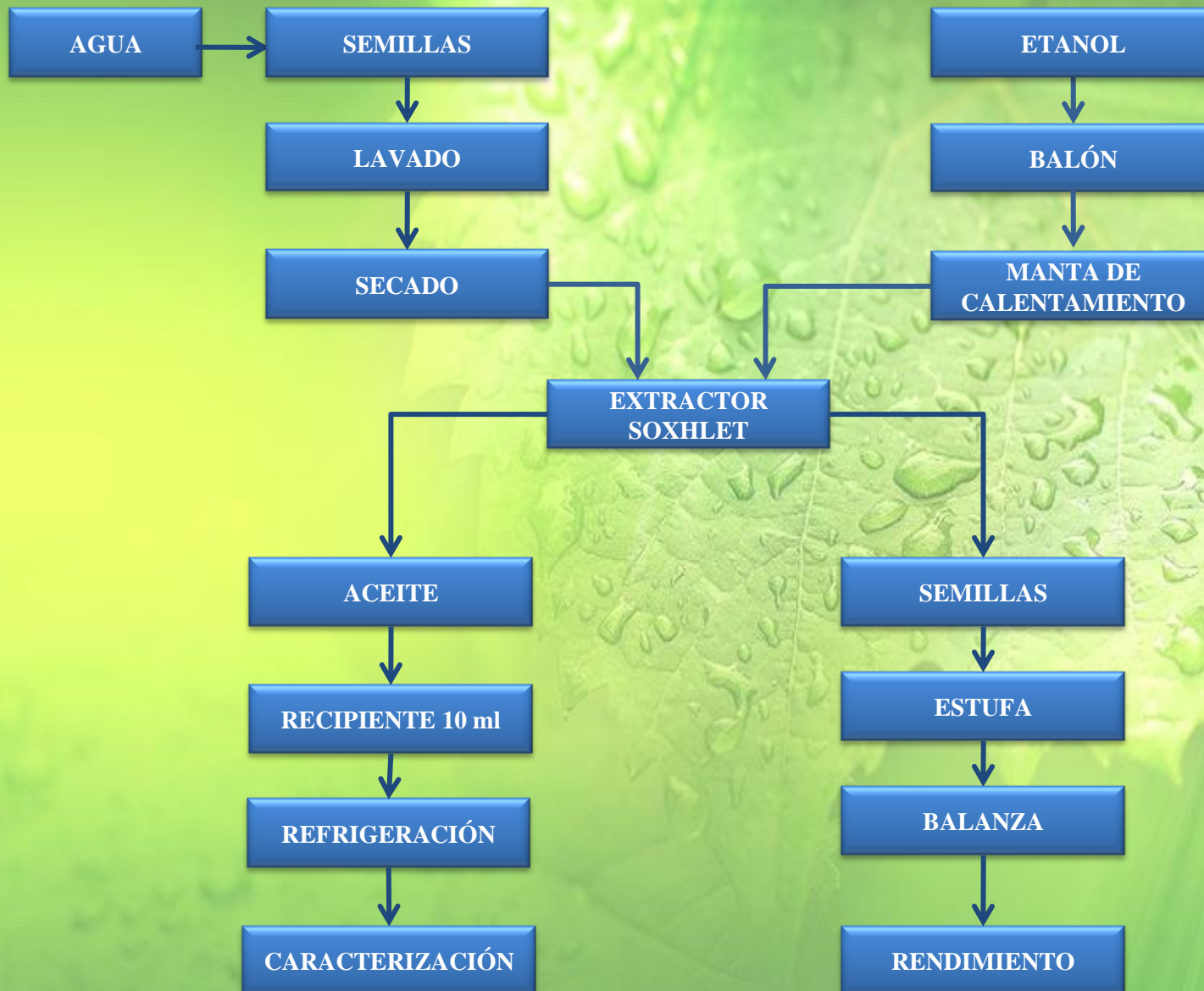
METODOLOGÍA



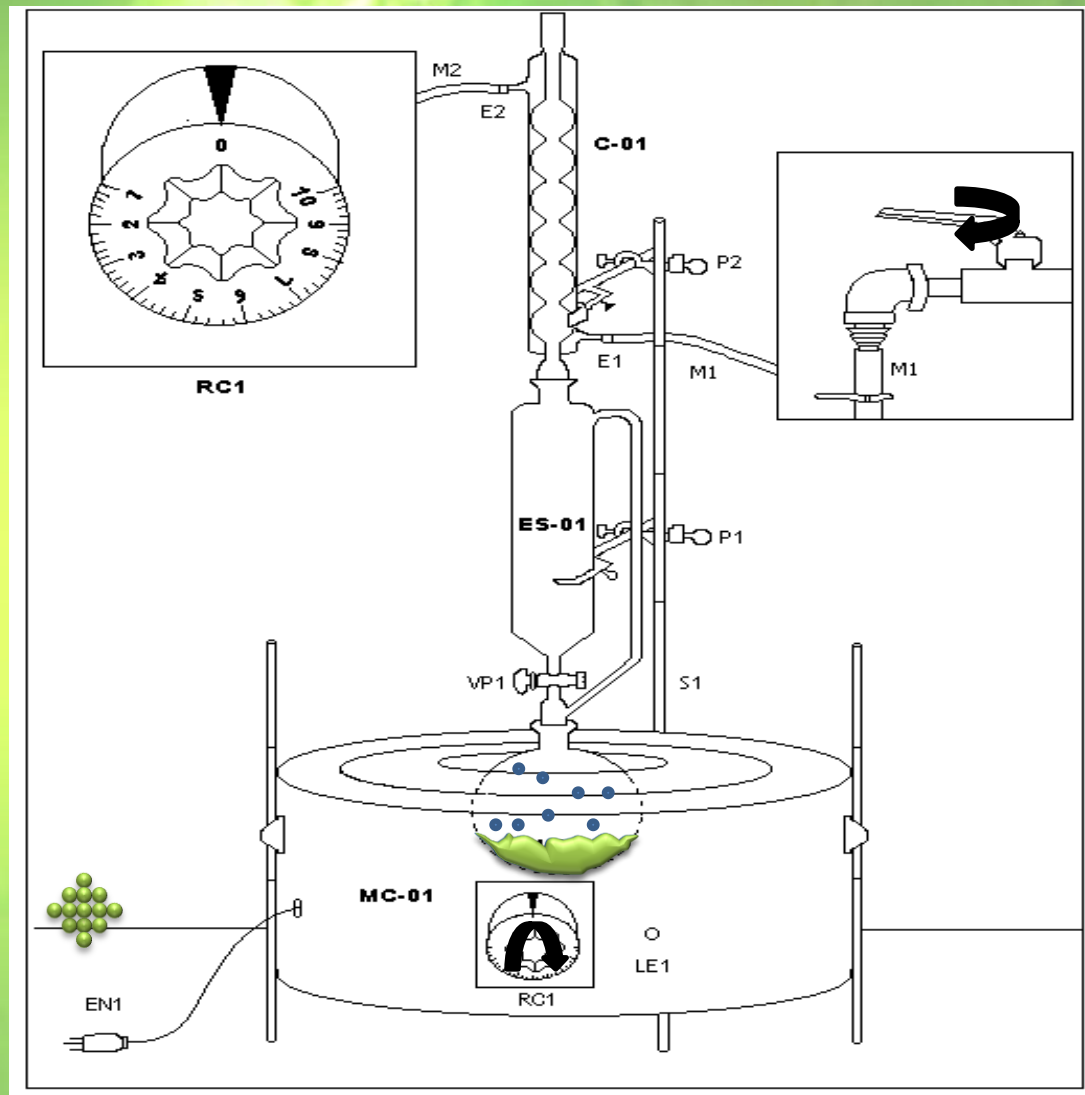
EXTRACCIÓN CONVENCIONAL CON ETANOL



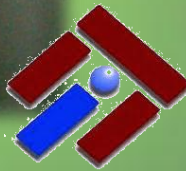
Metodología



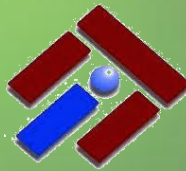
Metodología



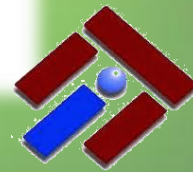
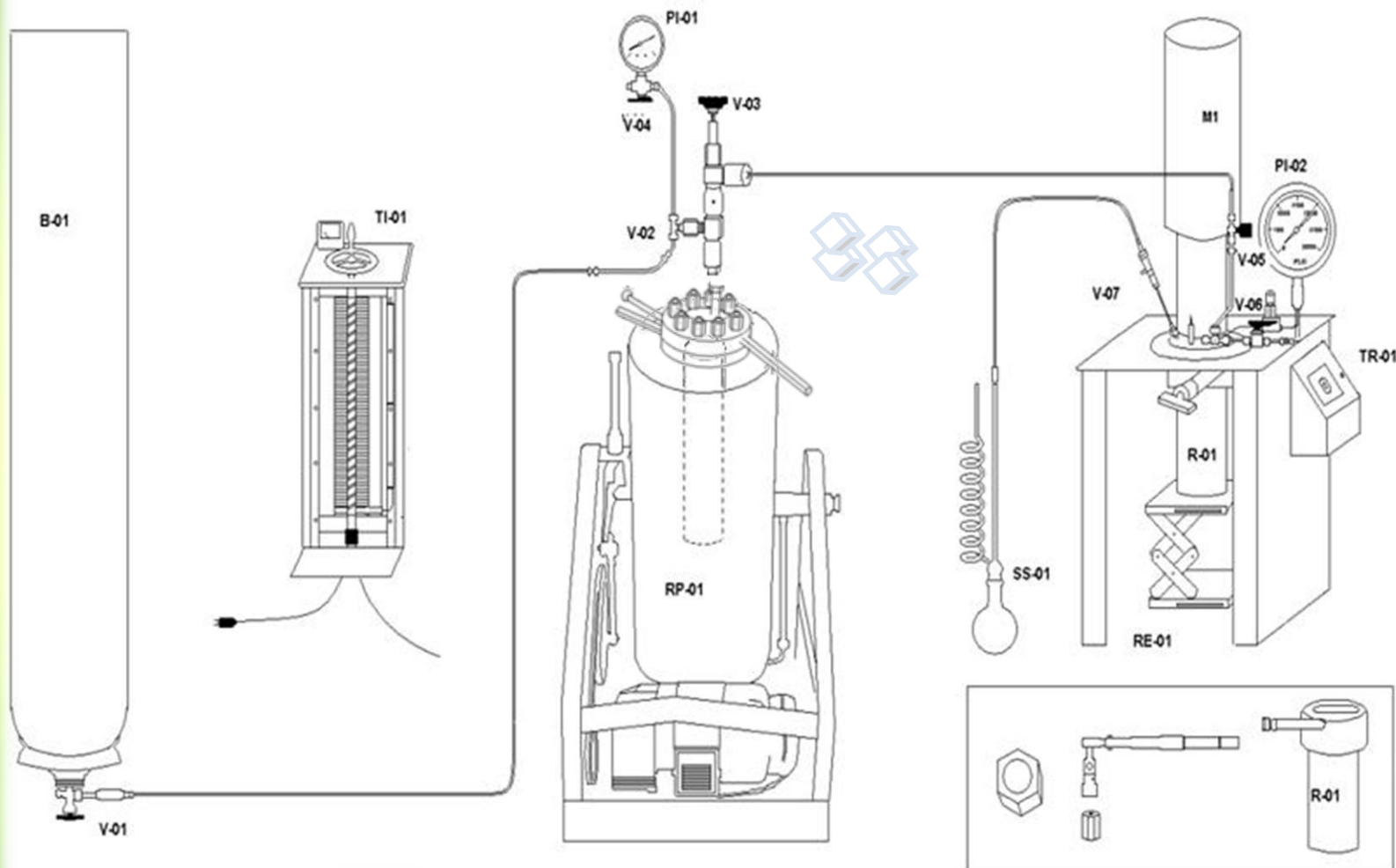
EXTRACCION SUPERCRITICA CON CO₂ Y ETANOL COMO SOLVENTES



