

**EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA APLICACIÓN DE PRE-TRATAMIENTOS CON  
ULTRASONIDO SOBRE EL NIVEL DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE LA SEMILLA DE  
ARBOL NEEM (*AZADIRACHTA INDICA A. JUSS.*)**

**EVALUATION OF THE EFFECT OF THE APPLICATION OF ULTRASOUND PRE-  
TREATMENTS ON THE NEEM TREE SEED OIL EXTRACTION LEVEL (*AZADIRACHTA  
INDICA A. JUSS.*)**

**\*<sup>1</sup>Rodríguez S. Patricia, <sup>1</sup>Blandón C. Natalia.**

Especialización en Procesos de Alimentos y Biomateriales. Universidad Nacional Abierta y a Distancia, UNAD.  
Bogotá D.C. Colombia. Correo electrónico: [sandrapatriciaraq@ufps.edu.co](mailto:sandrapatriciaraq@ufps.edu.co) ; [nata2781@hotmail.com](mailto:nata2781@hotmail.com)

Recibido 21 de marzo 2019; aceptado 30 de mayo de 2019.

## **RESUMEN**

---

Las extracciones asistidas por ultrasonido, han permitido aumentar la concentración y mejorar las características de diversos compuestos. Para evaluar el efecto del ultrasonido en la extracción de aceite de semillas de neem (*Azadirachta indica A. juss.*), las semillas se sometieron a un secado convectivo a 70 °C por 8,7 horas. Se aplicó sonicación a 40 kHz con temperaturas de 30 °C, 40 °C y 50 °C y tiempos de 20, 30 y 40 minutos en semillas de Neem (*Azadirachta*

indica) con un 34,12 % de contenido de aceite. Se realizaron extracciones por el método sólido-líquido por lixiviación con solvente n- hexano y los datos obtenidos fueron analizados mediante un diseño estadístico de dos factores con tres niveles cada uno y una variable de respuesta dada por el rendimiento que arrojó 17,6 % en el mejor tratamiento con una desviación estándar a 0,405 un nivel de significancia de 0.05 %. El aceite obtenido fue caracterizado fisicoquímicamente, así como fue realizada la determinación de perfil de ácidos grasos por cromatografía, en la que se pudo establecer que el ultrasonido presenta un efecto significativo en la disminución de los ácidos grasos saturados y un aumento en el porcentaje de ácidos grasos insaturados, mejorando el comportamiento físico-químico del aceite y haciéndolo más apto para la producción de biodiesel.

Autor a quien dirigir la correspondencia:  
¹Rodríguez S. Patricia Correo electrónico:  
[sandrapatriciarg@ufps.edu.co](mailto:sandrapatriciarg@ufps.edu.co)\*

**Palabras claves:** Aceite, Cromatografía, Extracción, semillas de Neem, Secado, Ultrasonido.

## ABSTRACT

---

Extractions assisted by ultrasound, have allowed to increase the concentration and to improve the characteristics of diverse compounds. To evaluate the effect of ultrasound on the extraction of neem oil (*Azadirachta indica A. juss.*), The seeds were subjected to a convective drying at 70 ° C for 8.7 hours. Sonification was applied at 40 kHz with temperatures of 30 ° C, 40 ° C and 50 ° C and times of 20, 30 and 40 minutes in seeds with a 34.12% oil content. Extractions were carried out by the solid-liquid method by leaching with n-hexane solvent and the data obtained were analyzed by a two-factor statistical design with three levels each and a response variable given by the yield that yielded 17.6% in The best treatment with a standard deviation at 0,405 a

significance level of 0.05 %. The oil obtained was characterized physicochemically, as well as the determination of fatty acid profile by chromatography, in which it was possible to establish that the ultrasound has a significant effect on the decrease of the saturated fatty acids and an increase in the percentage of acids Unsaturated fatty acids, improving the physical-chemical behavior of the oil and making it more suitable for the production of biodiesel.

**Keywords:** Oil, Chromatography, Extraction, Neem, Drying, Ultrasound.

## INTRODUCCIÓN

---

Las fracciones líquidas volátiles que constituyen la semilla de Neem (*Azadirachta indica*) pueden ser extraídas mediante varios métodos como el prensado, destilación con vapor de agua, extracción con solventes volátiles y con fluidos supercríticos, (Martínez, 2001; Pua y Barreto, 2015; Pua *et al.*, 2016), pero en la actualidad, estos métodos tradicionales requieren ser complementados con otras técnicas que optimicen y maximicen la cantidad y la calidad del aceite extraído.

Entre las técnicas para el mejoramiento de los procesos extractivos se encuentra el ultrasonido, el cual se considera una tecnología limpia, que implica bajos costos de inversión en su utilización y cuyo fundamento aplicado a la industria, es el de asistir, modificar y mejorar los procesos tradicionales mediante la reducción de

tiempos de operación y el mejoramiento de los atributos de calidad de las materias primas tratadas, varios autores han obtenido buenos resultados en su aplicación a diversos alimentos como los hongos comestibles frescos empacados Campo Yesenia y Gélvez Víctor (2013 y Romero Pedro y Gélvez Víctor (2015) con el estudio del efecto de los campos magnéticos y el ultrasonido sobre la calidad microbiológica y las propiedades funcionales en una emulsión de carne de bufalo (*bubalus bubalis*). De otra parte se están empleando nano tecnologías en el control de microorganismos patógenos presentes en alimentos (Villamizar, 2015).

La presente investigación busca emplear las semillas de Neem (*Azadirachta indica*) producidas en la ciudad de San José de Cúcuta para ser pre-tratadas con

ultrasonido y sometidas a un proceso de extracción sólido-líquido, separando el aceite que las constituye y determinando de esta forma la incidencia de la aplicación del ultrasonido en la cantidad de aceite extraído, evaluando además las características físico-químicas y el perfil de ácidos grasos por cromatografía del

tratamiento que mayor efecto presente por el ultrasonido aplicado. Estudios evidencian la utilización de los aceites esenciales extraído de productos naturales con efectos antimicrobianos (Pérez *et al.*, 2017), razón por la cual se busca otra alternativa de utilización industrial.

