Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riiit.com.mx

Determinación del contenido de ácidos grasos libres de mezclas aceite de *Jatropha curcas* L.-ácido oleico: correlación entre señal del FTIR y concentración de ácidos grasos libres

Determination of free fatty acid content of *Jatropha curcas L*. oleic oil acid mixtures: correlation between FTIR signal and free fatty acid concentration

Velázquez-Rodríguez, F.[a], Ramírez-López, R.[a], Elizalde-Martínez, I.[b]*

[a] Instituto Politécnico Nacional; Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas; C.P. 07738, Ciudad de México, México.
[b] Instituto Politécnico Nacional; Centro Mexicano para la Producción más Limpia; C.P. 07340, Ciudad de México, México.
fervelroz@gmail.com; romanofskin2003@yahoo.com.mx; ielizaldem@gmail.com*

Innovación tecnológica: Relación funcional entre una técnica de caracterización directa y una indirecta para determinar el contenido de ácidos grasos libres en aceite vegetal.

Área de aplicación industrial: Producción más limpia, caracterización de materia prima para biocombustibles, cálculo de la conversión de triglicéridos.

Recibido: 03 marzo 2024
Aceptado: 08 octubre 2024

Abstract

The analysis of the content of free-fatty acids in a mixture of vegetable oil and oleic acid was carried out, using both the procedure indicated by NMX-F-101-SCFI-2012 standard and also by using the FTIR technique, in order to establish a relationship between both characterization techniques. Oil-acid mixtures were prepared by using *Jatropha curcas* L. oil and high purity oleic acid, by varying the concentration of oleic acid from 0 to ~50% by weight. Characterization was performed by titration using appropriate analytical reagents, whose normality was determined prior its utilization by the direct method. Characterization by FTIR was performed between 400 and 4000 cm^{-1}. The carbonyl group signals of the oil esters and free fatty acids were decoupled by deconvolution and analyzed. A linear relationship was found between the areas of the carbonyl group signals of the species obtained by deconvolution and the concentration determined by standard, with a coefficient of determination of 0.987.

Keywords: Free fatty acids, Vegetable oil, Deconvolution, Linear correlation.

Resumen

Se llevó a cabo el análisis del contenido de ácidos grasos libres en una mezcla de aceite vegetal y ácido oleico, utilizando tanto el procedimiento señalado por la norma NMX-F-101-SCFI-2012 como también utilizando la técnica FTIR con la finalidad de establecer una relación entre ambas técnicas de caracterización. Se prepararon las mezclas de aceite-ácido utilizando aceite de *Jatropha curcas* L. y ácido oleico de alta pureza, variando la concentración de ácido oleico desde 0 hasta ~50% peso. La caracterización se realizó por titulación usando reactivos analíticos. La caracterización por FTIR se realizó entre 400 y 4000 cm^{-1}. Las señales del grupo carbonilo de los ésteres del aceite y de los ácidos grasos libres se desacoplaron por medio de la desconvolución y se analizaron. Se encontró una relación lineal entre las áreas de las señales del grupo carbonilo de las especies obtenidas por desconvolución y la concentración determinada por norma, con un coeficiente de determinación de 0.987.

Palabras clave: Ácidos grasos libres, Aceite vegetal, Desconvolución, Correlación lineal.

I. Introducción

Los aceites vegetales están cobrando importancia, dado que además de ser fuente de alimentación se utilizan para procesar comida industrializada como las frituras y otros insumos (Hoyos, Herrera, Santos, 2021), para obtener biocombustibles (Torrentes, 2021) y otros productos de valor agregado relacionados; usando aceite en estado virgen o como desecho de cocción (Hoyos, Herrera, Santos, 2021).

Los biocombustibles se clasifican de acuerdo con la materia prima principal de donde se obtienen. Así, un biocombustible se considera de primera generación si se deriva de insumos alimenticios, tales como maíz o soya; son de segunda generación si provienen de semillas oleaginosas no de consumo humano, por ejemplo, aceite de *Jatropha curcas* L. o de higuerilla (Salinas y Gasta, 2009). En cambio, si el aceite se deriva de microorganismos tales como microalgas, entonces se consideran de tercera generación. La cuarta generación involucra especies genéticamente modificadas, cuya principal expresión es la producción de relación alta de hidrógeno a carbono (Torrentes, 2021).

Es importante mencionar que algunos insumos para producir biocombustibles a partir de aceites pueden provenir de origen no renovable o ser contaminantes, por lo cual una evaluación más exhaustiva de los biocombustibles hoy en día es necesaria para establecer sin lugar a dudas los beneficios ambientales, tomando en cuenta cada vez más factores y no solo la materia prima principal para determinar la sustentabilidad de los procesos (Gnansounou, Dauria, Villegas y Panichelli, 2009).