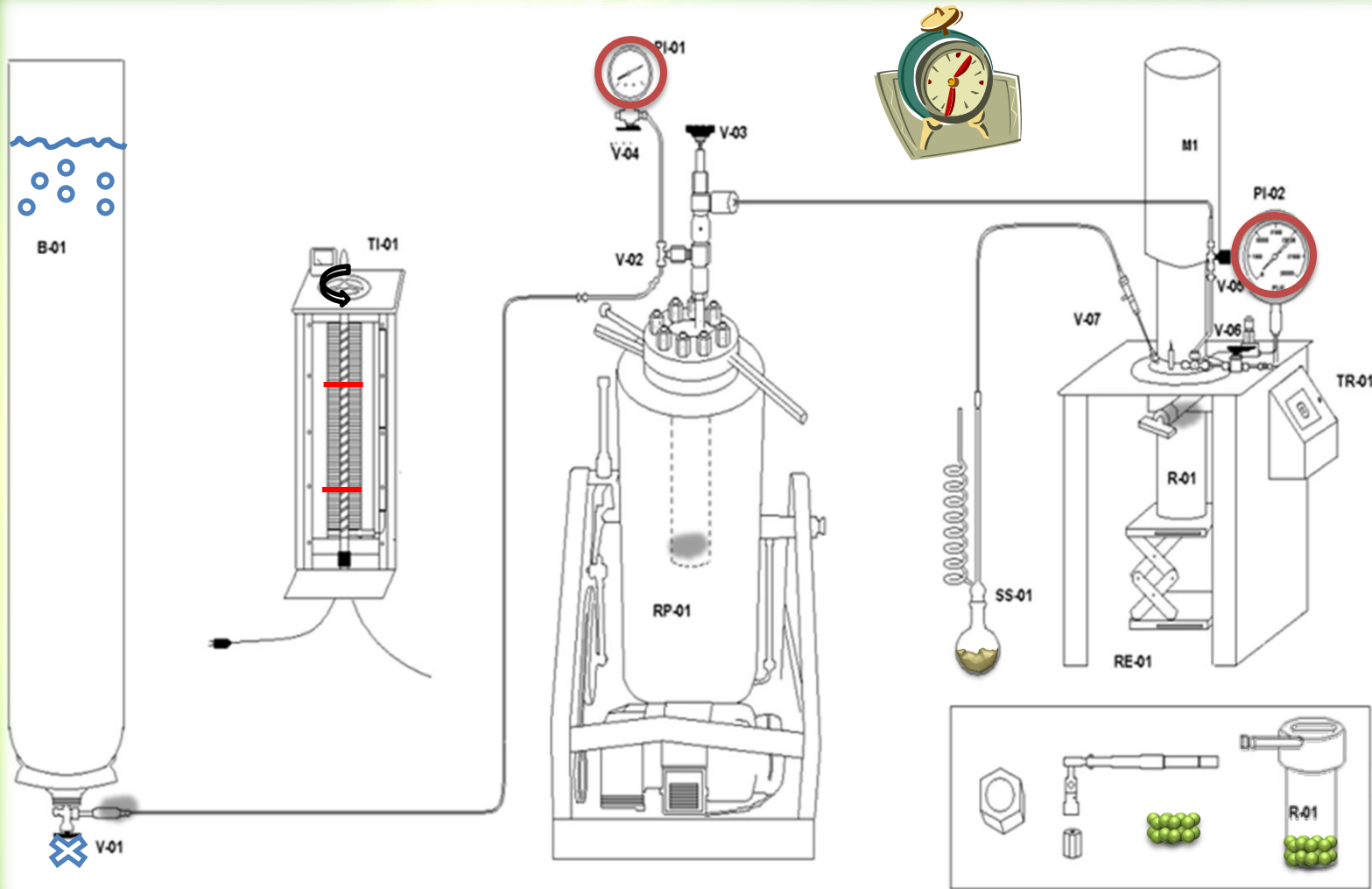
Metodología



Metodología



Metodología



Metodología

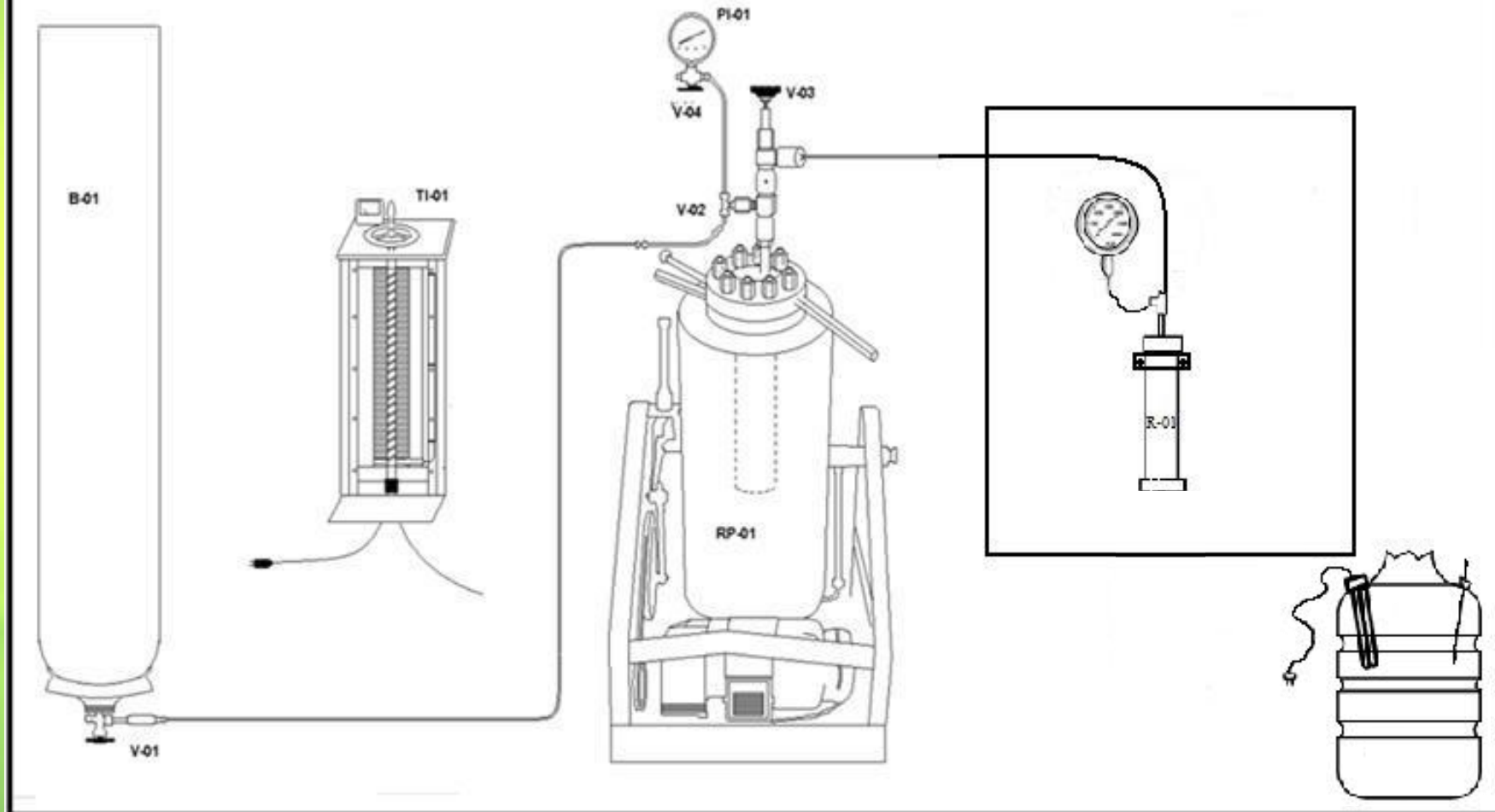
B-01
Bombona de dióxido de carbono

T-01
Regulador de Temperatura

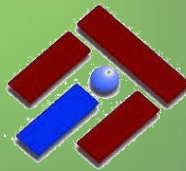
RP-01
Recipiente Presurizador

SS--01
Sección de Separación

R-01
Reactor de Extracción



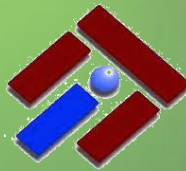
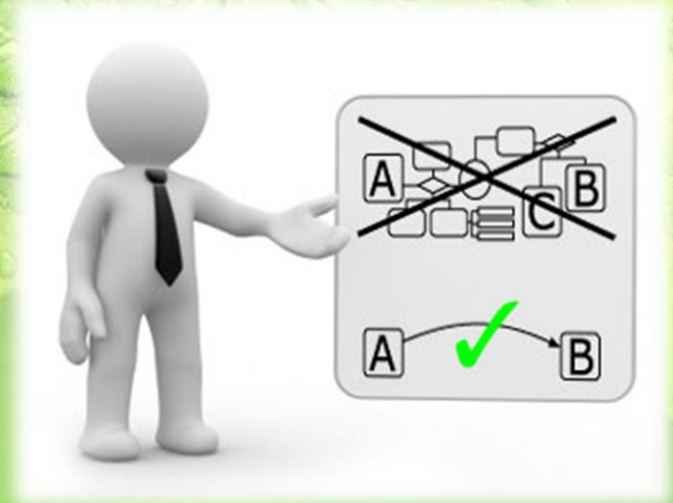
Metodología



Metodología

MUESTRA N°	EXTRACCIÓN	PRESIÓN (psig)	TEMPERATURA (°C)	SOLVENTE	COSOLVENTE
1	Soxhlet	14,7	100	Agua	no
2	Soxhlet	14,7	100	Etanol	no
3	Supercrítica	1500	ambiente	CO ₂	no
4	Supercrítica	1500	ambiente	CO ₂	Etanol
5	Supercrítica	1600	ambiente	CO ₂	Etanol
6	Supercrítica	1700	ambiente	CO ₂	Etanol
7	Supercrítica	1800	ambiente	CO ₂	Etanol
8	Supercrítica	1900	ambiente	CO ₂	Etanol
9	Supercrítica	2000	ambiente	CO ₂	Etanol
10	Supercrítica	2100	ambiente	CO ₂	Etanol
11	Supercrítica	2100	30	CO ₂	Etanol
12	Supercrítica	2100	40	CO ₂	Etanol
13	Supercrítica	2100	50	CO ₂	Etanol
14	Supercrítica	2100	60	CO ₂	Etanol

ANÁLISIS DE RESULTADOS



Análisis de resultados

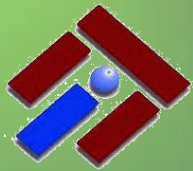
EXTRACCIÓN CONVENCIONAL CON ETANOL

Análisis de resultados

INFLUENCIA DEL USO DE DISTINTOS SOLVENTES Y RENDIMIENTO EN LA EXTRACCIÓN CONVENCIONAL .

$P=\text{atm}$, $T=79^{\circ}\text{C}$

Solvente	Rendimiento total(%) $\pm 0,10$
Agua	55,27
Etanol	57,12



Análisis de resultados

**EXTRACCION SUPERCRITICA CON CO₂
Y ETANOL COMO SOLVENTES**

Análisis de resultados

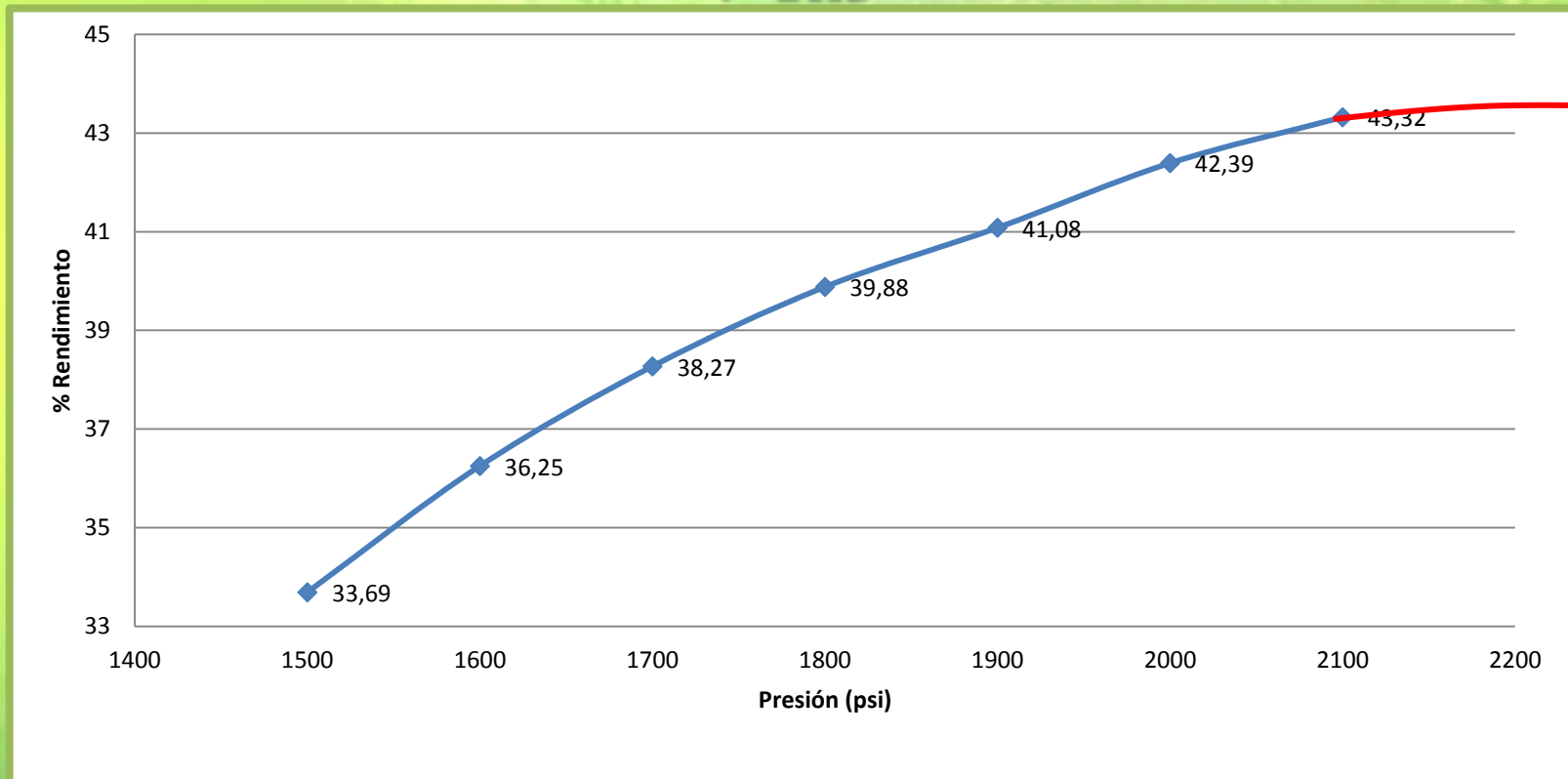
INFLUENCIA DE LA PRESIÓN SOBRE EL RENDIMIENTO.
T=27°C (constante)