## MATERIALES Y MÉTODOS

---

### A. *Pre-tratamiento de la muestra.*

Las semillas fueron pesadas, desinfectadas y despulpadas y se tomó una muestra para realizar una evaluación física mediante la medición de sus dimensiones largo, ancho y peso, de acuerdo a los parámetros establecidos por las normas ISTA para la caracterización física de semilla.

Posterior al despulpado, las semillas fueron sometidas a un proceso de trituración, lo que permitió realizar una mezcla homogénea de todas las muestras recolectadas en las diferentes áreas del casco urbano de la ciudad de San José de Cúcuta.

El secado de las semillas de neem se realizó a una temperatura de 70 °C, rango establecido de acuerdo al estudio realizado por el investigador Padoin *et al.*, (2016) en semillas de papaya. En esta investigación

se estudió la influencia de las condiciones de secado en la calidad y el rendimiento del aceite de la semilla de papaya trabajando distintos ensayos a temperaturas que variaron entre los 40 a 100 °C. Allí se demostró que se obtuvo un máximo rendimiento de aceite y una optimización del proceso secando las semillas a 70 °C.

El proceso de secado de semillas de Neem (*Azadirachta indica*) se realizó en un secador de charolas de la marca Generatoris, serie GEN-0512-250 y modelo PS- SE- 001 / PE que cuenta con un ventilador con motor de velocidad variable y potencia de 0.25 HP, un túnel de secado fabricado en acero galvanizado con cubierta aislante para evitar pérdidas por calor, un juego de resistencias eléctricas con perilla de regulación de potencia con capacidad de calentamiento de hasta 150 grados centígrados y una balanza electrónica

interconectada a las charolas para medir de forma directa el peso de la muestra.

En el proceso se midió la temperatura a la entrada del ducto de secado ( $T_1$ ), a la entrada de la cámara de secado ( $T_2$ ) y a la salida de la cámara de secado ( $T_3$ ). Así mismo se midió la humedad relativa (HR), la velocidad del aire (VA) y el peso de la muestra (PM)

Posterior al secado, las muestras fueron pesadas y empacadas para posteriormente ser llevadas al baño ultrasónico Branson Series modelo M3800H que cuenta con una potencia de sonicación de 40 kHz de transducción industrial y un temporizador mecánico con capacidad para 60 minutos.

Sobre las muestras, se aplicaron los tratamientos dispuestos en la tabla 1, en la que se propusieron nueve tratamientos en los que la frecuencia sónica del ultrasonido se mantuvo constante a 40 kHz, mientras que la temperatura y el tiempo de exposición variaron.

Tabla 1. Tratamiento y variables de la aplicación de ultrasonido.

Tratamientos	Frecuencia KHz	Temperatura °C	Tiempo Min
Control	NA	NA	NA
1	40	30	20
2	40		30
3	40		40
4	40	40	20
5	40		30

6	40	50	40
7	40		20
8	40		30
9	40		40

**B. Extracción sólido-líquido.** Al terminar los pre-tratamientos, las muestras fueron llevadas al equipo de extracción sólido-líquido por lixiviación empleando n-hexano como disolvente orgánico.

Las extracciones fueron realizadas en el equipo para estudio de extracción sólido-líquido modelo PS-SL-005/PE marca Generatoris que cuenta con un hervidor para solvente con capacidad de 5 litros, una mantilla de calentamiento eléctrico en el hervidor con control de temperatura, una columna de evaporación empacada y un extractor sólido líquido en cuyo interior se encuentra una canastilla para el producto sólido.

**C. Rotavaporación y caracterización de la muestra.** Al retirar los productos obtenidos del proceso extractivo, estos fueron separados del disolvente mediante un rotavapor marca Buchi de referencia R-215 con una presión de separación de 233 mbar y una rotación de 100 rpm.

Los aceites extraídos fueron caracterizados mediante la medición de densidad, índice de refracción, índice de saponificación, índice de yodo, índice de acidez e índice de peróxidos de cada muestra, aplicados por

los métodos estándar de la Norma Técnica colombiana.

D. **Decantación.** Posterior al proceso de rotavaporación, cuando la muestra de aceite de neem entra en reposo se da la formación de emulsiones de agua- aceite conocidas como lodos, las cuales deben ser separadas del aceite extraído mediante una decantación simple, en la que por gravedad los lodos formados descienden a la base del decantador y son retirados por una válvula esmerilada. Según Bernal, (1991) los lodos formados obedecen a la aparición de emulsiones que se encuentran estables dentro del aceite obtenido y corresponde al arrastre de almidones, pectinas, restos de

semilla y cotiledón que por gravedad descienden al fondo del recipiente que lo contiene. Para evaluar las diferencias entre los valores de las pruebas aplicadas se realizará el análisis de varianza ANOVA de un diseño de dos factores con tres niveles cada uno, que permita establecer estadísticamente el tratamiento que presente una diferencia significativa por medio del programa Statgraphics. Los datos obtenidos serán representados gráficamente para establecer el comportamiento de los tratamientos y seleccionar de cada uno de ellos, la muestra que evidencie el mayor efecto del ultrasonido.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

---

### **A. Caracterización físico química de las semillas de Neem (*Azadirachta indica*)**

En cuanto a la caracterización física, se evidencio que la estructura externa del fruto, varía con respecto a la de la semilla en la medida en que al retirar la cáscara y la pulpa, el tamaño y peso de la semilla no es proporcional al tamaño de la fruto completo.

De las semillas evaluadas, se determinó que pueden alcanzar un peso máximo de 0.5429 g, un peso mínimo de 0.2679 g. y un

peso promedio de 0,3749 g. Se evidenció una desviación estándar de 0,05 dada la variabilidad del peso de las semillas en el total de semillas muestreadas aun cuando se seleccionaron frutos homogéneos y de calidad como se requería en la investigación.