En México se tiene el potencial de utilizar aceite derivado de oleaginosas no destinadas al consumo humano para producir biocombustibles. Por el tipo de orografía, clima y producción, algunas especies como la *Jatropha curcas* L (López y Uc, 2020) han ganado atención de la comunidad científica y de emprendedores industriales (Rezende et al., 2021).

El aceite de *Jatropha curcas* L. se obtiene después de cuatro etapas, entre ellas:

i. El fruto de la *Jatropha curcas* L se cosecha de la planta vegetal.
ii. La semilla obtenida se le retira la cáscara de manera mecánica. Algunas

veces se requiere de un previo secado e incluso calentamiento para esta acción de descascarado.

iii. La siguiente etapa consiste en la extracción del aceite, que puede ser por dos vías principalmente: usando presión y temperatura (extracción mecánica), o usando un solvente como el etanol o hexano (extracción con solvente).

iv. Finalmente, el producto se refina y está listo para ser utilizado para procesos de conversión química, aunque en algunos procesos este cuarto paso se omite, convirtiendo directamente el aceite sin refinar en biocombustible (Kongkasawan y Capareda, 2012; Yate y col., 2020).

Durante las etapas de la extracción, y almacenamiento del aceite, éste puede sufrir una degradación de sus moléculas, ya que los enlaces llegan a romperse, principalmente de la cadena lateral que une los ácidos grasos, dando paso a la formación de los ácidos grasos libres (Hammond, 2003).

En la Figura 1 se muestra la fórmula semidesarrollada de un triglicérido particular, la trioleína, el cual contiene tres cadenas de ácidos grasos unidos a la estructura del glicerol.

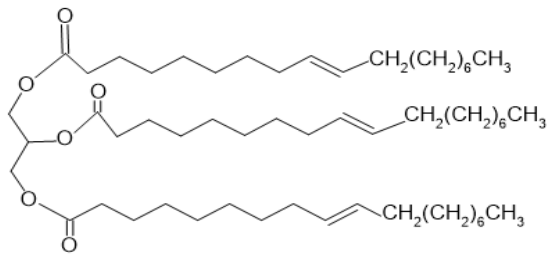


Figura 1. Fórmula molecular semidesarrollada de la trioleína.

El rompimiento de las cadenas del triglicérido se debe, entre otros factores, a las temperaturas a las cuales se someten las semillas durante el proceso de extracción, así como también a la reactividad intrínseca de las especies cuando el aceite se almacena durante mucho tiempo, aunado a los factores tales como la luz solar, atmosfera de aire, entre otros. Un aceite recién extraído contiene una menor concentración de ácidos grasos libres que el mismo aceite almacenado por varios meses (Hammond, 2003).

Otros problemas con el almacenamiento del aceite son principalmente el enranciamiento oxidativo, formando aldehídos, cetonas y ácidos de bajo peso molecular entre otros, lo cual da una característica peculiar u olor a rancio (Segurondo y Cortez, 2020).

Los aceites, pueden contener distintos grados de acidez (Hammond, 2003) que suele expresarse en función de una molécula específica tal como ácido oleico o palmítico, debido a que las cadenas laterales del triglicérido están compuestas en su mayoría por este tipo de sustituyentes (ASTM D5555-95, 2017). En realidad, cada triglicérido puede tener sustituyentes que difieran de los compuestos anteriores, sin embargo, su composición promedio sí puede representarse por los ácidos grasos libres mencionados anteriormente.

Los ácidos grasos libres (AGLs) son ácidos orgánicos, separados de la estructura del triglicérido (ver Figura 2). Un aceite sin refinar no solo contiene los triglicéridos y ácidos grasos libres sino otros compuestos típicos como diglicéridos y monoglicéridos además de metales y otros compuestos como los ésteres de forbol que aun en trazas pueden afectar la calidad del aceite y del biocombustible (Ahmed y Salimon 2009).

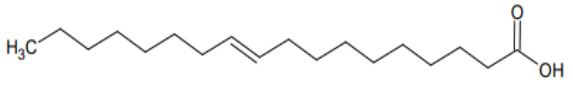


Figura 2. Fórmula semidesarrollada del ácido oleico.

Uno de los biocombustibles derivados de los aceites vegetales de segunda generación es el biodiésel, el cual se obtiene del proceso de transesterificación del aceite en ésteres metílicos o etílicos principalmente, utilizando además como segundo reactivo el metanol o etanol, respectivamente, un catalizador básico y condiciones de temperatura y tiempo entre 40 a 65 °C y 30 a 90 minutos, respectivamente. Otros procesos son posibles para obtener biodiesel, aunque presentan más inconvenientes que el proceso químico catalizado y considerado como homogéneo (Pinto et al., 2005).