Presión (psig)	Rendimiento total (%) $\pm 0,1$
1500	33,69
1600	36,25
1700	38,27
1800	39,88
1900	41,08
2000	42,39
2100	43,32

Análisis de resultados

INFLUENCIA DE LA PRESIÓN SOBRE EL RENDIMIENTO EN LOS EXPERIMENTOS DE EXTRACCIÓN SUPERCRÍTICA

$T = \text{cte}$



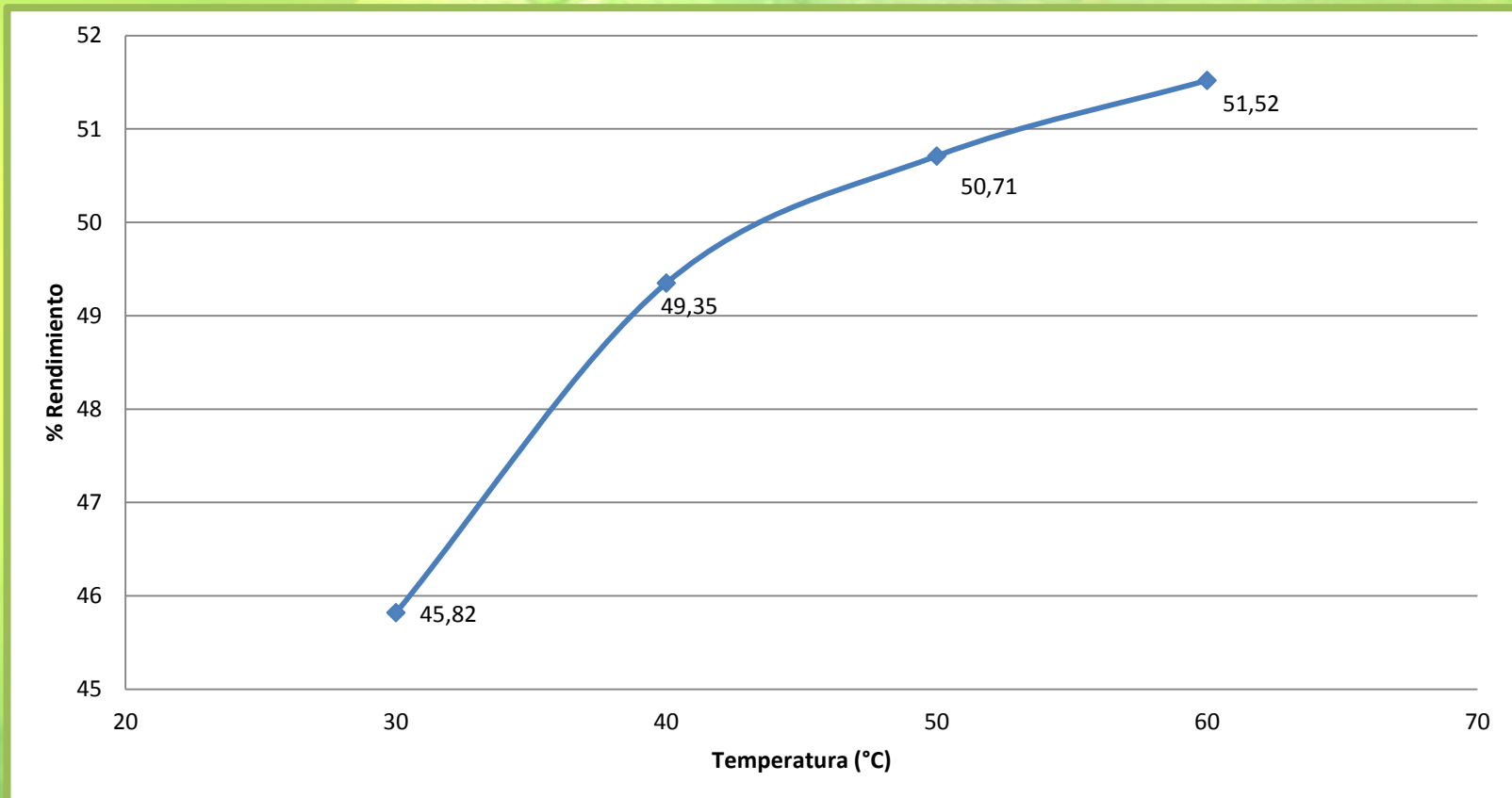
Análisis de resultados

**INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA EN EL RENDIMIENTO.
P=2100 psig (constante)**

Temperatura (°C)	Rendimiento total (%) $\pm 0,10$
30	45,82
40	49,35
50	50,71
60	51,52

Análisis de resultados

INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA SOBRE EL RENDIMIENTO EN LOS EXPERIMENTOS DE EXTRACCIÓN SUPERCRÍTICA

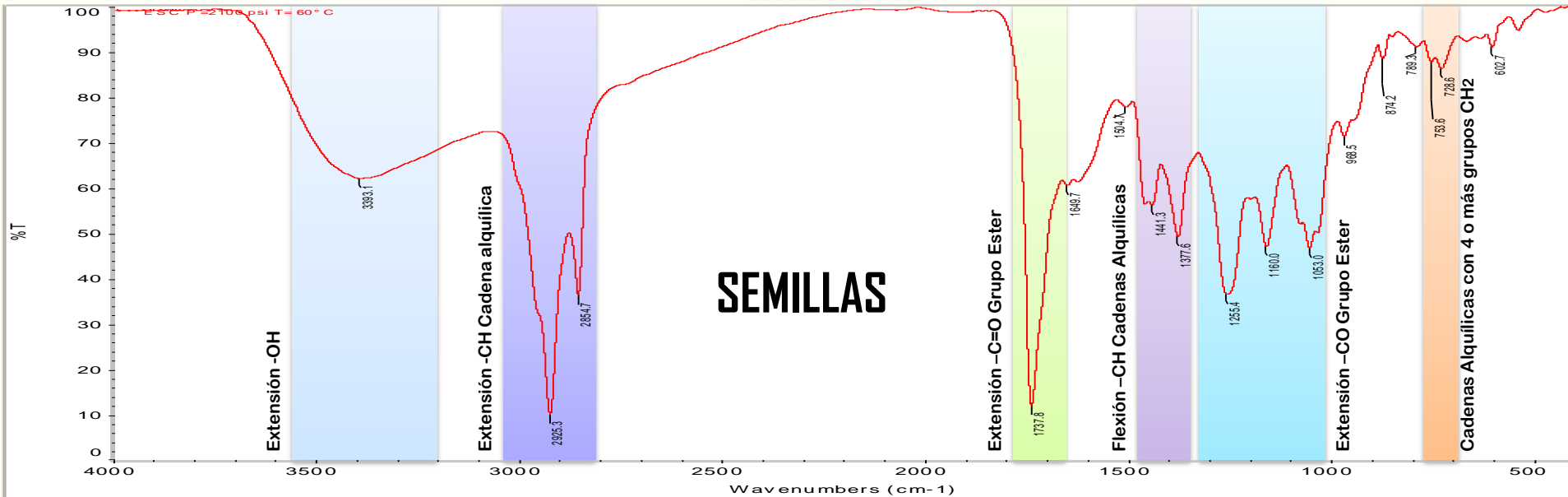
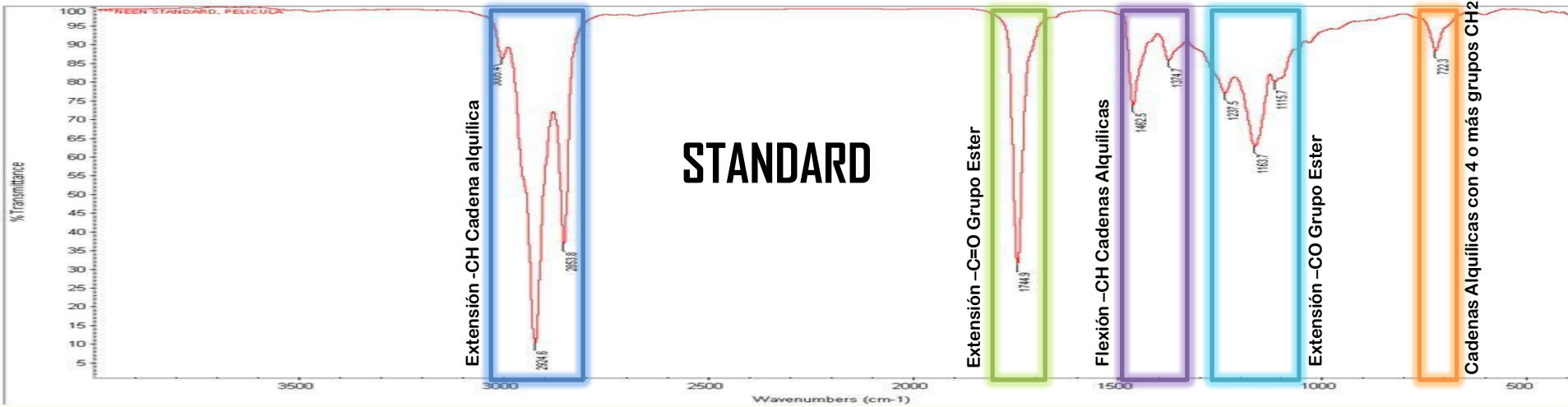


Análisis de resultados

CALIDAD CON ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

Análisis de resultados

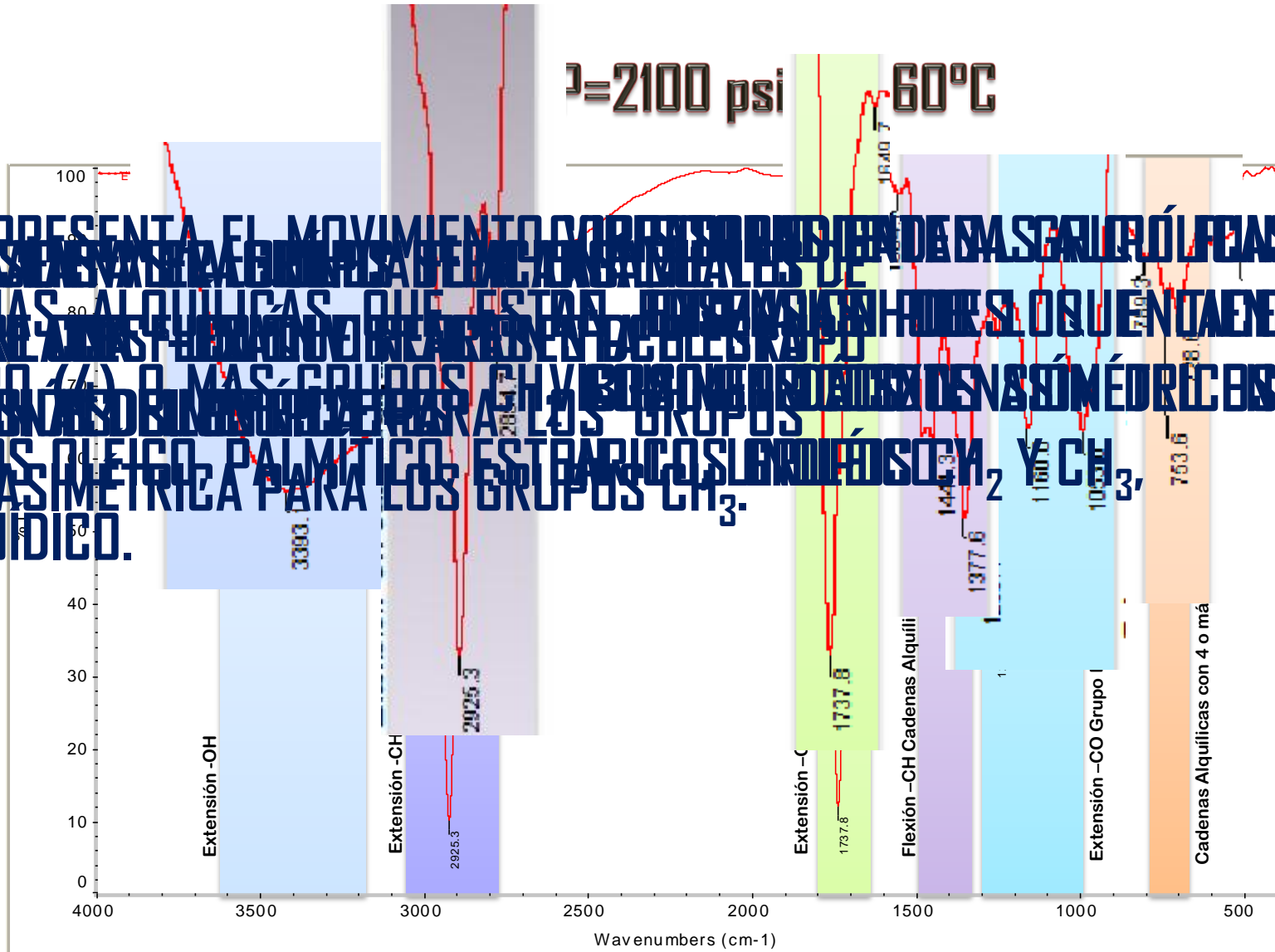
ACEITE DE NEEN STANDARD, Película



Análisis de resultados

$\rho = 2100 \text{ psi}$ 60°C

SE REPRESENTA EL MOVIMIENTO CORRESPONDIENTE DE LAS FUERZAS DINÁMICAS EN LAS CADENAS ALQUÍLICAS QUE ESTÁN FORMANDO HOMBRES LOQUENTENES UNA FRECUENCIA DE VIBRACIÓN DE APROXIMADAMENTE 1600 KHZ O CUATRO (4) O MAS GRUPOS CH Y BONDOS DÁNDOS DENSIDAD MÉDICA PARA GRASOS DEIGO PALMITICO ESTEARICOS UNO MÉDICO Y CH₂ Y ASIMÉTRICA PARA LOS GRUPOS CH₃. ARAQUÍDICO.