Este amplio rango de datos en esta característica física, no resulta determinante en la calidad de la muestra y la variabilidad no afecta los procesos posteriores, pero si podemos establecer que en el fruto del árbol neem, las

características externas del mismo no son precisamente un indicador confiable de las condiciones internas de la semilla, sin embargo los daños causados en el fruto por factores externos o madurez fisiológica, si afectan la integridad, conservación y aprovechamiento de la semilla. Con respecto a la longitud de la semilla, se presentó una desviación estándar de 0,418 con valores máximos y mínimos de 3,98 mm y 2,09 mm respectivamente, mientras que la desviación estándar del ancho es de 0,3376 con valores máximos y mínimos de 1,34 mm y 0,11 mm respectivamente. Dada la relación largo y ancho de la semilla, esta corresponde a la forma elipsoidal que presenta, en la medida en que la longitud tiende a ser muy amplia en relación al ancho.

Pese a la variabilidad de los datos se considera que las semillas son consistentes en esta característica, sin embargo los datos obtenidos no presentan una relación de proporcionalidad entre estas dimensiones, es decir, que altos valores en la longitud no necesariamente significan que por ende haya altos valores en el ancho o viceversa.

La tabla 2, se establece la caracterización química de la semilla que presenta una humedad promedio de 10,8 % con una desviación estándar de 0,3 lo que indica

que puede ser almacenada bajo condiciones controladas evitando alteraciones composicionales por la presencia de microorganismos.

El contenido promedio de cenizas fue del 4,4 % lo que se asocia a un alto contenido de minerales que de acuerdo a Romero y Vargas, (2005), pueden ser macro elementos como el cobre, zinc y manganeso o micro elementos como potasio, calcio, magnesio, fósforo, azufre, nitrógeno y hierro.

**Tabla 2.** Caracterización química de la semilla

Composición química de la semilla						
Parámetro	M1	M2	M3	M4	Media	DS T
	Porcentaje					
Carbohidrato	10,9	15,7	12,3	11,7	12,7	1,8
Cenizas	3,6	4,2	5,3	4,5	4,4	0,6
Extracto etéreo	1,7	1,9	1,6	1,7	1,7	0,1
Fibra cruda	39,5	31,5	34	33,6	34,7	3,0
Humedad	10,7	10,5	11,2	10,9	10,8	0,3
Proteínas	21,8	19,3	20,6	20,9	20,7	0,9

El porcentaje promedio de proteína fue del 20,7 %, valor que muestra estar por debajo de datos reportados por Kamalu y Uko, (2008) en los que el porcentaje de proteína alcanzó el 29,7 % en muestras obtenidos de semillas de árboles de neem cultivados en Nigeria. Así mismo, los porcentajes de proteína obtenidos son menores que los

alcanzados en la investigación de Romero y Vargas, (2005), los cuales alcanzaron un promedio del 21,8 % en semillas de árboles de neem que crecen en Venezuela.

Por otra parte, el porcentaje promedio de fibra cruda de la muestra analizada fue del 34,7 %, y el porcentaje promedio de carbohidratos fue del 12,7 %, valores que difieren de los obtenidos por Hidalgo, (2002) en los que se alcanzó un porcentaje de fibra cruda del 26 % y un porcentaje promedio de carbohidratos del 38 %. El porcentaje promedio de extracto etéreo fue del 1,7 % muy similar a los datos reportados por Romero y Vargas, 2005

### **B. Condiciones de secado para la semilla de Neem**

El secado de las semillas de neem se realizó por un periodo de tiempo promedio de 8,75 horas en las se realizó un control del proceso cada 10 minutos para establecer los datos de tiempo versus peso, además de los valores registrados en la tabla 3, donde se relacionan los promedios obtenidos en las cuatro repeticiones.

**Tabla 3.** Datos promedio de las condiciones de secado.

Secado	Tiempo Horas	T <sub>1</sub> °C	T <sub>2</sub> °C	T <sub>3</sub> °C	HR %	VA m/s
<b>Secado 1</b>	8,7	53,3	69,4	60,8	11,6	2,8

<b>Secado 2</b>	8,5	54,9	69,4	59,4	12,6	2,8
<b>Secado 3</b>	9	52,1	68,8	60,9	11,7	2,7
<b>Secado 4</b>	8,8	52,7	70,3	62,4	9,3	2,8
<b>Promedio</b>	8,75	53,2	69,5	60,9	9,0	2,8

Durante los ensayos de secado, se registró una pérdida de peso promedio del 47 % que se dio paulatinamente en la medida en que el secado convectivo evaporaba el agua presente en la semilla.

En el momento en que la disminución de peso se detuvo el proceso de secado se dio por terminado. Así mismo se registró un rendimiento promedio en peso del 53 % de semilla seca.

Al finalizar el secado se realizó una prueba de humedad de las semillas para establecer su porcentaje, datos que se registraron en la tabla 4 y se compararon con los valores iniciales de la humedad de la semilla en cada secado. De allí se pudo establecer que se perdió un 61 % de humedad promedio.

**Tabla 4.** Porcentaje de humedad de semillas secas.

Prueba	S <sub>1</sub>	S <sub>2</sub>	S <sub>3</sub>	S <sub>4</sub>	Pro m	Desv .
Humedad Inicial	10,7	10,5	11,2	10,9	10,8	0,3
Humedad final	5,45	5,26	6,06	5,59	5,6	0,3
Humedad perdida	58 %	55 %	68 %	61 %	61%	



### C. Análisis estadístico

De los tratamientos aplicados se estableció que el tratamiento 6, donde se aplica ultrasonido a 40 °C por un periodo de tiempo de 40 minutos se evidencia la obtención de mayor cantidad de aceite en comparación a los otros tratamientos propuestos. De acuerdo a la tabla 5 se cuantifican los ml de aceite extraído en cada tratamiento.