Dependiendo si el aceite es prácticamente puro triglicérido o contiene bajas concentraciones de ácidos grasos libres, o si por el contrario su contenido de AGLs es mayor al 5%, es posible que el proceso catalítico homogéneo de transesterificación pueda llegar a ser ineficiente. Esto es, si la concentración de ácidos grasos libres es alta, entonces la probabilidad de interacción de estos ácidos con las especies catalíticas básicas se incrementa, llegando a realizarse una reacción de neutralización ácido-base, lo cual trae como consecuencia la pérdida del catalizador, por un lado, y por otro, da origen a especies que dificultan posteriormente la separación de los principales productos de la reacción de transesterificación (Pinto et al., 2005).

Otros procesos de obtención de combustible con potencial de escalarse a los grandes volúmenes, también se ven afectados por la presencia de ácidos grasos libres en la carga de alimentación (Di Vito Gallucci, Rossi, 2021). Por ejemplo, en el proceso de hidrotratamiento, la presencia de ácidos como intermediarios pueden dar origen a la formación de oligómeros, así como también pueden ocasionar la pérdida de sitios activos de los catalizadores heterogéneos por lixiviación (Sánchez-Anaya et al., 2021).

Por lo anterior, la presencia de ácidos grasos libres, tanto en aceites vírgenes como en aceites gastados es una variable importante por considerar para realizar o no la refinación de un aceite crudo o la purificación de un aceite gastado antes de someterlo a un proceso de conversión química para producir biocombustibles de manera selectiva.

Para la determinación de ácidos grasos libres se requiere de una caracterización que sea confiable, rápida y preferentemente económica. Las técnicas de análisis instrumental se aplican en análisis cuantitativos y cualitativos de compuestos en la industria y laboratorios, y por supuesto, se han aplicado en la determinación de ácidos grasos libres antes o después de que un aceite o grasa sea sometido a alguna reacción o proceso. Se han utilizado técnicas como la cromatografía, destilación simulada, espectrometría infrarroja y titulación para cuantificar la concentración de ácidos grasos libres, pero no se ha establecido aún una equivalencia entre por lo menos dos técnicas.

De manera normativa la titulación con hidróxido de sodio se utiliza para determinar la concentración de ácidos grasos libres en aceites (ASTM D5555-95). Analizar por medio de titulación tiene ciertas desventajas como la cantidad de reactivos y muestra necesarios, los residuos que genera, y el tiempo empleado en su ejecución.

Por otro lado, el uso de FTIR es una técnica no invasiva que puede permitir determinar el contenido de ácidos grasos libres en un aceite. La espectroscopia infrarroja es directa, no destructiva y no requiere valoración de los reactivos, además de que no perturba el proceso, porque requiere pocas cantidades de muestra y se lleva a cabo rápidamente. Desafortunadamente, las señales del triglicérido y del ácido pueden superponerse en el intervalo de número de onda de 1700 a 1750 cm^{-1} con lo cual no es posible

cuantificar el área bajos los picos correspondientes. Sin embargo, se pueden utilizar algoritmos matemáticos para separar las señales en el FTIR de triglicéridos y ácidos y esta manera cuantificar las concentraciones correspondientes.

El objetivo del presente trabajo es establecer una correlación entre las técnicas FTIR y titulación para la determinación de ácidos grasos libres presentes en aceite vegetal, teniendo la titulación como método de referencia, que permita validar el resultado de FTIR.

Por lo anterior, se desarrolla la cuantificación de ácidos grasos libres usando la norma ISO 660:2020 y la norma mexicana NMX-F-101-SCFI-2012; adicionalmente se aplica la técnica de FTIR auxiliándose de la desconvolución para resolver las señales correspondientes a los ácidos grasos libres y los triglicéridos y de esa manera realizar la cuantificación y correlación correspondiente.

II. Materiales y Métodos

Para este estudio se prepararon mezclas de aceite de *Jatropha curcas* L (JCL) y ácido oleico (AO) marca Sigma- Aldrich con un 99.8% de pureza. Las mezclas se prepararon adicionando de 0 a 50% en peso teórico de AO. Los porcentajes reales de AO en peso se registraron para cada mezcla. En cada caso se utilizaron pipetas Pasteur, puntas de pipeta y probetas para controlar la adición del aceite y ácido, así como una balanza analítica calibrada, marca SARTORIUS CP3245.