Análisis de resultados

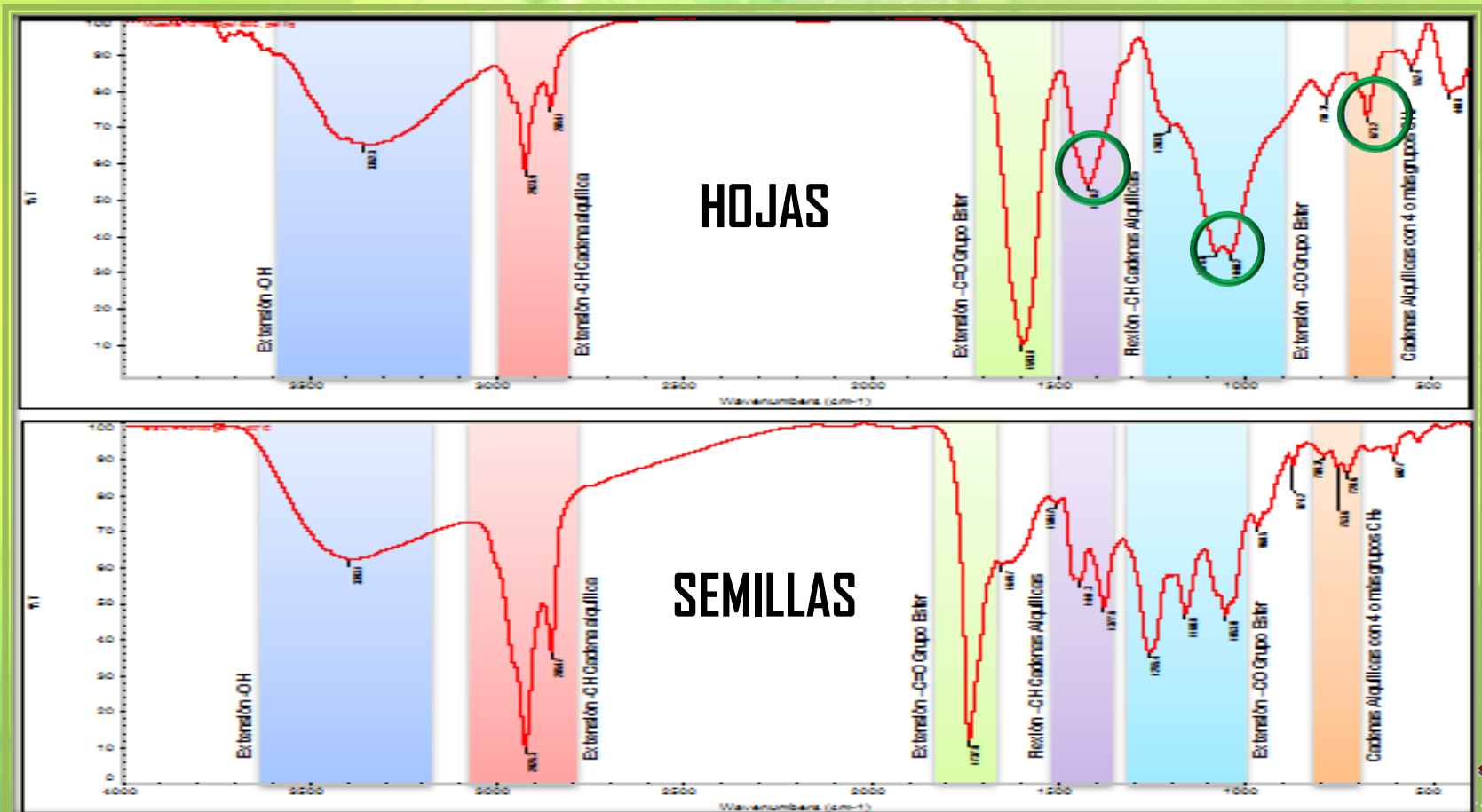
COMPARACIÓN CON LOS RESULTADOS OBTENIDOS CON HOJAS Y SEMILLAS.

Comparación basada en el rendimiento.

Parte de la planta	Tipo de extracción	Masa inicial (g)	Masa final (g)	Rendimiento (%)
Hojas	Soxhlet	24,99	18,91	24,33
Semillas	Soxhlet	50,00	21,44	57,12
Hojas	Supercrítica	50,48	35,01	30,65
Semillas	Supercrítica	50,01	24,24	51,52

Análisis de resultados

COMPARACIÓN BASADA EN LA CALIDAD DEL EXTRACTO.



CONCLUSIONES

- ❖ Secar las semillas 24 horas antes de la experimentación favorece en el rendimiento del extracto final.
- ❖ Al usar Etanol como cosolvente en la extracción supercrítica se logra mayor cantidad de extracto.
- ❖ En la extracción convencional se extrae no sólo el aceite esencial sino también otros compuestos como los colorantes.
- ❖ La presión óptima de extracción del aceite esencial de Neem en base al rendimiento fue 2100 psig.



Conclusiones

- ❖ La temperatura óptima de extracción del aceite esencial de Neem en base al rendimiento fue 60°C.
- ❖ La extracción convencional presenta un mayor rendimiento que en la extracción supercrítica.
- ❖ En la extracción supercrítica la variación de la presión y temperatura no presenta influencia sobre la calidad del aceite obtenido.
- ❖ Elevar la presión en la extracción supercrítica favorece el rendimiento.



Conclusiones

- ❖ El incremento de la temperatura, en la extracción supercrítica aumenta el rendimiento.
- ❖ A mayor temperatura se obtiene mayores rendimientos, debido a la presión de vapor de los componentes del aceite.
- ❖ El estudio de los espectros de infrarrojo no permite tener una idea clara de la composición de los extractos.

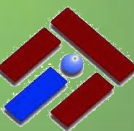
RECOMENDACIONES

- ❖ **Sustitución total del Reactor debido a la deformación del dispositivo de seguridad.**
- ❖ **Adquisición de nuevos manómetros.**
- ❖ **Sustitución total del sistema de tuberías desde el sistema de acumulación de CO₂ hasta el extractor supercrítico.**
- ❖ **Cuando sea necesario la compra de empacaduras de goma se debe especificar que es para presiones y temperaturas altas.**



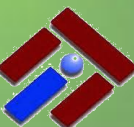
Recomendaciones

- ❖ Realizar la extracción en un periodo no mayor de un (1) mes después de haber recolectado el fruto.
- ❖ Recolectar Neem de diversas ciudades.
- ❖ Realizar este proyecto a nivel comercial.
- ❖ Aplicar la espectrometría de masas o la cromatografía.



Recomendaciones

- ❖ Colocar una manta de calentamiento alrededor del capilar de descarga para que no se obstruya
- ❖ Aplicar un control de flujo a la descarga del equipo que garantice una velocidad de descarga constante
- ❖ Colocar un filtro de acero inoxidable a la salida del reactor para evitar obstrucciones
- ❖ Estudiar una extracción previa sobre la matriz antes de la extracción supercrítica.





MUCHAS GRACIAS!!!

ALGUNA PREGUNTA?

**HUSSEIN MARTIN ANDRADE
NOVIEMBRE 2010**





REPUBLICA BOLIVARIANA DE VENEZUELA
UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA



OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL A PARTIR DE SEMILLAS DE NEEM (AZADIRACHTA INDICA A. JUSS), USANDO LOS MÉTODOS DE EXTRACCIÓN SUPERCRÍTICA CON CO_2 Y ETANOL COMO SOLVENTES Y EXTRACCIÓN CONVENCIONAL CON ETANOL

TUTORES:

PROF. ARMANDO VIZCAYA

PROF. FRANCISCO YÁNEZ

PRESENTADO POR:

Br. HUSSEÍN MARTÍN ANDRADE

NOVIEMBRE 2010

EXTRACCION SUPERCRITICA CON CO₂ COMO SOLVENTE Y ETANOL COMO COSOLVENTE

ACONDICIONAMIENTO DEL EQUIPO

- ❖ Se realizará la conexión de la bombona de dióxido de carbono al recipiente de presurización.
- ❖ Se realizará la conexión de la salida del recipiente presurizador a la entrada del equipo de extracción supercrítica.
- ❖ Se colocará el recipiente de extracción vacío en el equipo mediante el uso del soporte y se sellará.
- ❖ Se abrirá lentamente la válvula de la bombona de CO_2 y luego la válvula de entrada del recipiente presurizado.
- ❖ Se cerrará la válvula de la bombona de CO_2 , así como la válvula de salida del equipo de extracción y la válvula de alivio.
- ❖ Se abrirá la válvula de salida del recipiente presurizado y la válvula de entrada del equipo de extracción supercrítica.
- ❖ Se comprobará que no existan fugas en el sistema usando líquido jabonoso.

OPERACIÓN DEL EQUIPO

- ❖ Se verificará que la presión del recipiente de presurización es de 0 psi.
- ❖ Se abrirá el recipiente de presurización aflojando las tuercas y se cargará con 1 kilo de hielo seco.
- ❖ Se abrirá la válvula de alimentación de CO_2 al sistema.
- ❖ Se encenderá la resistencia de calentamiento.
- ❖ Se colocarán 20 gr de semillas de Neem con 10 ml de Etanol.
- ❖ Se abrirá progresivamente la válvula de entrada del equipo de extracción supercrítica hasta que se alcance la primera presión de extracción de 1500 psi.
- ❖ Se dejará el proceso estable durante dos horas.

- ❖ Se preparará un baño de hielo para sumergir el balón de separación del aceite.
- ❖ Se sumergirá el balón de separación en el baño de hielo.