**Tabla 5.** Cantidad de aceite extraído sin lodos en cada tratamiento

Tratamientos	Aplicación de ultrasonido		Cantidad en mL de aceite extraído en mL		
	°C	Tiempo Minutos			
Control	0	0	0,99	1,49	0,58
1	30	20	1,81	1,1	2,31
2		30	2,71	3,89	1,05
3		40	1,35	2,36	4,81
4	40	20	5,36	1,35	3,93
5		30	2,37	6,67	4,32
6		40	7,87	8,73	8,18
7	50	20	3,5	3,98	3,97
8		30	3,76	3,76	3,98
9		40	3,86	3,76	3,74

Para realizar el análisis estadístico de los datos obtenidos en el desarrollo de la investigación, se estableció un diseño experimental con una Anova en la que intervienen dos factores incidentes en la aplicación del ultrasonido: temperatura y tiempo. Este tipo de diseño se estableció con el fin de determinar si se presentaba una diferencia significativa entre los tratamientos propuestos que representara

un nivel de confianza del 95 %. Los datos fueron ingresados al programa Statgraphics, en el que se evaluó el comportamiento de los tratamientos frente a cantidad en ml de aceite obtenido.

En la tabla 6 se relaciona el análisis de varianza para ml - suma de cuadrados tipo III en el que todas las razones-F se basan en el cuadrado medio del error residual.

**Tabla 6.** Análisis de varianza para ml - suma de cuadrados tipo III.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón -F	Valor -P
Efectos Principales					
A:tiempo	17,618	2	8,80898	5,42	0,0144
B:temperatura	41,7229	2	20,8615	12,84	0,0003
Interacciones					
AB	21,8639	4	5,46596	3,36	0,0319
Residuos	29,2445	18	1,6247		
Total (corregido)	110,449	26			

Los valores-P que se relacionan en la tabla 6, prueban la significancia estadística de cada uno de los factores, puesto que los factores tiempo, temperatura y su interacción poseen un nivel de significancia menor al 0.05; estos factores tienen un efecto estadísticamente significativo sobre los ml con un 95,0 % de nivel de confianza.

Así mismo en la tabla 7, se evidencia que en los tres grupos homogéneos en los que se relacionó la variable tiempo igual a 20, 30 y 40 minutos de exposición al

ultrasonido, el factor que presenta diferencia significativa es a 40 minutos, dado que los otros dos niveles evaluados son estadísticamente no significativos.

**Tabla 7.** Pruebas de múltiples rangos para ml por tiempo. Método: 95,0 porcentaje LSD

t (min)	Casos	Media LS	Sigma LS	Grupos Homogéneos
20	9	3,03444	0,424879	X
30	9	3,61222	0,424879	X
40	9	4,96222	0,424879	X
Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites	
20 - 30		-0,577778	1,26238	
20 - 40	*	-1,92778	1,26238	
30 - 40	*	-1,35	1,26238	

\* indica una diferencia significativa.

En la casilla donde se señala con un asterisco, indica que estos pares muestran diferencias estadísticamente significativas con un nivel del 95,0 % de confianza.

El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5,0 % al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

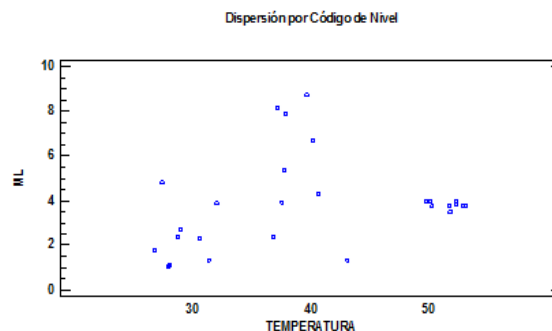
**Tabla 8.** Pruebas de múltiple rangos para ml por temperatura. Método: 95,0 porcentaje LSD

°T	Casos	Media LS	Sigma LS	Grupos Homogéneos
30	9	2,37667	0,424879	X
50	9	3,81222	0,424879	X
40	9	5,42	0,424879	X

\*Indica una diferencia significativa

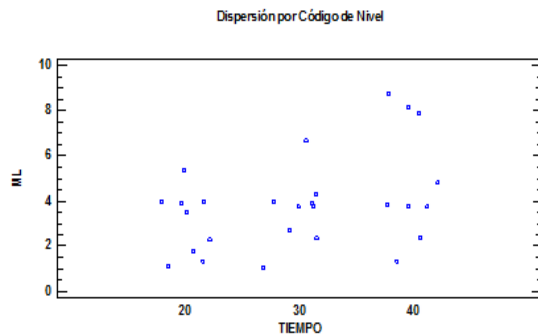
Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
30 - 40	*	-3,04333	1,26238
30 - 50	*	-1,43556	1,26238
40 - 50	*	1,60778	1,26238

En la tabla 8, se evidencia que en los tres grupos homogéneos en los que se relacionó la variable temperatura igual a 30, 40 y 50 grados centígrados de exposición al ultrasonido se presenta una diferencia significativa entre todos los niveles pero para la temperatura de 40 °C se presenta la mayor incidencia de la variable en la extracción de aceite.



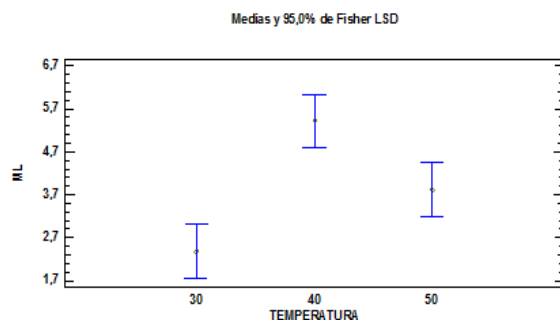
**Figura 1.** Dispersión por código de nivel para temperatura.

En la figura 1 se presenta la dispersión por código de nivel y se sugiere que hay una diferencia de temperatura en la extracción de aceite, pero la temperatura de 40°C es donde se presentó la mayor extracción.