II.1 Titulación de las mezclas de AO- JCL

Se preparó y se valoró una solución de hidróxido de sodio 0.1 y 0.25 N que es la solución titulante de las mezclas problema, con una solución de ácido clorhídrico de normalidad 0.25 N conocida a través del método de carbonato de sodio anhidro (Orozco, 1989). Para lo anterior se utilizaron los siguientes reactivos:

- Indicador de fenolftaleína al 1%.
- Indicador de anaranjado de metilo al 0.1%.
- Alcohol etílico absoluto (CH_3CH_2OH) (Fermont, >99.7%).
- Hidróxido de sodio en escamas (J.T Baker, ~98%).
- Carbonato de sodio (Sigma- Aldrich, químicamente puro).
- Ácido clorhídrico (J.T Baker, 36.5 – 38%).
- Agua destilada (JT Baker, TOC 0.088 mg/L).

Se realizó la titulación de cada mezcla preparada, con base en la norma internacional ISO 660:2020 y la norma mexicana NMX-F-101-SCFI-2012, que establecen la relación en cuanto a la cantidad de reactivo que debe llevar cada titulación y los cálculos requeridos para obtener el porcentaje de ácidos grasos libres.

Registrados los volúmenes gastados de NaOH, se procedió a calcular el porcentaje de ácidos grasos libres utilizando la Ec. (1).

$$\%A = \frac{282 * V * N}{pm} \qquad \textbf{(Ec. 1)}$$

Donde:
$\%A =$ Porcentaje de ácidos grasos libres como ácido oleico.
$V =$ Solución valorada de hidróxido de sodio gastado en la titulación.
$N =$ Normalidad de la solución de hidróxido de sodio (eq/L).
$282 =$ Equivalente químico del ácido graso de referencia (oleico).
$pm =$ Masa de la muestra AO- JCL en gramos.

II.2 Caracterización de las mezclas JCL-AO por FTIR

Las mezclas de AO- JCL se analizaron a través de espectroscopia infrarroja por Transformada de Fourier utilizando un equipo IR 2 IluminatIR II JY Smiths dotado de un microscopio OLYMPUS BX41, en un intervalo de 400 a 4000 cm^{-1}, con resolución de 4 cm^{-1}.

Con este análisis se obtuvo un espectro específico para cada mezcla en términos de número de onda como abscisa y transmitancia como ordenada, compuesto por una secuencia de picos que permitieron cuantificar la presencia de AGLs.

En la espectroscopia infrarroja se establece que la concentración es proporcional a la cantidad de luz que se transmite o absorbe en una determinada longitud de onda (García, 2018). Esta interacción entre el analito y la radiación depende de la estructura de las moléculas presentes en la muestra, definida por sus grupos funcionales. Se seleccionó en intervalo de 1500 a 2000 cm^{-1} para el análisis de los espectros, región en donde se observan picos representativos de los lípidos, y específicamente se presenta el estiramiento del grupo carbonilo (C=O) (Mondragón, 2020) alrededor del valor de longitud de onda de 1744 cm^{-1} para el aceite, y en 1710 cm^{-1} para el ácido oleico.

II.3 Análisis de señales de FTIR por desconvolución

La convolución toma dos funciones elementales y genera una nueva que representa cómo interactúan entre sí (Llerena, 2008). Dentro de este análisis funcional, existe el término opuesto, y de interés, llamado Desconvolución, que consiste en descomponer dos señales que han sido degradadas por un proceso físico, en este caso, una mezcla.

Las señales o picos en las longitudes de onda alrededor de 1744 y 1710 cm^{-1} se analizaron transformando primeramente la señal de transmitancia a absorbancia. Posteriormente, dado que las señales se superponen, con la finalidad de desacoplar dichas señales, se realizó la desconvolución.

La forma de la función utilizada para la desconvolución es una gaussiana, Ec. (2), cuyos parámetros se estimaron utilizando el software *Origin Pro*.

$$y = y_0 + \frac{A*e^{\left(\frac{-4ln(2)*(x-x_C)^2}{w^2}\right)}}{w*\sqrt{\frac{\pi}{4ln(2)}}} \qquad \textbf{(Ec. 2)}$$

Donde:
A = Altura del pico.
w = Ancho medio del pico (FWHM).
X = variable independiente.
x_c = Centro del pico.
y = variable dependiente.
y_0 = Línea base.

III. Resultados y discusión

A continuación, se muestran los resultados provenientes de la caracterización por titulación, en la Tabla 1. Por diferencia se obtuvo el porciento de aceite en la mezcla.

Tabla 1. Concentración ácido oleico en muestras de *Jatropha curcas* L (JCL)- Ácido Oleico (AO) obtenida por titulación.