EXTRACCION CONVENCIONAL CON ETANOL

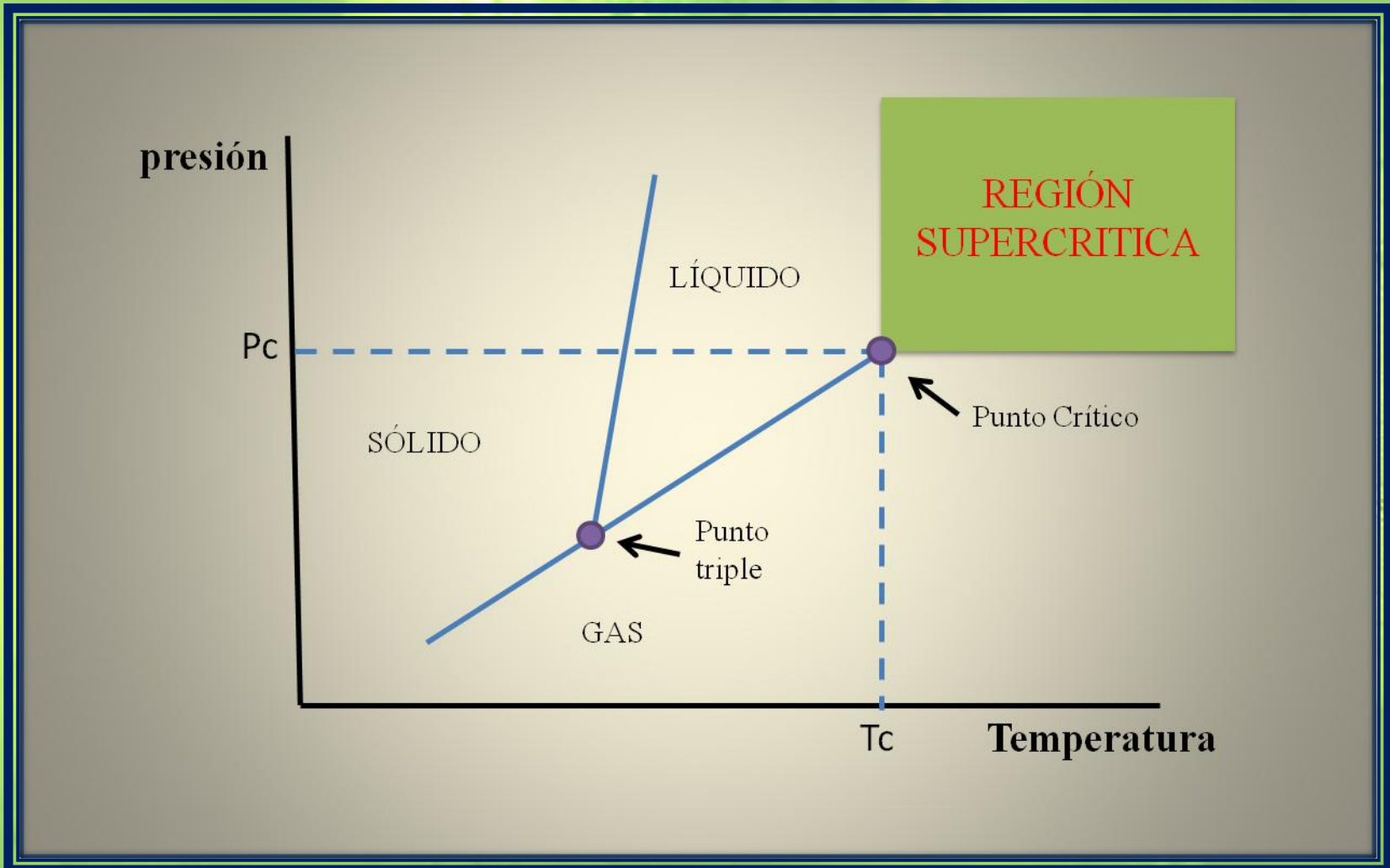
ACONDICIONAMIENTO DEL EQUIPO

- ❖ Se lavará y secará el matraz y el extractor tipo Soxhlet.
- ❖ Se pesarán 20 gramos de semillas de Neem en la balanza del laboratorio.
- ❖ Se introducirán las semillas dentro del extractor tipo Soxhlet.
- ❖ Se lubricarán con grafito los extremos del extractor tipo soxhlet y del condensador vertical.
- ❖ Se colocará el matraz sobre la manta de calentamiento luego sobre el matraz se colocará el extractor tipo Soxhlet y sobre el mismo el condensador vertical.

OPERACIÓN

- ❖ Se abrirá la llave de agua de la entrada del líquido al condensador, que permitirá el enfriamiento.
- ❖ Se pondrá en marcha la manta de calentamiento.
- ❖ Se dejará el proceso de la destilación durante 24 horas (almacenamiento).
- ❖ Luego de las 24 horas de destilación se apagará la manta de calentamiento.
- ❖ Se cerrará la llave de servicio de agua.

Marco Teórico



Interpretación de los grupos funcionales de los Espectros Infrarrojos

GRUPO FUNCIONAL	TIPO DE VIBRACIÓN			LONGITUD DE ONDA (cm) ⁻¹		INTENSIDAD
Alcohol	-OH extensión			3500-3200		fuerte
	-CO extensión			1320-1000		fuerte
Cadena alquílica	-CH extensión	CH ₂	asimétrica	3000-	2940-2910	media
			simétrica		2860-2840	
		CH ₃	asimétrica	2830	2970-2950	
			simétrica		2880-2860	
	-CH flexión	CH ₂	simétrica	1470-1350	1470-1440	media
			(tijeras)		1470-1450	
asimétrica			1380-1360			
	CH ₃	simétrica				
		(paraguas)				

GRUPO FUNCIONAL	TIPO DE VIBRACIÓN	LONGITUD DE ONDA (cm)⁻¹	INTENSIDAD
Éster	C=O extensión	1750-1735	fuerte
	C-O extensión	1320-1000	fuerte
Cetona	C=O extensión	1720-1710	Fuerte
Éter	C-O extensión	1320-1000	fuerte
Insaturación (doble enlace)	=C-H extensión	3100-3000	media

GRUPOS FUNCIONALES CARACTERÍSTICOS DE LOS COMPONENTES DEL ACEITE DE NEEM

COMPUESTOS	ESTRUCTURA MOLECULAR		ENLACES QUE GENERAN SEÑALES EN ESPECTRO IR
Triglicéridos	<p>Ácido graso</p> <p>Oléico</p> <p>Palmítico</p> <p>Esteárico</p> <p>Linoléico</p> <p>Araquídico</p>	<p>Cadena alquílica</p> <p>$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7$</p> <p>$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}$</p> <p>$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}$</p> <p>$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4(\text{CH}=\text{CHCH}_2)_2(\text{CH}_2)_6$</p> <p>$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}$</p>	<p>Éster</p> <p>C=O</p> <p>-CO</p> <p>Cadena alquílica</p> <p>CH</p> <p>Insaturación</p> <p>-C-H</p>

COMPUESTOS	ESTRUCTURA MOLECULAR	ENLACES QUE GENERAN SEÑALES EN ESPECTRO IR
Flavonoides	<p style="text-align: center;">Quercetina</p> <p style="text-align: center;">Miricetina</p> <p style="text-align: center;">Kaempferol</p>	<p style="text-align: center;">Alcohol -OH -CO Éster C=O -CO Cetona C=O Insaturación =C-H</p>
Esteroles	<p style="text-align: center;">Nimbosterol</p>	<p style="text-align: center;">Cadena Alquílica -CH Alcohol -OH -CO Insaturación =C-H</p>

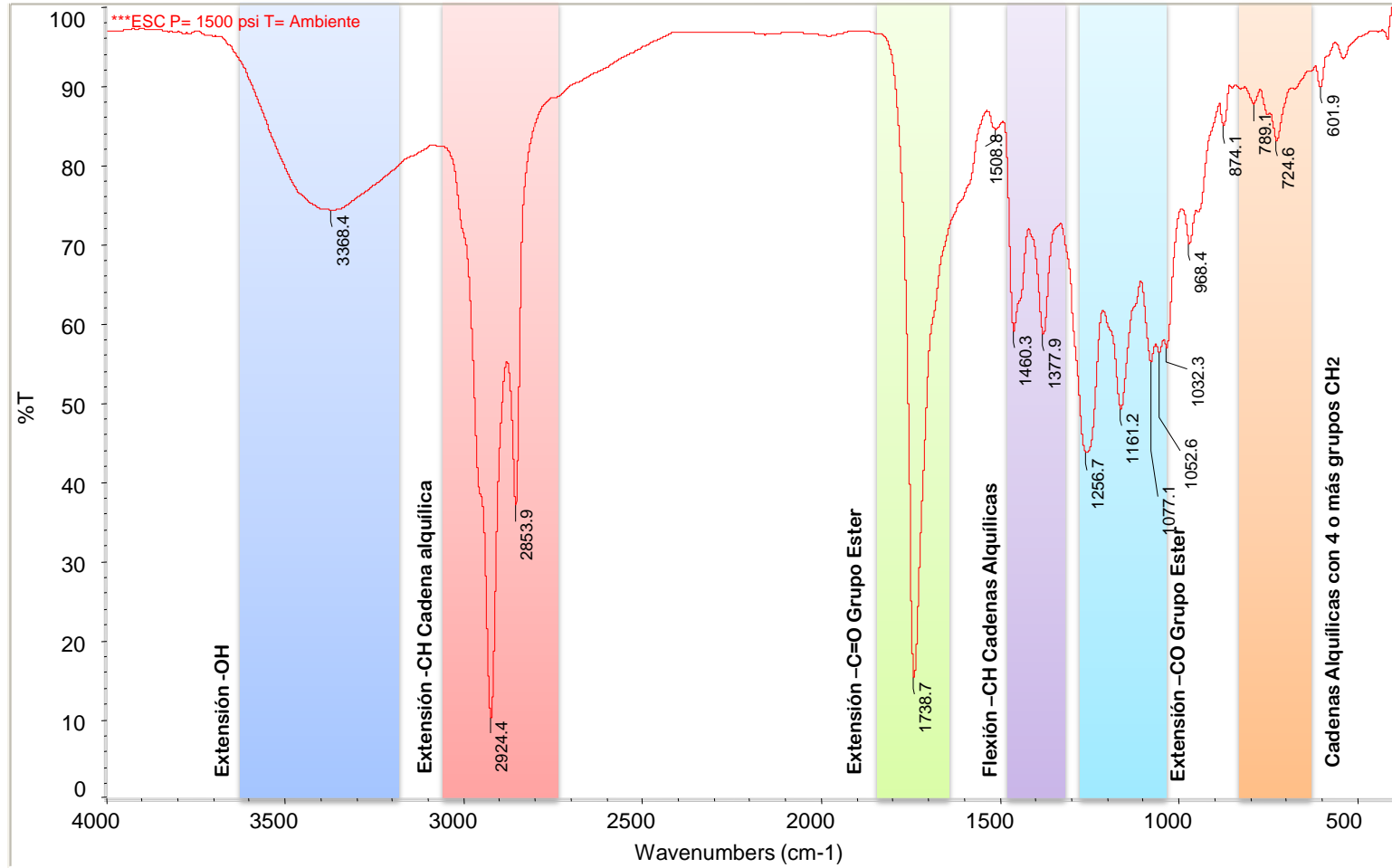
COMPUESTOS	ESTRUCTURA MOLECULAR	ENLACES QUE GENERAN SEÑALES EN ESPECTRO IR
<p style="text-align: center;">Terpenos</p>	<p style="text-align: center;"> Azadiractina Meliantriol Isonimocinolida Salanina Nimbina Nimbidina Nimocinolida </p>	<p style="text-align: center;"> Alcohol -OH -CO Cadena Alquílica -CH Cetona C=O Éster C=O -CO Insaturación =C-H </p>

Análisis de resultados

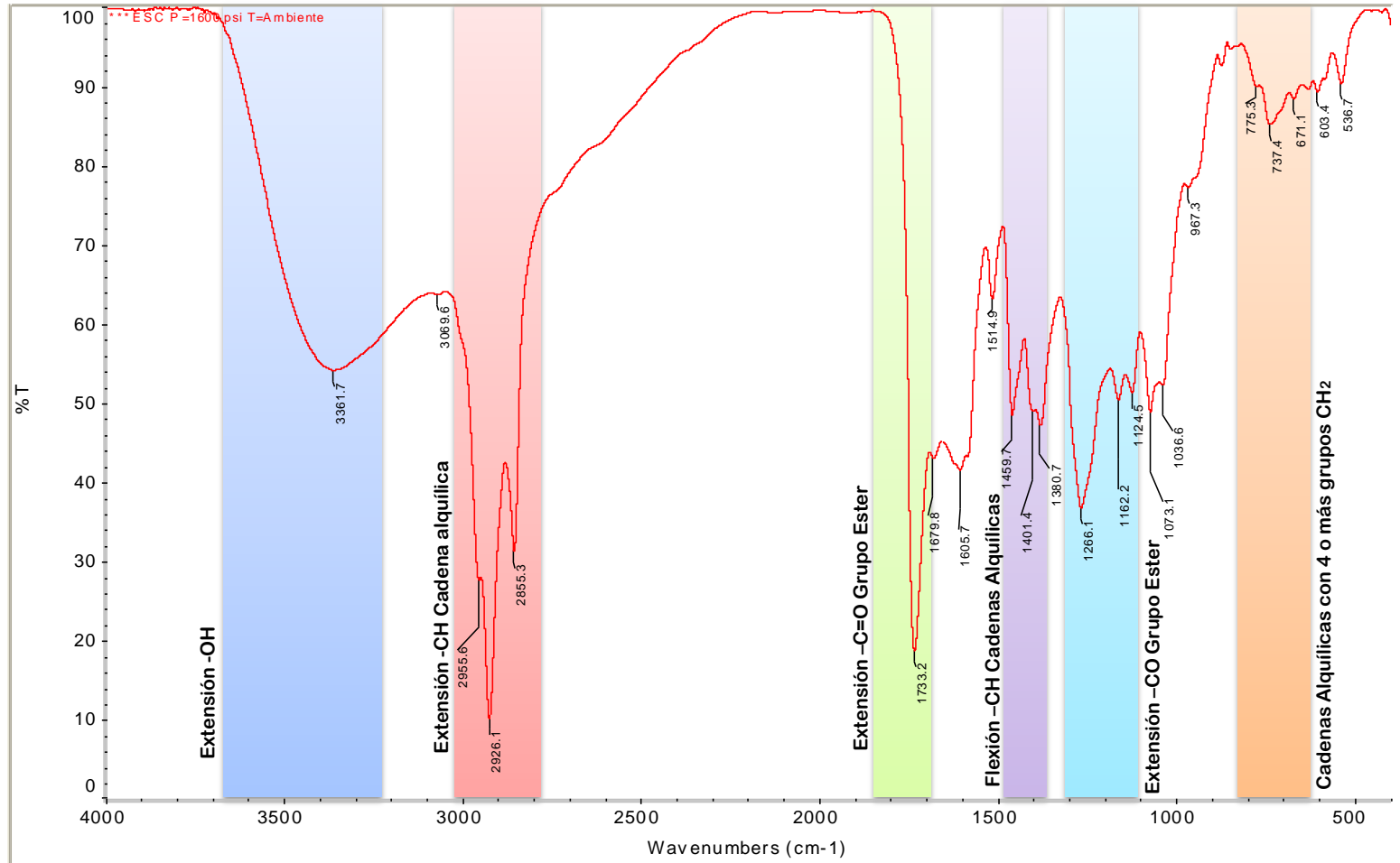
Rendimientos de los extractos obtenidos

Muestra N°	Tipo de extracción	Masa inicial (g)	Masa final (g)	Rendimiento (%)
1	Soxhlet	50,0012	22,3655	55,27
2	Soxhlet	50,0023	21,4409	57,12
3	Supercrítica	50,0008	36,3105	27,38
4	Supercrítica	50,0017	33,1561	33,69
5	Supercrítica	50,0089	31,8806	36,25
6	Supercrítica	50,0074	30,8695	38,27
7	Supercrítica	50,0037	30,0622	39,88
8	Supercrítica	50,0025	29,4614	41,08
9	Supercrítica	50,0079	28,8095	42,39
10	Supercrítica	50,0004	28,3402	43,32
11	Supercrítica	50,0091	27,0949	45,82
12	Supercrítica	50,0063	25,3281	49,35
13	Supercrítica	50,0028	24,6463	50,71
14	Supercrítica	50,0076	24,2436	51,52