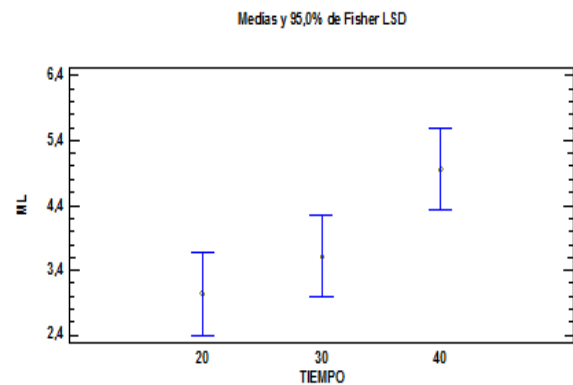
**Figura 2.** Dispersión por código de nivel para tiempo

En la figura 2 se presenta la dispersión por código de nivel y se sugiere que hay una diferencia de temperatura en la extracción de aceite, pero la temperatura de 40 minutos es donde se presentó la mayor extracción.



**Figura 3.** Medias de Fisher LSD en la variable tiempo

En la figura 3 se evidencia que el intervalo para el tiempo de 40 minutos no se traslapa con los intervalos de los otros tiempos asignados a los tratamientos, lo que indica que es significativamente diferente de todos los demás.



**Figura 4.** Medias de Fisher LSD en la variable temperatura

En la figura 4 se evidencia que el intervalo para la temperatura de 40 °C no se traslapa con los intervalos de las otras temperaturas asignadas a los tratamientos, lo que indica que es significativamente diferente de todas las demás.

#### ***D. Caracterización del aceite obtenido***

El aceite obtenido del tratamiento 6, por presentar mayor diferencia significativa en el rendimiento de la extracción, fue llevado a la realización de pruebas de caracterización que permitieron establecer su comportamiento químico evaluando los parámetros de densidad, índice de

refracción, índice de acidez, índice de saponificación, índice de yodo e índice de peróxido determinando sus valores de acuerdo a la tabla 9.

**Tabla 9.** Caracterización del aceite de Neem

Propiedades	Valor
Densidad a 20°C	0,87
Índice de Refracción	1,449
Índice de Acidez ( mg KOH/g. muestra)	9,86
índice de Saponificación ( mg KOH/g. muestra)	171,32
índice de Peróxido (meqO <sub>2</sub> / Kg muestra)	3,85
índice de yodo (g. yodo/100 g. muestra)	67

La densidad del aceite de neem presenta un valor de 0,87 g/cm<sup>3</sup> frente a valores de densidad registrados por Falasca y Bernabé (2010), de 0,91 g/cm<sup>3</sup>. La variabilidad en los resultados obtenidos en la medición de la densidad puede obedecer a factores como la temperatura.

El índice de acidez registrado fue de 9,86 Mg KOH/g aceite, frente a valores de 21,7 Mg KOH/g aceite registrados por Romero y Vargas, 2005 en su investigación, lo que establece que el grado de descomposición lipolítica de la muestra de aceite de Neem del tratamiento 6 es más baja en comparación a los estudios realizados por los autores citados. Sin embargo es claro que en la medida que transcurra del tiempo, la acidez del aceite de neem tenderá a

aumentar por el deterioro natural de la muestra, influenciada por factores ambientales como la humedad relativa y la temperatura ambiente lo que progresivamente producirán hidrólisis de los ácidos grasos libres.

El índice de saponificación de la muestra de aceite de neem evaluada presentó un valor de 171,32Mg KOH/g aceite frente a los valores promedio de 191,18 Mg KOH/g aceite registrado por Oñate y Quintero (2008). El índice de saponificación nos establece la cantidad en mg de KOH necesaria para producir la hidrólisis alcalina de un triglicérido de la muestra de aceite de neem correspondiente al tratamiento 6. Esto nos permite establecer que el bajo índice de saponificación del aceite de neem evaluado lo hace susceptible a saponificar más rápidamente en presencia de un álcali produciendo glicerol y sales de ácidos grasos.

El índice de refracción registrado en la investigación nos muestra valores promedio de 1,449 a una temperatura de 20 °C. En la investigación realizada por Hidalgo, 2002, se obtuvieron valores similares de 1.453 registrados a la misma temperatura. El índice de refracción de una sustancia dada varía con la longitud de onda del rayo de luz refractado y con la temperatura. Salvo indicación contraría el índice de refracción

viene referido a la longitud de onda correspondiente a la línea D 589,3 nm de la luz del sodio, y a una temperatura de 20 °C.

El índice de peróxido alcanzado fue de 3,85 MeqO<sub>2</sub> / Kg de aceite, muy similar a los resultados obtenidos por Romero y Vargas, (2005) en los que se alcanzaron valores de 3,9 MeqO<sub>2</sub> / Kg de aceite. El índice de peróxido presentó niveles relativamente más bajos que el registrado por los autores citados los que nos indica un menor nivel de rancidez oxidativa y un nivel inferior de formación de hidroperóxidos lo que nos permite establecer que el proceso de enranciamiento no ha iniciado en la muestra analizada y que el aceite de neem extraído presenta una frescura característica de un producto recién obtenido que aún no presenta deterioro composicional.

El índice de yodo en la muestra analizada presentó valores de 67 g yodo/100 g aceite, valor igual al registrado por los autores Romero y Vargas, 2005, los cuales resultan congruentes en relación a la densidad y el índice de refracción registrados, datos que dan cuenta del grado insaturación de los ácidos grasos presentes en la muestra de aceite de neem analizada.

El grado de insaturación del aceite es importante, en primer lugar, porque está

relacionado con el punto de fusión del aceite. A mayor cantidad de insaturaciones, el punto de fusión del aceite será menor. Sin embargo, como los aceites naturales están compuestos por diversos ácidos grasos (saturados e insaturados) con distintos puntos de fusión, ellos solidifican en realidad en un rango amplio de temperaturas, (Castro *et al.*, 2007).

### ***E. Cromatografía de perfil de ácidos grasos***

El perfil de ácidos grasos del aceite de Neem, permitió establecer la forma en como el contenido de ácidos grasos saturados, insaturados, mono insaturados y poliinsaturados podría inferir en un posible proceso de transformación de biodiesel y la forma en como estos porcentajes de ácidos grasos incidirían en su calidad.

