

Schriftenreihe des Lehrstuhls für Agrartechnik in den Tropen und
Subtropen der Universität Hohenheim
herausgegeben von Prof. Dr. Joachim Müller

Band 07/2014

Shkelqim Karaj

**Characterization of physico-chemical
properties of *Jatropha curcas* L. and optimization
of mechanical oil extraction and sedimentation**

D 100 (Diss. Universität Hohenheim)

Shaker Verlag
Aachen 2014

Bibliographic information published by the Deutsche Nationalbibliothek

The Deutsche Nationalbibliothek lists this publication in the Deutsche Nationalbibliografie; detailed bibliographic data are available in the Internet at <http://dnb.d-nb.de>.

Zugl.: Hohenheim, Univ., Diss., 2013

Copyright Shaker Verlag 2014

All rights reserved. No part of this publication may be reproduced, stored in a retrieval system, or transmitted, in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording or otherwise, without the prior permission of the publishers.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-2516-3

ISSN 1867-4631

Shaker Verlag GmbH • P.O. BOX 101818 • D-52018 Aachen

Phone: 0049/2407/9596-0 • Telefax: 0049/2407/9596-9

Internet: www.shaker.de • e-mail: info@shaker.de

Jatropha curcas L. is a plant belonging to the family *Euphorbiaceae* also known as physic nut or purging nut. *J. curcas* is a succulent plant that sheds its leaves during the dry season. It is, therefore, best adapted to arid and semi-arid conditions. It is affected by only a few pests and diseases and will grow under a wide range of rainfall regimes from 200 to more than 1500 mm per annum. *J. curcas* is a multipurpose plant that can be used for erosion control, recreation, fire wood, grown as a live fence, in dyeing and in medicine as anti-inflammatory substance. Seeds have been used as insecticide, soap, varnish production and especially for oil production as fuel.

The processing of *J. curcas* fruits into higher-value products, especially oil, with its corresponding by-products such as fruit hull, seed shell and press cake has been increasing rapidly during the last decade. In *J. curcas* cultivating countries, cooking and heating in rural areas is often done with collected biomass like wood, dung and agricultural residues. About 2.4 billion people are using traditional solid biomass for cooking. Because of uncontrolled combustion processes, missing chimneys and flue gas discharge, the emission impact in households is high and is a health hazard especially for women and children.

The production chain of *J. curcas* oil and by-products is not yet fully optimized. Knowledge on product handling, oil extraction and oil purification is limited; artisanal methods with low conversion efficiency are used for oil production and by-product processing. For optimizing equipment design and handling of fruits and seeds, physico-mechanical and chemical properties of *J. curcas* need to be determined.

Regarding the optimization of mechanical oil extraction, neither the influence of different settings of screw presses nor the resulting dependent factors were reported in other studies. Mechanical extraction of *J. curcas* oil contains up to 35 % of impurities, which should be removed in order to improve the combustion properties and increase the shelf life of oil. For any kind of use, those impurities must be removed to avoid blockage of technical components and to de-accelerate oxidation. On the other hand oil used as household energy in remote rural areas should not require to be highly processed, in order to produce it locally at low costs. Therefore, investigations of oil chemical parameters during the clarification process are highly recommended for filling the knowledge gap.

This thesis is structured in three parts. In Part I, the physical, mechanical and chemical properties of *J. curcas* seeds and kernels were characterized. In Part II the mechanical oil extraction with a screw press was investigated by analyzing different variables such as screw press design, press cylinder, nozzle size and rotational speed. The optimization of oil extraction with respect to oil recovery and specific energy consumption was reported. In Part III the partial clarification of oil was investigated. Moreover, characteristic and variable chemical properties of raw and sedimented oil were analyzed and compared with the standard established by DIN and literature.

A positive correlation between *J. curcas* physical, mechanical and chemical properties and unit mass of seed and kernel was observed. Grading *J. curcas* seed into classes, based on unit mass could distinct the product quality. Higher unit mass is correlated with superior properties such as higher oil content, higher crude protein content, higher heating value and lower ash content. Physical basic and complex geometric characteristics of seeds and kernel classes of the same variety showed significant differences at $p \leq 0.01$. For the design of a de-shelling system the knowledge of the physical properties is essential for achieving high de-shelling efficiency.