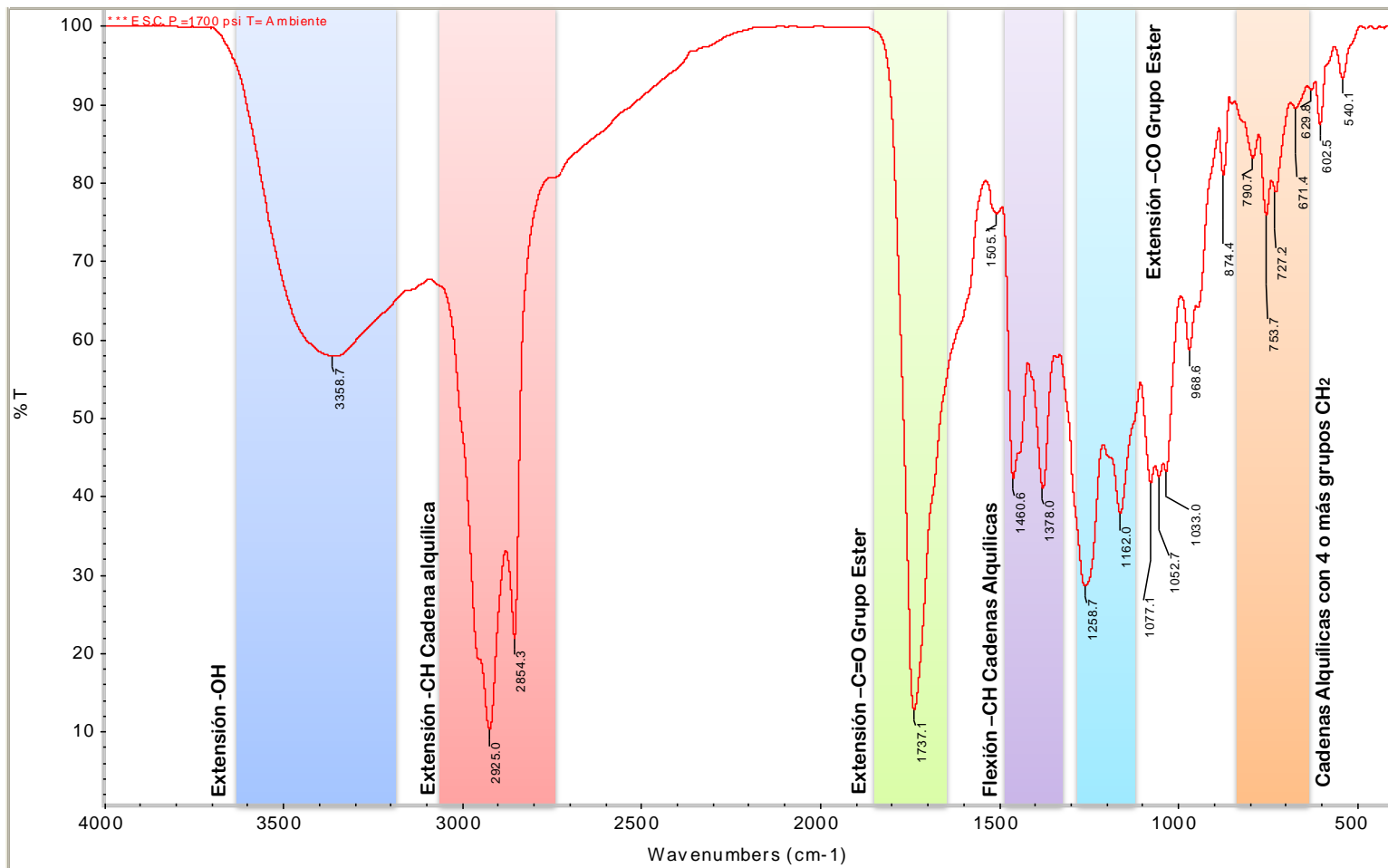
ESC P= 1500 psi T= Ambiente



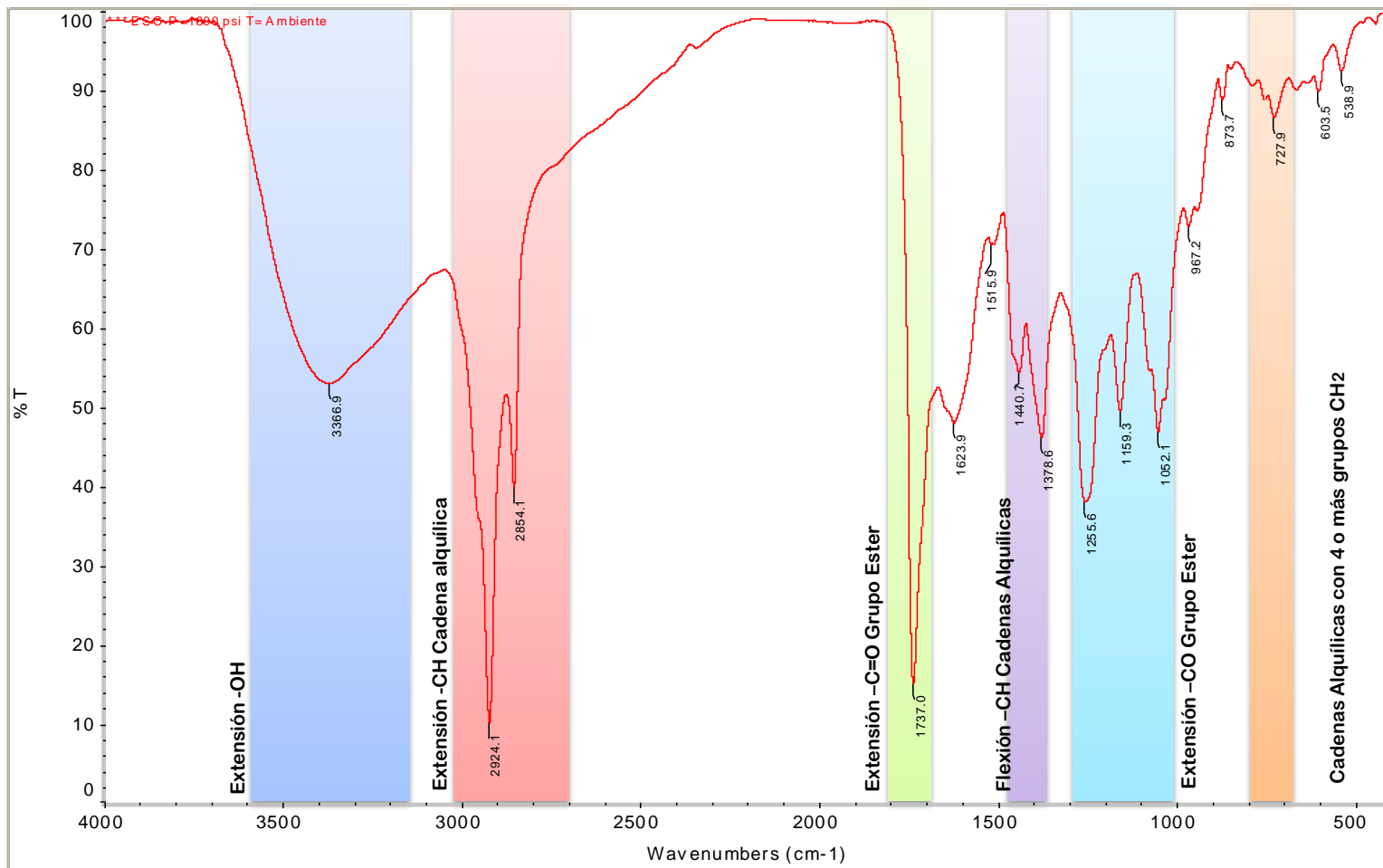
ESC P=1600 psi T=Ambiente



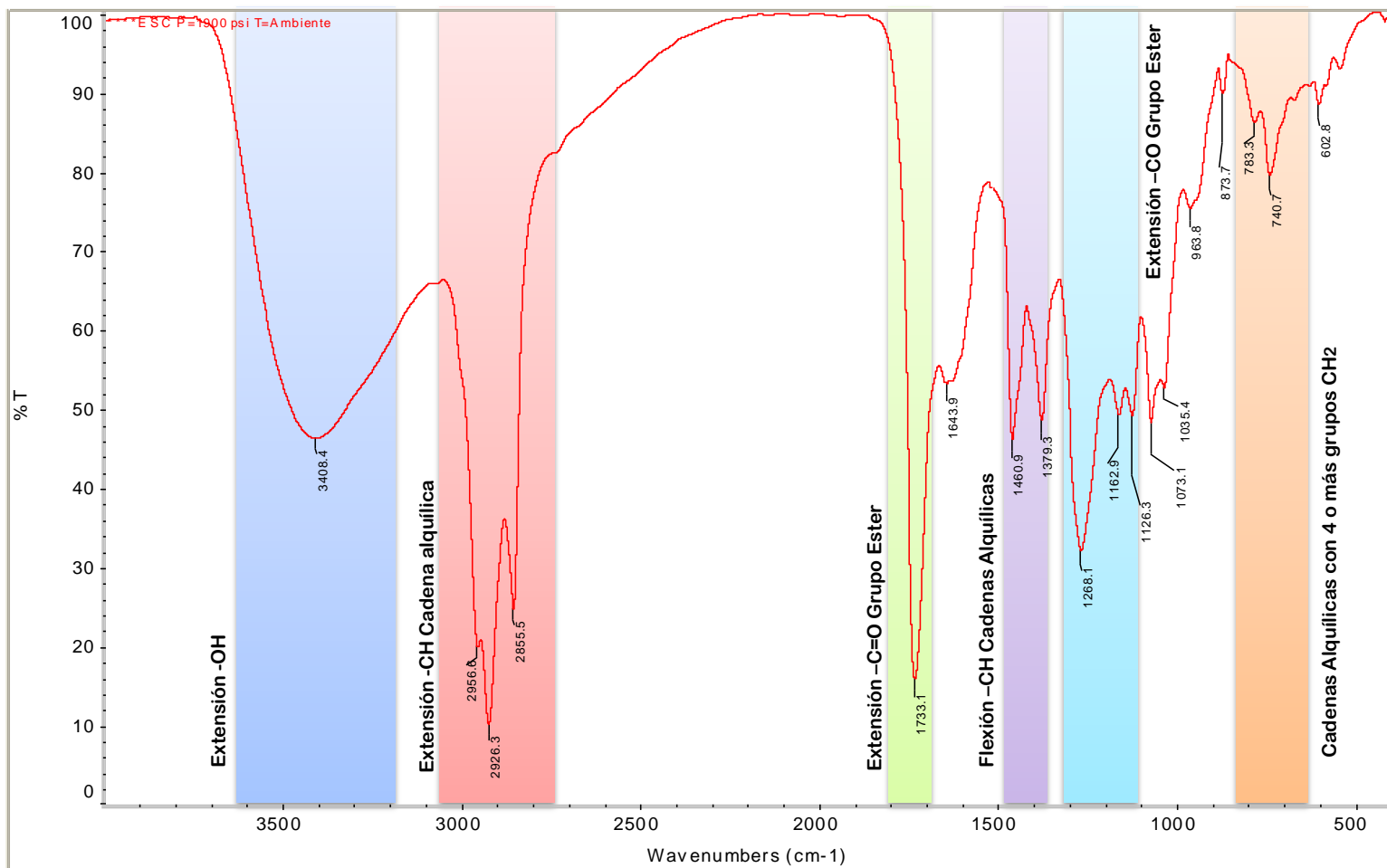
ESC P=1700 psi T= Ambiente



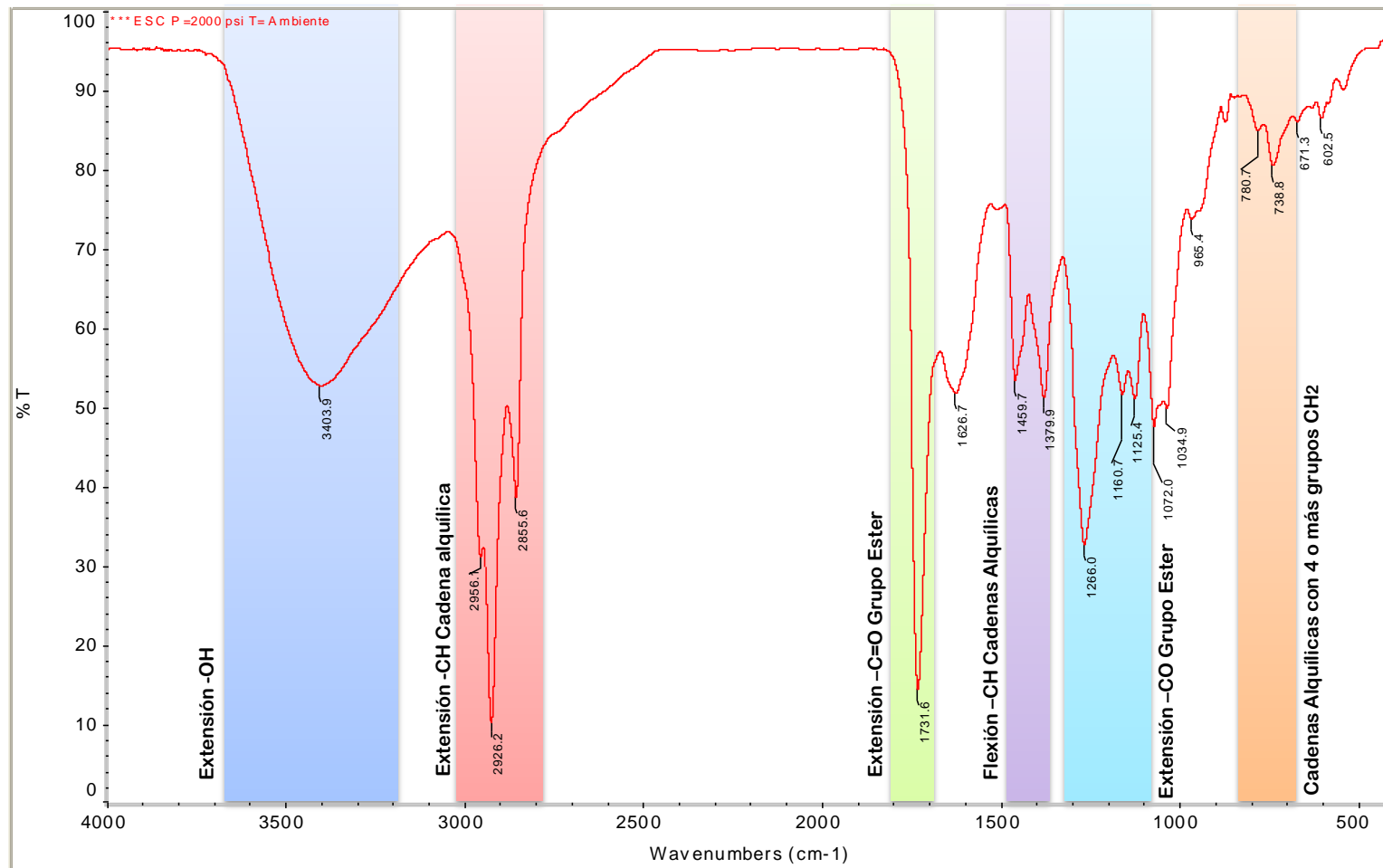