AO (%)	JCL (%)
0.41	99.59
2.75	97.25
5.12	94.88
10.05	89.95
17.11	82.89
22.52	77.48
27.89	72.11
33.28	66.72
38.61	61.39
43.63	56.37
47.86	52.14
48.97	51.03

En la tabla 1 se puede observar que el aceite de JCL (segundo renglón de la tabla) contiene un porcentaje pequeño de ácidos grasos libres expresados como ácido oleico, lo cual es coherente con reportes previos respecto a que los aceites aun recién extraídos, dependiendo de la forma en que se obtuvieron y la fuente pueden presentar contenidos hasta del 5% de ácidos grasos libres. Asimismo, el aceite de *Jatropha curcas* L., aunque con variaciones, presenta altos contenidos de ácidos grasos cuyas cadenas poseen mayormente 18 átomos de carbono, con diferentes grados de insaturación (Sánchez-Anaya et al., 2021), por lo cual, representar su contenido de AGLs como ácido oleico es adecuado.

En la Figura 3 se observa el espectro de FTIR para la muestra problema de 15% de AO, en el intervalo de numero de onda de 400 a 4000 cm^{-1}.

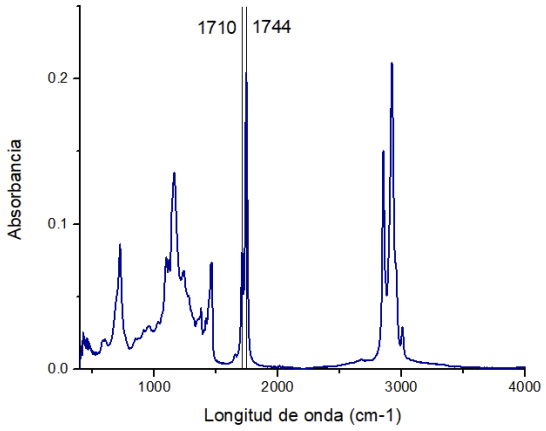


Figura 3. Espectro de FTIR para una mezcla de 15% de AO-85% JCL.

Asimismo, en la Figura 4 se observa en el FTIR en modo absorbancia para la mezcla AO-JCL con 30% de ácido oleico y 70% JCL, respectivamente.

Se puede apreciar en ambas figuras que en intervalo señalado de ~1710 y ~1744 cm^{-1}, a medida que la concentración del ácido oleico se incrementa, la proporcionalidad de las señales cambia, incrementándose la de 1710 cm^{-1} mientras que la de 1744 cm^{-1} se atenúa.

Tal como puede observarse en las figuras 3 y 4, solamente en el intervalo de números de onda donde está el grupo carbonilo del aceite y ácido oleico hay un cambio en las señales de absorbancia, ya que el resto de los picos permanece prácticamente invariable.

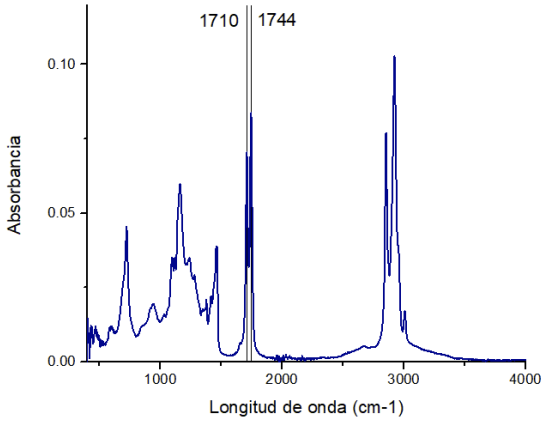


Figura 4. Espectro de FTIR para una mezcla de 30% de AO-70% Aceite JCL.

Para analizar los espectros de FTIR donde las señales son de interés, se amplió la ventana entre 1500 y 2000 cm^{-1} para cada espectro. Es importante señalar que previamente se debió hacer un tratamiento de la información para ajustar lo mejor posible la línea de referencia "y_0" mencionada en la ecuación 1 usando las herramientas del software seleccionado.

En la Figura 5 se observa tanto la señal del FTIR como la señal simulada, a partir de las áreas de cada pico, a 1710 y 1744 cm^{-1}. Debido a las interacciones entre la mezcla, no siempre el centro del pico del ácido oleico se observa a 1710 cm^{-1}, sino puede presentar un corrimiento debido al efecto batocrómico, hipsocrómico y otros efectos. De esta manera, el pico de absorbancia del carbonilo del ácido oleico puede estar contenido entre 1710 y 1715 cm^{-1}. Es importante señalar que, si la señal del pico sin desconvolución coincide con la curva simulada, como se aprecia en la

Figura 5, es porque el proceso de desconvolución fue satisfactorio.