El aceite de neem resultante del tratamiento ultrasónico número 6, en el que se combinaron las variables temperatura y tiempo a 40 °C por 40 minutos respectivamente, fue llevado a un análisis de cromatografía de gases.

La prueba para establecer el perfil de ácidos grasos fue realizada en el laboratorio de análisis instrumental y físico-químico Aval químicos S.A.S de la ciudad de Cali, análisis realizados bajo los protocolos establecidos por la AOCS (American Oil

Chemists Society) en el método CE 1-62 aplicable a ésteres metílicos de ácidos grasos que tienen átomos de carbono de 8 a 24, característicos en grasas animales, aceites vegetales, aceite marinos y ácidos grasos después de su conversión a metil ésteres. Los protocolos aplicados permitieron identificar el tipo de ácidos grasos presentes en el aceite y el porcentaje en el que se encuentran, información que se detalla en la tabla 10 donde se evidencian los datos arrojados por la cromatografía y se puede establecer cuales ácidos grasos específicos hacen parte de la muestra analizada.

**Tabla 10.** Cromatografía de perfil de ácidos grasos

Análisis	Unidad	Resultados	Método
Butírico c4:0	%	0.00	A.O.C.S. CE 1-62
Caproico C6:0	%	0.00	A.O.C.S. CE 1-62
Caprilico C8:0	%	0.00	A.O.C.S. CE 1-62
Caprico C10:0	%	0.00	A.O.C.S. CE 1-62
Laurico C12:0	%	0.02	A.O.C.S. CE 1-62
Mirístico C14:0	%	0.08	A.O.C.S. CE 1-62
Pentadecanoico C15:0	%	0.01	A.O.C.S. CE 1-62
Palmítico C16:0	%	18.74	A.O.C.S. CE 1-62
Palmitoleico C16:1n-7	%	0.12	A.O.C.S. CE 1-62
Heptadecanoico C17:1n-7	%	0.13	A.O.C.S. CE 1-62
Heptadecenoico C17:1N-7	%	0.02	A.O.C.S. CE 1-62

Estearico C18:0	%	16.92	A.O.C.S. CE 1-62
Oleico C18:1n-9	%	43.89	A.O.C.S. CE 1-62
Linoleico C18:1n-9	%	17.35	A.O.C.S. CE 1-62
Linolenico C18:3n-3	%	0.88	A.O.C.S. CE 1-62
Heneicosanoico C21:0	%	0.00	A.O.C.S. CE 1-62
Araquídico C20:0	%	1.33	A.O.C.S. CE 1-62
Gadoleico C20:1n-9	%	0.39	A.O.C.S. CE 1-62
Behenico C22:0	%	0.12	A.O.C.S. CE 1-62
Eurico C22:1n-9	%	0.00	A.O.C.S. CE 1-62
Lignocerico C24:0	%	0.00	A.O.C.S. CE 1-62
Otros	%	0.00	A.O.C.S. CE 1-62
Grasa insaturada	%	<b>62.65</b>	A.O.C.S. CE 1-62
Grasa saturada	%	<b>37.35</b>	A.O.C.S. CE 1-62
Grasa mono insaturada	%	<b>44.42</b>	A.O.C.S. CE 1-62
Grasa poli insaturada	%	<b>18.23</b>	A.O.C.S. CE 1-62
Omega 3	%	<b>0.88</b>	A.O.C.S. CE 1-62
Omega 6	%	<b>17.35</b>	A.O.C.S. CE 1-62
Omega 9	%	<b>44.27</b>	A.O.C.S. CE 1-62

Además en el análisis de cromatografía de gases, se destaca la presencia de los ácidos grasos oleico con el 43,89 %, palmítico con 18,74 %, linoleico con el 17,35 %, esteárico con el 16,92 % y araquídico con un 1,33 %. Asimismo se evidencia el bajo porcentaje de ácidos grasos saturados que alcanza el 37.35 % en el aceite de neem, al igual que el alto porcentaje de

ácidos grasos insaturados que fue del 62.65 %. Estos porcentajes tienen un efecto directo en la calidad del biodiesel dado que determinan su comportamiento químico, estabilidad en altas y bajas temperaturas, condiciones de manipulación, almacenamiento y operaciones de mezclado con otras sustancias necesarias para optimizar su uso, sin embargo no hay una regla general que permita determinar cuáles deben ser los porcentajes de ácidos grasos saturados e insaturados en un aceite que piense destinarse a la producción de biodiesel puesto que hay una contradicción entre las dos propiedades más importantes de la calidad del biodiesel que son la estabilidad oxidativa y las propiedades de baja temperatura. De acuerdo a Santos, (2012) los ácidos grasos, principales responsables de influir en estas propiedades, se relacionan inversamente. Los ácidos grasos saturados contribuyen para un biodiesel con buena estabilidad oxidativa, mientras que empeoran las propiedades a bajas temperaturas, mediante el aumento de los puntos de obstrucción del filtro frío, la nube y fluidez.

En la tabla 11, se hace una comparación entre el perfil de ácidos grasos del aceite de neem obtenido con pre-tratamiento con ultrasonido en la presente investigación, frente a las realizadas por los Romero y

Vargas (2005) y López, 2012, investigaciones en las que se realizó la extracción de aceite de Neem con hexano como solvente pero sin la aplicación de ultrasonido.