ESC P=1800 psi T= Ambiente



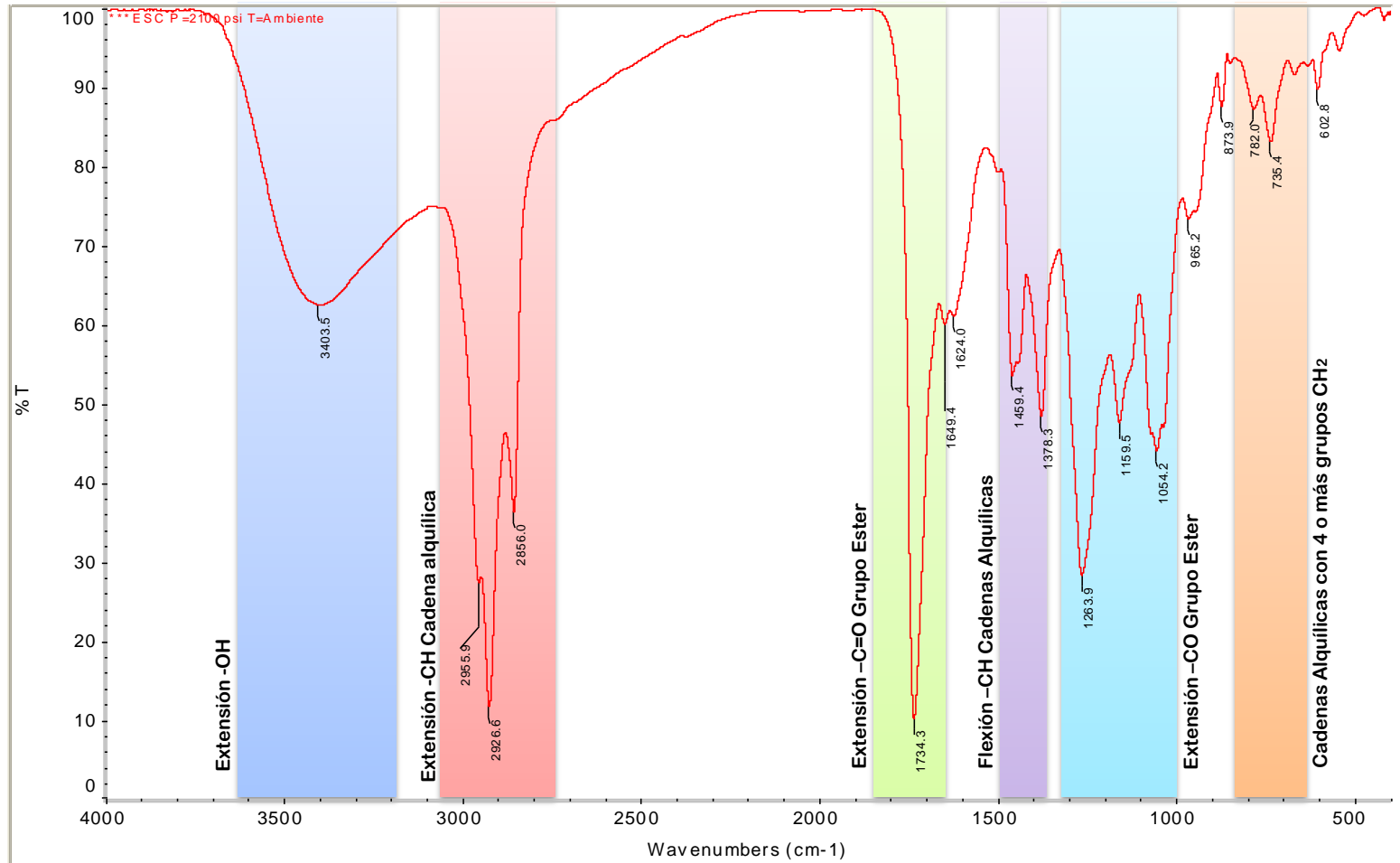
ESC P=1900 psi T=Ambiente



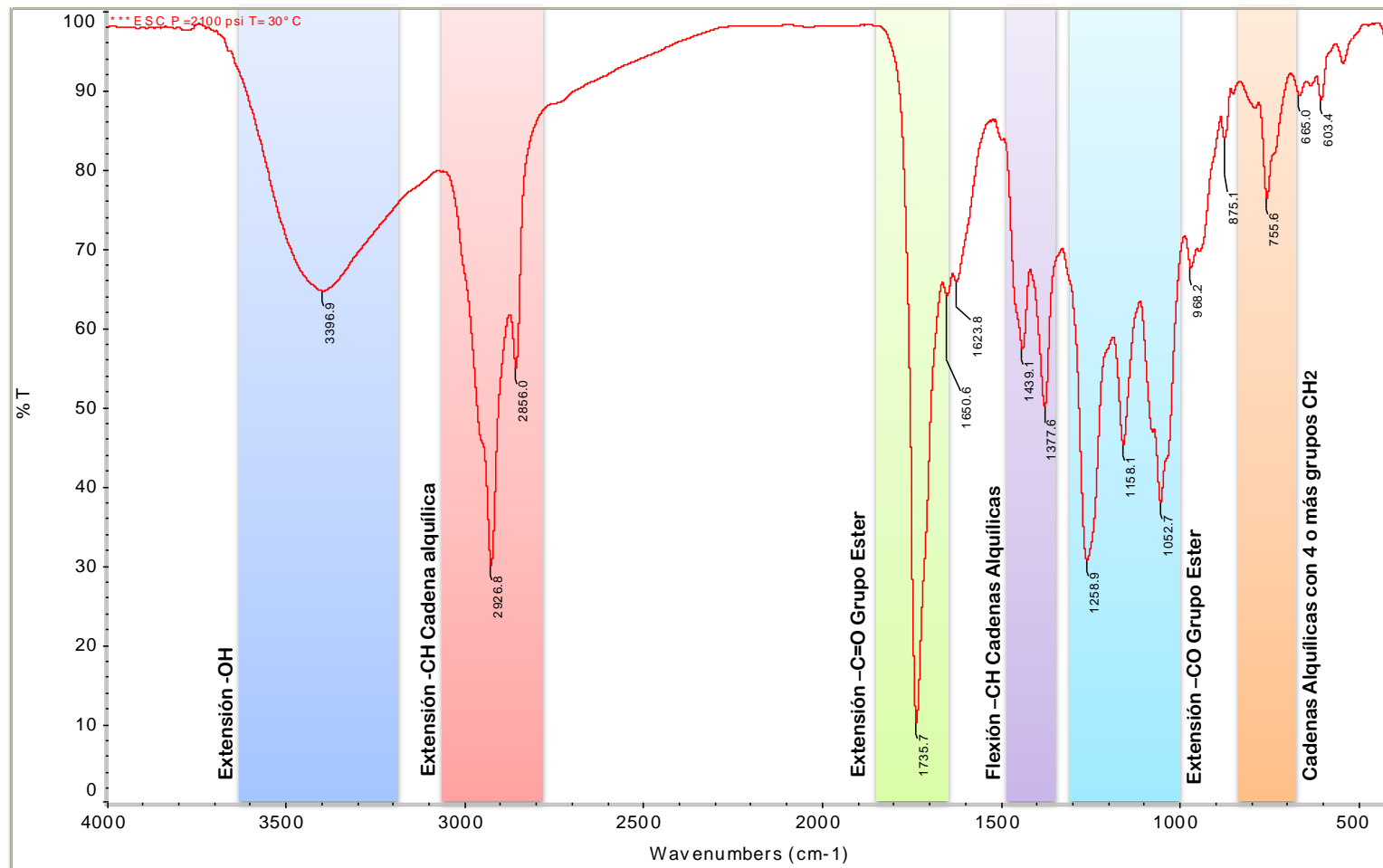
ESC P=2000 psi T= Ambiente



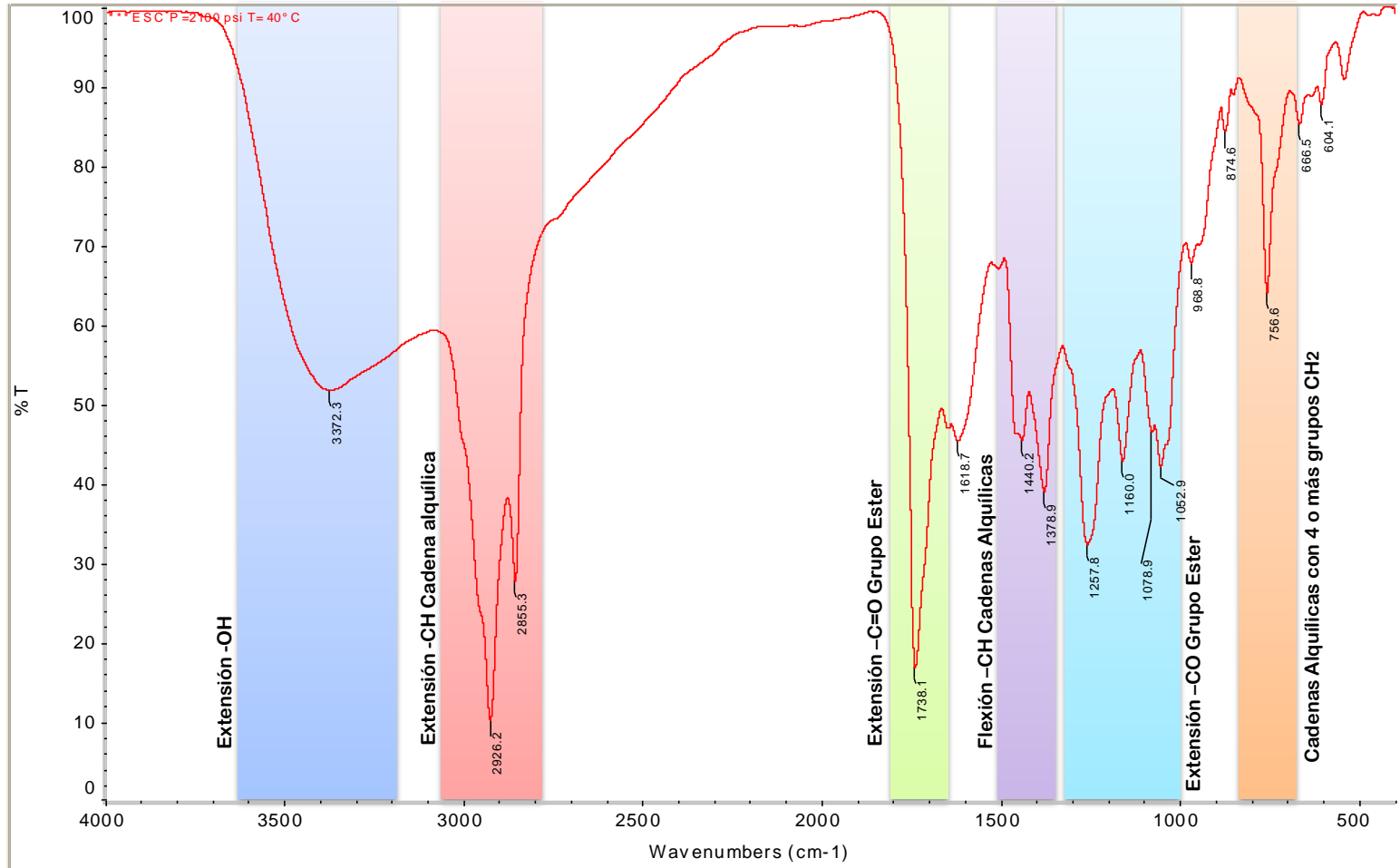
ESC P=2100 psi T=Ambiente