Grading seeds into unit mass classes enhances the de-shelling efficiency since mature seeds required higher forces to fracture than immature seeds. Wrong classification might allow small seeds to pass un-cracked through the de-shelling equipment and larger seeds might be broken instead of being de-shelled. Loading orientation, i.e. the direction of the cracking force in relation to the seed geometry, had an important effect on the mechanical properties. Determining the orientation where mechanical strength was lowest is considered crucial for an optimal de-shelling process.

Mechanical oil extraction was optimized by alternating design parameters such as screw press, press cylinder, nozzle size and rotational speed. Different temperatures were generated when using a combination of design parameters. Heat during mechanical extraction was created due to the friction forces occurring between seed material and press cylinder, screw press, press head and nozzle. To increase the extraction efficiency and to prevent the mechanical press from jamming, increased temperature was beneficial. However, a control system of oil and press cake temperatures should be implemented on the mechanical screw press, since oil quality parameters such as acid value, phosphorous,

mineral contents, oxidation stability and water content could deteriorate by increased temperature and press cake protein de-naturation occurs by overheating. The optimal operation point can either be based on maximizing oil production capacity or specific pressing energy.

The efficiency of a horizontal and a vertical sedimentation system was analyzed in terms of sedimentation time and reduction of total contamination during clarification of raw *J. curcas* oil. The sedimentation time was 3.5 times shorter in the horizontal sedimentation system than in the vertical one. This could be explained by the lower particle density per cross section area. The raw oil comprises a broader range of particle sizes up to 875 μm , whereas the particle size in sedimented oil reaches a maximum of 175 μm . It was observed that there was no difference in the particle size distribution between raw and sedimented oil below a particle size of 6 μm , meaning that those particles cannot be removed by sedimentation but only with safety filtration techniques.

The chemical properties of raw muddy *J. curcas* were investigated for the first time in this study. Characteristic and variable chemical properties were improving during sedimentation time. The findings of this investigation expose that characteristic chemical properties can meet the limit values of the standard DIN 51605 through simple sedimentation processes. In contrast, not all variable chemical properties such as total contamination, acid value, free fatty acid and phosphorus content are reaching the desired values.

The investigated deposit formation in plant oil stoves allows higher threshold than DIN 51 605 for some variable chemical properties. These threshold values could be achieved by a simple sedimentation process for both clarification systems, horizontal and vertical. Regression models for variable chemical properties, as developed in this study, can predict the maximal time needed to achieve limit values recommended for plant oil pressure stoves. If these findings will be followed, a cheaper and reliable clarification system with less investment and maintenance cost and good oil quality can be established. *Jatropha curcas* L. is a promising plant for use as renewable energy source. Further research on harvesting equipment design, product handling, oil and protein extraction as well as bio-pesticide isolation should be conducted.