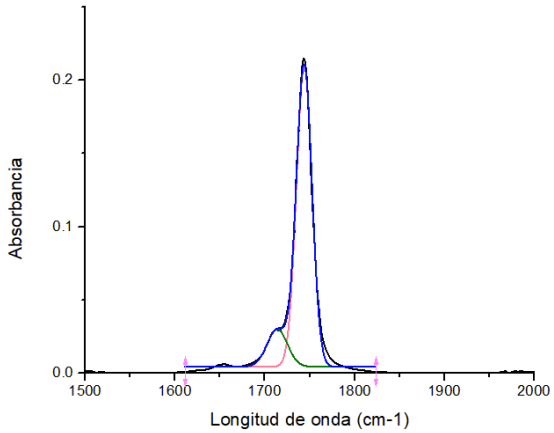


Figura 5. Resultado de la desconvolución para la mezcla de 5% AO-95% JCL.

Los parámetros del modelo de la ecuación 2 para la Fig. 5 se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Parámetros de la ecuación 1 para la muestra 5% AO-95% JCL.

Pico	Parámetro	Valor
1 (JCL)	y_0	0.0043
	x_c	1744
	A	4.48
	w	20.43
2 (AO)	y_0	0.0043
	x_c	1714
	A	0.74
	w	26.8

De manera complementaria, en la Figura 6 se muestra otro ejemplo de desconvolución del espectro de FTIR correspondiente a la mezcla con 30% de AO.

El proceso de desconvolución se realizó para todas las muestras, incluida la carga de alimentación, aunque no se realizó para el ácido oleico, debido a que este último tiene una pureza del 99.8% y el 0.2% se desconoce su composición, pero se asume que no es aceite de *Jatropha curcas* L.

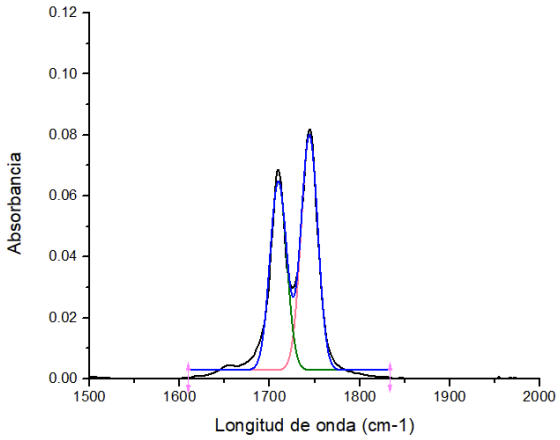


Figura 6. Resultado de la desconvolución para la mezcla de 30% AO-95% JCL.

Una vez que se dispone de las áreas de cada señal correspondiente al grupo carbonilo tanto en el éster como en el ácido, y utilizando los pesos registrados durante la preparación de las muestras, se procedió a contrastar los resultados de la titulación como de la desconvolución.

En la Figura 7 se observa el contenido de ácido oleico en fracción masa determinado por titulación contra la fracción de área del ácido oleico con respecto al área total, que está compuesta por las áreas de los picos de AO y JCL correspondientes al grupo C=O.

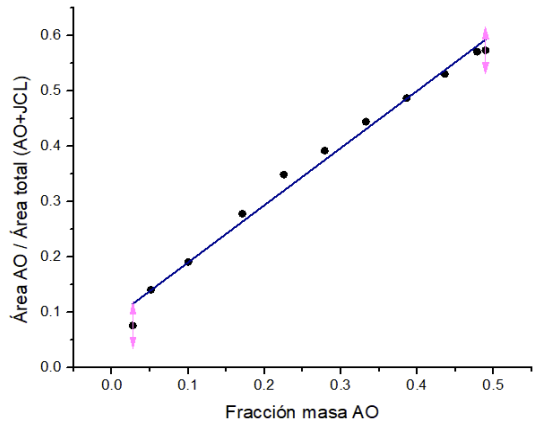


Figura 7. Comparación de concentración de ácido oleico presente en mezclas de JCL-AO cuyo contenido de AO se determinó por titulación y por desconvolución de las señales de FTIR correspondientes al C=O, tanto del aceite como del ácido.

Como se muestra en la Fig. 7, la relación entre la fracción área de la señal del AO presenta una buena correspondencia lineal con el contenido de ácido graso libre en el intervalo de concentraciones estudiado, con lo cual se puede argumentar que se puede utilizar el FTIR para generar curvas que permitan la cuantificación de AO en aceites vegetales con diferentes contenidos de AGLs dentro de los límites prácticos (<50% peso).

En la Tabla 3 se muestran los resultados de la regresión lineal cuya representación se realizó en la Fig. 7 como una línea continua.