**Tabla 11.** Análisis comparativo de perfil de ácidos grasos con y sin ultrasonido.

Análisis	Con ultrasonido (%)	Sin ultrasonido (%) Romero y Vargas, 2005	Sin ultrasonido (%) López, 2012
Butírico c4:0	0.00	-	-
Caproico C6:0	0.00	-	-
Caprilico C8:0	0.00	-	-
Caprico C10:0	0.00	-	-
Laurico C12:0	0.02	-	-
Mirístico C14:0	0.08	0.12	-
Pentadecanoico C15:0	0.01	1.45	-
Palmitico C16:0	18.74	19.70	18.81
Palmitoleico C16:1n-7	0.12	0.17	-
Heptadecanoico C17:1n-7	0.13	-	-
Heptadecenoico C17:1N-7	0.02	-	-
Estearico C18:0	16.92	20.44	17.69
Oleico C18:1n-9	43.89	36.96	40.80
Linoleico C18:1n-9	17.35	14.02	21.19
Linolenico C18:3n-3	0.88	0.39	1.51
Heneicosanoico C21:0	0.00	-	-
Araquidico C20:0	1.33	1.50	0.00
Gadoleico C20:1n-9	0.39	-	-
Behenico C22:0	0.12	0.21	-
Eurico C22:1n-9	0.00	-	-
Lignocericico C24:0	0.00	-	-
Otros	0.00	-	-
Ácidos grasos saturados	<b>37.35</b>	<b>41.23</b>	<b>36.5</b>
Ácidos grasos insaturados	<b>62.65</b>	<b>56.79</b>	<b>63.5</b>

En la tabla 11, se puede evidenciar que el uso del ultrasonido disminuye el porcentaje

en la obtención de ácidos grasos mirístico, pentadecanoico, palmítico, palmitoleico, araquídico y behénico que pertenecen al grupo de ácidos grasos saturados. Así mismo, el ultrasonido aumenta el porcentaje en los ácidos grasos oleico que pertenece al subgrupo de los ácidos grasos mono insaturados y los ácidos grasos linoleico y linolénico que pertenecen al subgrupo de ácidos grasos poliinsaturados.

En la investigación realizada por López, (2012), se puede evidenciar que los ácidos grasos palmítico, esteárico, oleico, linoleico y linolénico pertenecientes al grupo de grasas saturadas, registran un mayor porcentaje en la obtención en comparación con el extraído con pretratamiento con ultrasonido. El ácido graso araquídico, presenta un porcentaje inferior al obtenido en el tratamiento en el que se aplicó el ultrasonido.

El aceite de neem pre-tratado con ultrasonido y extraído con hexano por método sólido-líquido por lixiviación, presenta características que favorecen su utilización para la producción de biodiesel en cuanto a que posee un porcentaje de ácidos grasos saturados e insaturados en equilibrio de acuerdo a sus propiedades físico-químicas y composicionales. El uso de ultrasonido no presenta incidencia en estos aspectos por cuanto la condición de

calidad del aceite de neem para la producción de biodiesel sería la misma si se elaborara a partir de aceite de neem con o sin pre-tratamiento con ultrasonido.

La composición de los ácidos grasos en aceites de origen vegetal para la obtención de un biodiesel ideal que satisfaga las propiedades de estabilidad oxidativa y que tenga propiedades químicas óptimas a baja temperatura, se encuentra en función del perfil de ácidos grasos del aceite empleando para su elaboración, de tal manera que la actualidad se están estudiando los parámetros que permitirían establecer cuáles son los factores más importantes que inciden en la obtención de un biodiesel de buena calidad.

Así mismo el aceite de neem analizado durante la investigación disminuyó el índice de yodo característico para este tipo de aceite, efecto atribuido al uso del ultrasonido, aspecto que daría mayor estabilidad al biodiesel permitiendo que este sea almacenado por un mayor periodo de tiempo sin sufrir alteraciones en sus características físico-químicas y su comportamiento como combustible.



## CONCLUSIONES

---

El proceso de secado convectivo que se llevó a cabo en la semilla de neem permitió establecer que para alcanzar la reducción de entre el 55 % al 68 % de humedad en la semilla, se debe realizar un secado a una temperatura promedio de 70 °C con una velocidad del aire de 2,8 m/seg por un tiempo de secado de aproximadamente de 8,7 horas, periodo después del cual la muestra conserva un peso constante en el que se detiene la pérdida de humedad.

En el proceso de obtención de aceite de neem, se evidencia la formación de lodos 24 horas después de la extracción, donde el tratamiento control en la etapa de decantación presentó la cantidad de lodos más bajo de un 7 %, con respecto a los tratamientos a los que se aplicó ultrasonido con variaciones ente el 11 % al 56 %, lo que evidencia que al aplicar ultrasonido se da una interacción entre las propiedades físicas y químicas dentro de la semilla favoreciendo la liberación de compuestos, dado que se determinó teóricamente que lodos correspondían a almidones y pectinas que por gravedad descienden al fondo del recipiente que lo contiene.

La aplicación de la tecnología emergente como el ultrasonido demostró que tiene un efecto en las semillas de Neen para obtener mayor rendimiento en la extracción de aceite por

lixiviación, debido a que los datos de rendimientos consultados sin utilizar una técnica que favoreciera la extracción se encontraron en un rango de 10,31 % - 12,24 %, pero en el desarrollo de esta investigación se logró llevar la cantidad de aceite extraído hasta un 17,6 % combinando las variables temperatura y tiempo en la aplicación de ultrasonido. Con lo anterior se logra determinar que se cumple la hipótesis alternativa planteada en la investigación, dado que se estableció que varios de los pre-tratamientos con ultrasonido aplicados presentaron incidencia en la cantidad de aceite extraído, pero solo el tratamiento seis presentó una diferencia significativa entre los grupos de estudio.

El perfil lipídico del aceite que presentó diferencia significativa en la extracción por lixiviación, mostró la obtención de porcentajes de ácidos grasos saturados e insaturados similares a la de aceites obtenidos sin haber pre-tratado la semilla con ultrasonido, lo que establece que se encuentran dentro de los rangos normales para aceites obtenidos de la semilla de neem y a su vez demuestra que el uso del ultrasonido no tiene incidencia en la aptitud del aceite para la producción de biodiesel pero si mejora de manera sustancial el rendimiento del mismo.

## RECOMENDACIONES

---

El secado convectivo resulto ser un método eficiente para el secado de las semillas de neem, pero el largo periodo de tiempo de secado requerido no lo hace rentable, por lo consiguiente se recomienda la realización de un secado por radiación solar para disminuir costos y obtener resultados similares.

Es recomendable que en procesos extractivos se conozca todos los aspectos relacionados con las características y comportamiento químico de las sustancias y solventes a emplear, esto con el fin de buscar estrategias que permitan minimizar su uso y por ende los daños ambientales derivados del manejo y vertimiento de sustancias químicas. Para convertir las extracciones en procesos amigables con el medio ambiente.