Jatropha curcas L. gehört zur Familie der *Euphorbiaceae* und ist auch unter dem Namen Purgiernuss bekannt. *J. curcas* gehört zu den sukkulenten, welche ihre Blätter während der Trockenzeit abwerfen. Dadurch sind diese hervorragend an aride und semi-aride Bedingungen angepasst. *J. curcas* wird nur von wenigen Schädlingen und Krankheiten beeinträchtigt und wächst in einem weiten Niederschlagsbereich von 200 bis zur mehr als 1.500 mm pro Jahr. Sie ist eine vielseitige Pflanze, die sich zur Erosionskontrolle, Rekultivierung und als Feuerholz eignet, ebenfalls kann sie als lebender Zaun, Färbemittel sowie in der Medizin als entzündungshemmende Substanz eingesetzt werden. Die Samen werden als Insektizid, zur Herstellung von Seifen oder Lacken und speziell zur Ölgewinnung eingesetzt. Die Verarbeitung der Früchte von *J. curcas* zu höherwertigen Produkten, zu Öl und dessen entsprechenden Nebenprodukten wie Fruchthüllen, Samenschalen und Presskuchen ist im letzten Jahrzehnt stetig gestiegen. In den Anbauländern von *J. curcas* dient im ländlichen Raum oft traditionelle Biomasse als Brennstoff zum Heizen und Kochen. Mehr als 2,4 Milliarden Menschen nutzen traditionelle Biomasse für Kochzwecke. Durch unkontrollierte Verbrennungsprozesse und fehlende Kamine stellen die daraus resultierenden Emissionen insbesondere für Frauen und Kinder in den Haushalten ein erhebliches Gesundheitsrisiko dar. Die Produktionskette von *J. curcas* Öl und dessen Nebenprodukten ist noch nicht vollständig optimiert. Das Wissen zur Verarbeitung von *J. curcas*, zur Öl-Extraktion sowie der Reinigung des Öles ist eingeschränkt. Ineffiziente Kleinstlösungen mit geringer Effizienz werden zur Ölproduktion und zur Verarbeitung der Nebenprodukte eingesetzt. Zur Optimierung und Auslegung von Anlagen und der Handhabung von Früchten und Samen müssen die physikalisch-mechanischen sowie die chemischen Eigenschaften von *J. curcas* bestimmt werden. Zur Optimierung der mechanischen Öl-Extraktion wurden bisher weder über den Einfluss von Modifikationen an Schraubenpressen noch über die entsprechenden abhängigen Faktoren von anderen Studien berichtet. Durch die mechanische Öl-Extraktion von *J. curcas* kann das Öl mit bis zu 35 % an Fremdstoffen verunreinigt sein. Diese Fremdstoffe müssen zur Verbesserung der Verbrennungseigenschaften und zur Verlängerung der Haltbarkeit des Öls entfernt werden. Vor der Nutzung von Pflanzenöl sind die Fremdstoffe zu entfernen um etwaige Blockaden in Rohrleitungen zu vermeiden und um Oxidationsprozesse im Pflanzenöl zu verlangsamen. Andererseits sollte Öl, welches in ländlichen Regionen als Haushaltsenergie genutzt wird möglichst einfach zu reinigen sein, um es lokal wirtschaftlich herstellen zu können. Die Untersuchung der

chemischen Parameter des Pflanzenöls während des Reinigungsprozesses trägt zu einem besseren Verständnis der dabei ablaufenden Prozesse bei. Die Dissertation ist in drei Teile unterteilt. Teil I behandelt die Charakterisierung von physikalischen, mechanischen und chemischen Eigenschaften der Samen und Kerne von *J. curcas*. In Teil II wird die mechanische Öl-Extraktion mittels Schraubenpresse durch die Analyse verschiedener Variablen des Pressenaufbaus, wie des Presszylinders, der Größe der Pressdüse sowie der Rotationsgeschwindigkeit untersucht sowie die Optimierung der Öl-Extraktion mit Schwerpunkt bezüglich der Öl-Rückgewinnung und des spezifischen Energiebedarf. Teil III behandelt die partielle Öl-Reinigung. Charakteristische und variable chemische Eigenschaften von Roh- und sedimentiertem Öl wurden untersucht und mit bestehenden Standards (DIN norm) sowie Literaturangaben verglichen.

Die physikalischen, mechanischen sowie chemischen Eigenschaften von *J. curcas* korrelieren mit den Massen der Samen und der Kerne. Folge dessen kann die Produktqualität durch eine Klassifizierung der Samen basierend auf deren Masse bestimmt werden. Eine höhere Masse korreliert positiv mit dem Brennwert, dem Öl- und Rohproteingehalt, sowie negativ mit dem Aschegehalt und kann somit gleichgesetzt werden mit qualitativ besseren Eigenschaften. Die physikalischen und geometrischen Eigenschaften von Samen- und Kernen der verschiedenen Klassen waren innerhalb einer Sorte mit $p \leq 0.01$ signifikant verschieden. Für die Entwicklung eines effizienten Schälprozesses für Jatrophasamen ist die Kenntnis der physikalischen Eigenschaften unabdingbar. Die auf der Masse basierende Klassifizierung von Samen erhöht die Schäl-effizienz, da reife Samen eine höhere Krafteinwirkung zum Aufbrechen benötigen als Unreife. Eine falsche Klassifizierung könnte dazu führen, dass kleinere Samen das Schälssystem ungeöffnet passieren während größere Samen zerbrechen anstatt geschält zu werden. Die Bestimmung der Ausrichtung, bei der die mechanische Stabilität am geringsten ist wird dabei für den Schälprozess als entscheidend angesehen.