Tabla 3. Parámetros de la recta de ajuste de los datos de la figura 7.

Parámetro	Valor
Intercepto (*b*)	0.086
Pendiente (*m*)	1.035
Coeficiente de determinación (R^2)	0.987

Es importante señalar la proporcionalidad lineal de las áreas con respecto a las concentraciones, ya que en muchos estudios dicha linealidad solo se mantiene para concentraciones bajas, desviándose bastante de la linealidad para concentraciones altas de una especie en particular en una mezcla. Las desviaciones observadas se pueden atribuir tanto a las incertidumbres en la medición como a los errores cometidos al azar aunado a la exactitud con la cual se estableció la línea base para los picos del grupo carbonilo del aceite y del ácido graso libre.

A manera de discusión se puede mencionar que la radiación infrarroja en interacción con mezclas de aceite y ácidos grasos libres idealmente se transmite como una señal que se puede modelar con una función gaussiana. Sin embargo, debido a diversos factores como la presencia de distintas especies en diferente proporción, las señales se deforman con lo cual debe hacerse un tratamiento cuidadoso de los datos y el modelo a emplear. El proceso de análisis de picos de espectros de FTIR debe realizarse con detenimiento, poniendo especial énfasis en la línea base y en el máximo de la señal, debido a los corrimientos del centro del pico correspondiente, como sucedió en este estudio para el máximo de la señal del grupo carbonilo, perteneciente al ácido graso libre.

Diversas señales del FTIR en interacción con las mezclas aceite-AGLs, producen señales superpuestas, las cuales sin embargo contienen información de la concentración de las especies, por lo cual es necesario desacoplar las señales. Al contar con una simulación adecuada de los picos de FTIR relacionados con los grupos funcionales carbonilo de aceite y ácido graso libre permite extraer información relevante, tal como el área bajo la curva de funciones de distribución, lo cual a su vez se requiere para calcular la proporcionalidad de áreas de las señales y establecer su relación con la concentración de las especies.

En el presente trabajo se pudo demostrar la validez de usar la desconvolución como una herramienta matemática poderosa para analizar espectros complejos de FTIR con la finalidad de obtener información relevante en la caracterización de aceites con contenidos de AGLs, lo cual de acuerdo con la literatura es la primera vez que se presenta un análisis de este tipo.

Las implicaciones de los resultados antes obtenidos tienen relevancia práctica en la caracterización de aceites vegetales e incluso grasas animales con contenidos de ácidos grasos libres; además, usando la técnica de FTIR, la cual es no destructiva, se puede no solo caracterizar materia prima sino productos de reacción, como en la transesterificación o la producción de diésel verde e híbrido siguiendo las señales del grupo carbonilo en la fracción de triglicéridos y de AGLs, esto con la posibilidad de implementarse como una técnica *operando* lo

cual tiene aplicaciones también en cinética química.

IV. Conclusiones

Se obtuvo una relación lineal entre las áreas de las señales del grupo carbonilo de los triglicéridos (~1744 cm^{-1}) y del mismo grupo en los ácidos grasos libres (~1710 cm^{-1}) con la concentración de cada uno de estos compuestos, en mezclas de aceite y AGLs. Lo anterior se puede demostrar al realizar la desconvolución de las señales de absorbancia del grupo funcional tanto del éster como del ácido y comparar este resultado con medidas independientes de la composición, a través de la norma aplicable. Los parámetros de la ecuación de la correlación fueron 0.086 para la ordenada al origen y 1.035 para la pendiente, con un coeficiente de determinación de 0.987. Con los resultados obtenidos se puede afirmar que la técnica de FTIR, además de permitir obtener la concentración de ácidos grasos libres de manera confiable, al ser no destructiva puede emplearse para caracterización en tiempo real durante la producción de biocombustibles a partir de *Jatropha curcas* L.

V. Agradecimientos

Los autores agradecen a la Dirección de Investigación del Instituto Politécnico Nacional (IPN) por la financiación parcial del presente trabajo a partir del proyecto SIP 20230691, SIP 20230900 y SIP 20240425. F.-Velázquez agradece al Programa Institucional de Formación de Investigadores del IPN por la beca otorgada para realización de actividades de investigación.

VI. Referencias

Ahmed, W., Salimon, J. (2009). Phorbol Ester as Toxic Constituents of Tropical Jatropha Curcas Seed Oil. *European Journal of Scientific Research*, 31(3), 429-436. ISSN 1450-216X

ASTM International (2017). Standard Test Method for Determination of Free Fatty Acids Contained in Animal, Marine, and Vegetable Fats and Oils Used in Fat Liquors and Stuffing Compounds. Autor. ASTM D5555-95.