Se recomienda evaluar la eficiencia del método de extracción por lixiviación utilizado diferentes solventes extractores, bajo la metodología tratada en estudio y de esta manera poder establecer si presente un solvente que puede extraer más cantidad de aceite de las semillas de neem.

Para futuras investigaciones en las que se evalúe el efecto del ultrasonido en un proceso de transformación de biomasa vegetal, se recomienda emplear un programa estadístico que permita la aleatorización de la

combinación de las variables a evaluar para establecer los tratamientos, de modo tal que se establezca de forma más clara la relación causa-efecto entre variables y procesos.

En extracciones donde se utiliza semilla de Neem se recomienda tener en cuenta la formación de lodos para el porcentaje de rendimiento de aceite, además de que determine con pruebas de laboratorio su composición, para poder continuar con estudios que permiten obtener metabolitos secundarios que sean materia prima base para otros procesos.

Se recomienda que el aceite obtenido mediante pre-tratamientos con ultrasonido y bajo las condiciones de extracción implementadas en la presente investigación, sea evaluado más profundamente después de la obtención, con el fin de determinar parámetros que determinen su estabilidad, vida útil, condiciones de almacenamiento y conservación.

Sería importante estudiar las propiedades de otras partes del árbol Neem con el fin de ampliar la investigación, buscando compuestos químicos extractivos que permitan potencializar e industrializar el uso de este árbol en Colombia.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

- Bernal, G. (1991) Descripción general del proceso eficiente de clarificación del aceite de palma y de sus condiciones de operación, *Plamas*, pp. 112-115.
- Campo V. Yesenia y Gélvez O. Víctor M. (2013). Efecto de la termosonicación sobre las propiedades fisicoquímicas del hongo comestible (*Pleurotus ostreatus*) fresco empacado al vacío. BISTUA: Revista de la Facultad de Ciencias Básicas. ISSN 0120-4211. Volumen 9 N° 2. Pp: 55 – 63.
- Castro, P., Coello, J., y Castillo, L., (2007), Opciones para la producción y uso del biodiesel en el Perú, Lima: Soluciones prácticas ITDG.
- Falasca, S. L. y Bernabé, M. A., (2010). El árbol del Neem: ¿aceite para Biodiesel o para Bioinsectida?, *NextFuel*, pp. 1-9.
- Hidalgo, M., (2002). Obtención del aceite de semilla de nim Por extracción de gasolina natural Estudio preliminar, Guayaquil: Univerisdad de Guayaquil, 2002.
- Kamalu, T., y Uko, O., (2008), Trend of food consumption and efficiency of broiler production with raw or heat-treated neem kernels, *Archivos de zootecnia*, pp. 489-496.
- López Gomar, M. M. Caracterización de la fracción lipídica extractable de la semilla del árbol de Neem (*Azadirachtin indica a. juss*) obtenida a nivel laboratorio por lixiviación, Guatemala: Universidad de San Carlos de Guatemala, (2012).
- Martinez, A (2001). Aceites esenciales, *Facultad de química farmaceutica*, pp. 1-34.
- Oñate, R., y Quintero, L., caracterización fisicoquímica de los extractos de la semilla del árbol de Neem (*Azadirachta Indica*) En El Departamento Del Cesar, Valledupar: Universidad Popular del Cesar, 2008.
- Padoin, D., Assumpc, D., Alucas, B., Eduardo, H. y Guilherme, L. (2016). [3:38:05 p. Convective drying of papaya seeds (*Carica papaya* L.) and optimization of oil extraction, *Industrial Crops and Products* , pp. 221-228.
- Pérez, A., Vitola, D.; Villarreal, J.; Noya Barreto, M.; Pérez Pérez Y.; Ramírez Sevilla, A.; Rangel Pérez, M. (2017). Actividad antimicrobiana de aceites esenciales de naranja dulce (*citrus sinensis*) y limón criollo (*citrus aurantifolia*) como control en el añublo bacterial de la panícula del arroz. Revista @limentech, Ciencia y Tecnología Alimentaría. ISSN:1692-7125. Volumen 15 N°2. Pp. 28 – 44
- Pua, R. Amparo L. y Barreto, G. R., Ariza, C. S. (2015). Extracción y caracterización de la

pectina obtenida a partir de la cáscara de limón Tahití (*citrus x latifolia*) en dos estados de maduración. Revista @limentech, Ciencia y Tecnología Alimentaria. ISSN 1692-7125. Volumen 13, N° 2, p.p. 180 – 194.

Púa R., Amparo L., Barreto R., Genisberto E., González A., Jessica., Acosta V., César. (2016). Composición nutricional de las hojas del silbadero (*geoffroea spinosa jacq*) del municipio de Tubará (atlántico). Revista@limentech, Ciencia y Tecnología Alimentaria. ISSN 1692-7125. Volumen 14, N° 1, p. 38 -48.

Romero, C. y Vargas, M. (2005). Extracción del aceite de la semilla de neem (*Azadirachta indica*), *Revista Ciencia vol 13*, pp. 464 – 474.

Romero B., Pedro E., y Gélvez Ordóñez Víctor M. (2013). Efecto de los campos magnéticos y el ultrasonido sobre la calidad microbiológica y las propiedades funcionales en una emulsión de carne de bufalo (*bubalus bubalis*). BISTUA: Revista de la Facultad de Ciencias Básicas. ISSN 0120-4211. Volumen 11 N° 1. Pp: 67 – 76.

Santos, E. (2012). Principales características de las materias primas utilizadas en la producción de biodiesel: la influencia del contenido y la concentración de los ácidos grasos. *Ingenium Revista de la Facultad de Ingeniería*, pp. 53-61.

Villamizar, R Parra, MLM (2015). Uso de Nanopartículas de plata en el control de microorganismos patógenos presentes en alimentos. Revista @limentech, Ciencia y Tecnología Alimentaria. ISSN 1692-7125. Volumen 13 N° 1. Pp: 54 – 59.