Die mechanische Ölextraktion wurde durch die Anpassung der Parameter der Presse wie der Pressschraube, dem Presszylinder, der Pressdüse sowie durch Variation der Rotationsgeschwindigkeit optimiert. Unterschiedliche Kombinationen führten dabei zu unterschiedlichen Systemtemperaturen. Während der mechanischen Extraktion wurde Wärme bedingt durch die Reibungskräfte zwischen dem Samenmaterial und dem Presszylinder, der Pressschraube, dem Presskopf und der Pressdüse erzeugt. Zur Erhöhung

der Extraktionseffizienz und zur Vermeidung von Verstopfungen waren höhere Temperaturen vorteilhaft. Es sollte jedoch ein Kontrollsystem zur Überwachung der Öl- und Presskuchentemperatur eingerichtet werden, da verschiedene Ölqualitätsparameter wie der Säurewert, der Phosphor- und Mineralgehalt, die Oxidationsstabilität und der Wassergehalt durch eine erhöhte Presstemperatur sich verschlechtern können, zudem denaturiert das im Presskuchen vorhandene Protein durch Überhitzung. Der optimale Arbeitspunkt der Presse kann entweder basierend auf einer Maximierung der Ölproduktionskapazität oder auf der spezifischen Pressenergie basieren.

Die Effizienz eines horizontalen und die eines vertikalen Sedimentierungssystem wurden in Bezug auf die Sedimentierungsdauer und die Reduktion der Gesamtverunreinigung während der Reinigung von *J. curcas* Öl analysiert. Die Sedimentierungsdauer des horizontalen Systems lag um den Faktor 3,5 unter der des vertikalen Systems. Dies könnte durch die geringere Partikeldichte pro Querschnittsfläche erklärt werden. Das Rohöl beinhaltet einen höheren Anteil von Partikeln größer als 875 µm während die Partikelgröße in sedimentiertem Öl lediglich ein Maximum von 175 µm erreicht. Es wurde beobachtet, dass unterhalb einer Partikelgröße von 6 µm keine Unterschiede zwischen rohem und sedimentiertem Öl mehr bestehen, was bedeutet, dass diese Partikel nicht über eine Sedimentierung sondern nur über eine Filtration entfernt werden können.

Die chemischen Eigenschaften von rohem, trübem *J. curcas* wurden in dieser Studie zum ersten Mal untersucht. Die charakteristischen und variablen Eigenschaften verbesserten sich während der Sedimentation. Die Ergebnisse dieser Untersuchung zeigen, dass die charakteristischen chemischen Eigenschaften die Grenzwerte der DIN 51 605 durch einen einfachen Sedimentationsprozess erreichen können. Im Gegensatz dazu erreichen nicht alle variablen chemischen Eigenschaften wie die Gesamtverunreinigung, der Säurewert, die freien Fettsäuren sowie der Phosphorgehalt diese Grenzwerte. Die untersuchte Bildung von Ablagerungen in Pflanzenölkochern erlaubt höhere Grenzwerte als die DIN 51605 für einige variable chemische Eigenschaften. Diese Grenzwerte konnten durch einfache Sedimentierung in beiden Systemen, dem vertikalen sowie dem horizontalen, erreicht werden. Regressionsmodelle für die variablen chemischen Eigenschaften wurden entwickelt und können die Zeit zum Erreichen der Grenzwerte, die für Pflanzenölkocher empfohlen werden, vorhersagen. Mit diesen Ergebnissen kann ein günstiges und zuverlässiges Reinigungssystem mit niedrigen Investitions- und Wartungskosten sowie