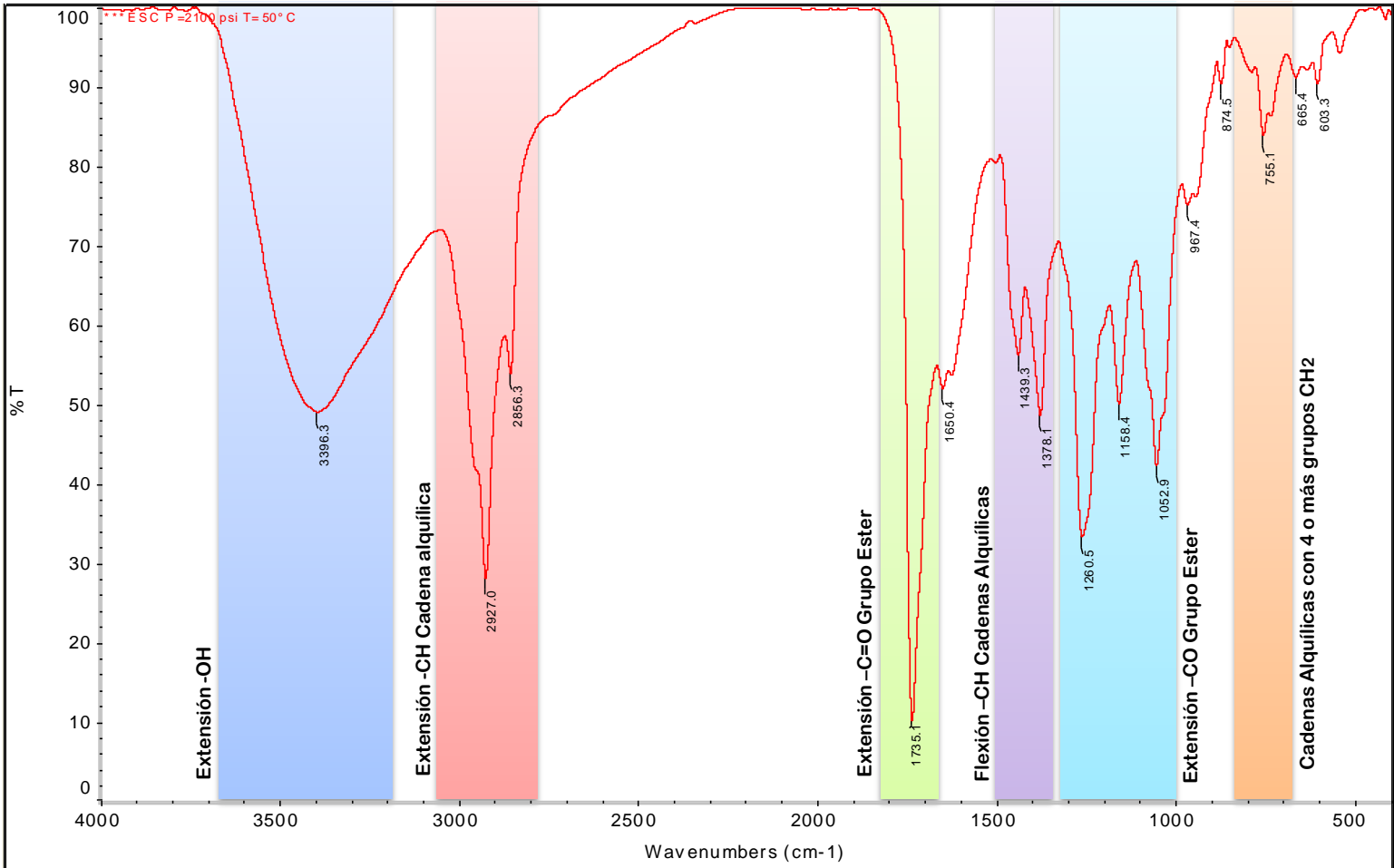
ESC P=2100 psi T= 30°C



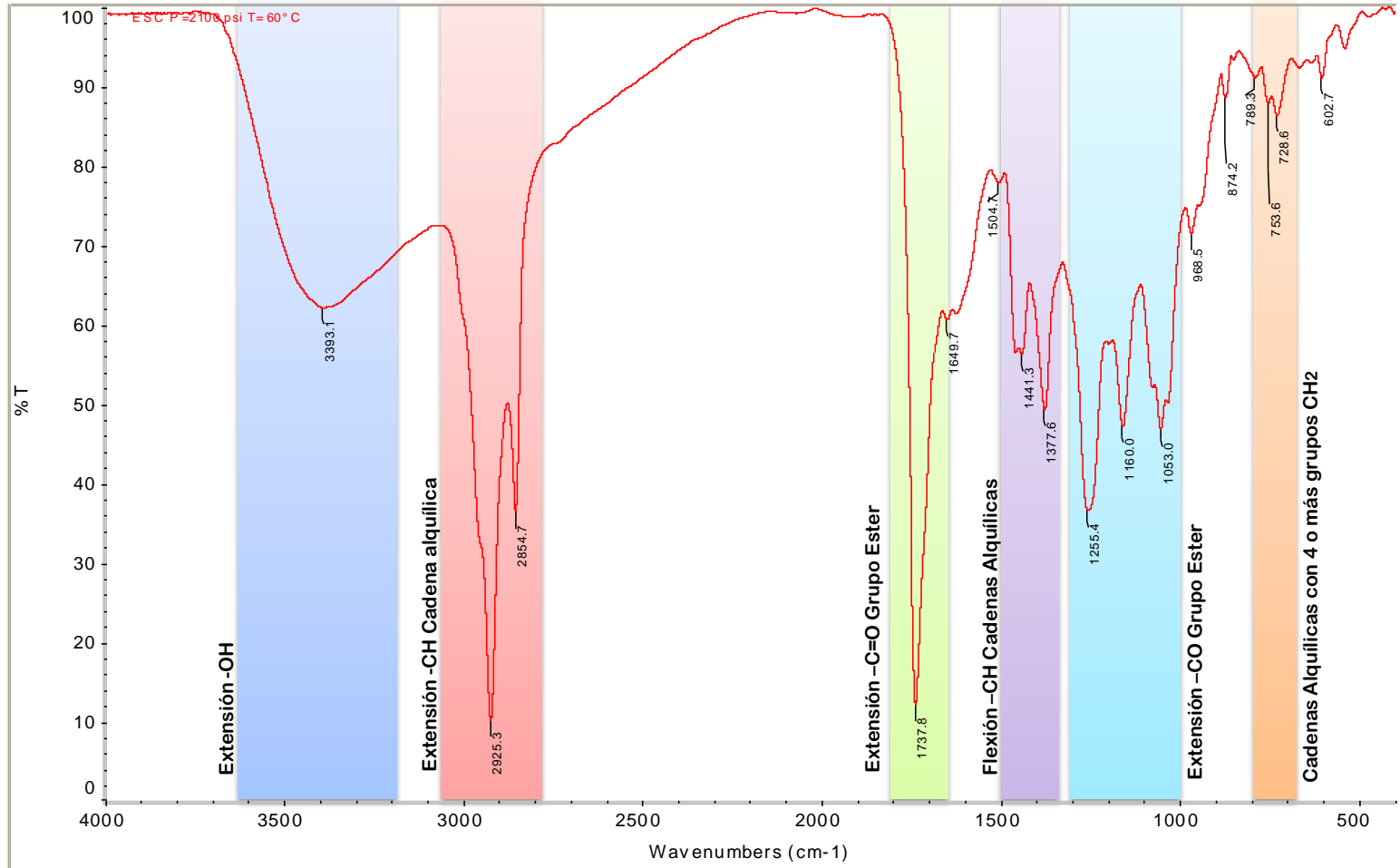
ESC P=2100 psi T= 40°C



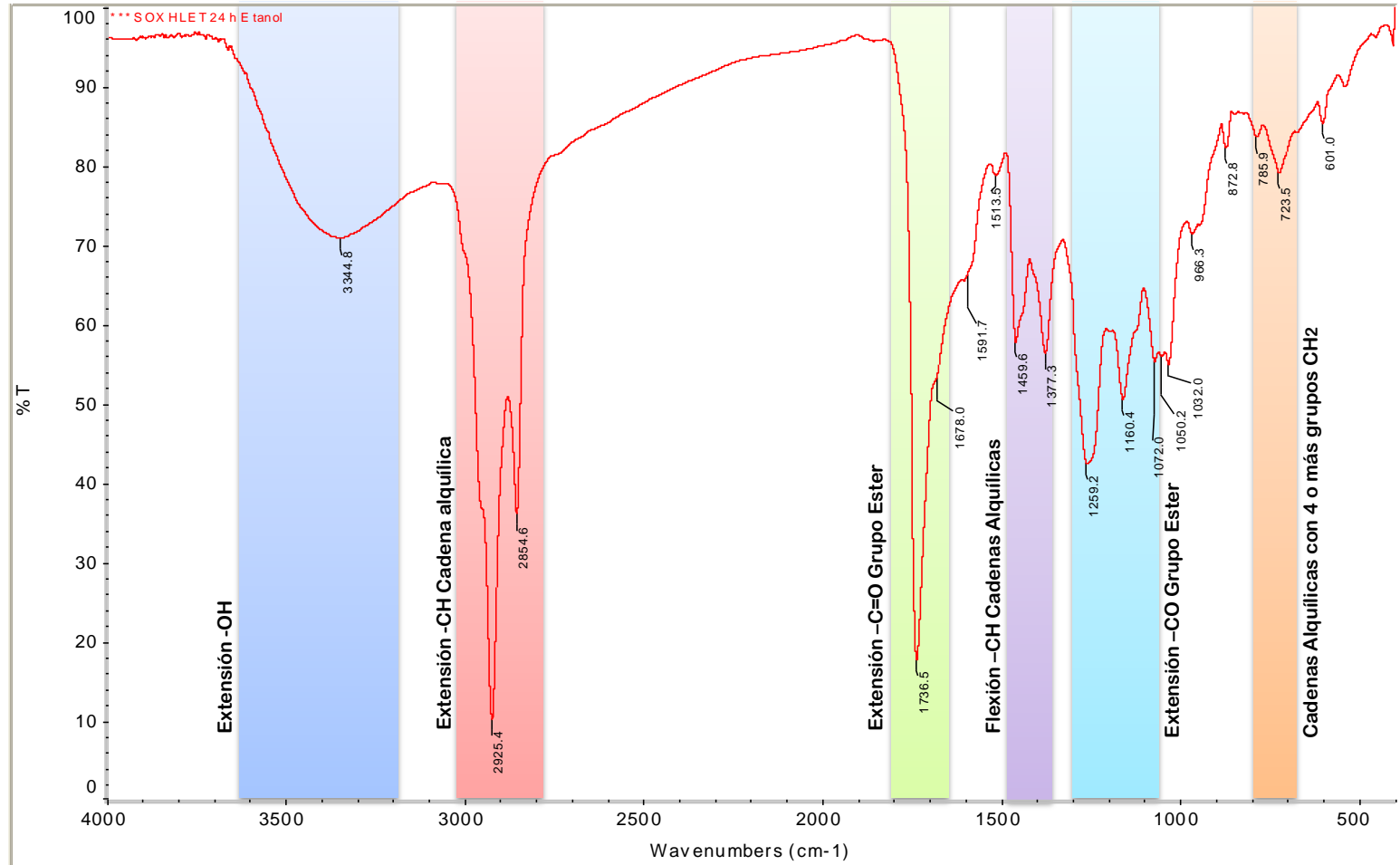
ESC P=2100 psi T= 50°C



ESC P=2100 psi T= 60°C



SOXHLET 24 h Etanol



SOXHLET AGUA 24 horas