Di Vito, N.G., Gallucci, K., Rossi, L. (2021). Green Diesel Production by Catalytic Hydrodeoxygenation of Vegetables Oils. *Int J Environ Res Public Health*. 10;18(24):13041. doi: 10.3390/ijerph182413041.

DS/EN ISO 660:2020 *Animal and vegetable fats and oils - Determination of acid value and acidity* (ISO 660:2020)

García, R.D. (2018). Instrumentos que revolucionaron la química: la historia del espectrofotómetro. *Avances en Química*, 13(3), 79-82. ISSN: 1856-5301.

Gnansounou, E., Dauriat, A., Villegas, J., Panichelli, L. (2009). Life cycle assessment of biofuels: Energy and greenhouse gas balances. *Bioresource Technology, (21), 4919–4930.* doi:10.1016/j.biortech.2009.05.067

Hammond, E.W. (2003). *Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition. Vegetable Oils. Composition and Analysis.5916–5921*. doi:10.1016/b0-12-227055-x/01227-x

Hoyos-Muñoz, K., Herrera-Perez, J., Santos-Vásquez, N. (2021). *Alternativas en la utilidad del aceite de cocina usado: una mirada al aprovechamiento de este residuo.* Universidad Nacional de Colombia. https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/80377

Kongkasawan, J., Capareda, S. (2012). Jatropha Oil refining Process and Biodiesel Conversion: Mass and

Energy Balance. *Int Energy Journal* 13, 169-176 http://www.rericjournal.ait.ac.th/index.php/reric/article/viewFile/1037/425

Llerena, P.R. (2008). *Teoría de Convolución.* Universidad de Cartagena. https://repositorio.unicartagena.edu.co/handle/11227/4763

López, G., Uc, A. (editores) (2018) Jatropha curcas en México: Avances y perspectivas de un cultivo bioenergético. CIATEJ, Mérida, México. ISBN 978-607-98348-1-4 https://ciatej.mx/files/divulgacion/divulgacion_60d0faca914b2.pdf

Mondragón, C.P. (2020). *Análisis de los espectros de infrarrojo*. En *Principios y aplicaciones de la espectroscopia de infrarrojo en el análisis de alimentos y bebidas* (66-82). CIATEJ, Guadalajara, México. ISBN 978-607-8734-12-2. https://ciatej.mx/files/divulgacion/divulgacion_5f89fd7801268.pdf

Norma Mexicana NMX-F-101-SCFI-2012. (2012). Alimentos – aceites y grasas vegetales o animales- determinación de ácidos grasos libres- método de prueba. http://www.economia-nmx.gob.mx/normas/nmx/2010/nmx-f-101-scfi-2012.pdf

Orozco, F. (1989). *Análisis Químico Cuantitativo*. México: Editorial Porrúa S.A. ISBN 968-432-004-3.

Pinto, A., Guarieiro, L., Rezende, M. (2005). Biodiesel: an overview. *J. Braz. Chem. Soc.* 16(6b):1313-1330. doi:10.1590/S0103-50532005000800003

Rezende, M.J., Lima, A.L., Silva, B.V., Mota, C.J., Torres, E.A., Rocha, G.O., et al. (2021). Biodiesel: An Overview II. *J. Braz. Chem. Soc*.;32(7):1301-1344.

Salinas-Callejas, E., Gasca Quezada, V. (2009). Los biocombustibles. *El Cotidiano,* (157),75-82. ISSN: 0186-1840. https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=32512739009

Sánchez-Anaya, O., Mederos-Nieto, F. S., Elizalde, I., Sánchez-Minero, J. F., Trejo-Zárraga, F. (2021). Producing hybrid fuels by hydrotreating Jatropha curcas L. and gasoil mixtures in a batch reactor. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, 128, 140–147.* doi:10.1016/j.jtice.2021.08.046

Segurondo-Loza, R., Cortez-Quisbert, V. (2020). Determinación de la rancidez en aceites usados en el proceso de frituras en establecimientos de expendio de comida rápida. *Revista CON-CIENCIA*, *8*(2), 115-128. http://www.scielo.org.bo/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2310-02652020000200009&lng=es&tlng=es

Torrentes, G. (2021). Retrospectiva y perspectiva del desarrollo de las generaciones de biocombustibles. Ciencia y Tecnología, 21, 53-63. ISSN-e 2344-9217

Yate, A.V., Narváez, P.C., Orjuela, A., Hernández, A., Acevedo, H. (2020). A systematic Evaluation of the Mechanical Extraction of Jatropha Curcas L. Oil for biofuels production. *Food and Bioproducts Processing, 122,72-81.* doi:10.1016/j.fbp.2020.04.001