

2019

Evaluación de la extracción por disolventes de aceite crudo a partir de café (*Coffea arabica*) afectado por broca (*Hypothenemus hampei*)

Diana Matilde Ostos Pérez
Universidad de La Salle, Bogotá

Luz Katherine García de Hoyos
Universidad de La Salle, Bogotá

Follow this and additional works at: https://ciencia.lasalle.edu.co/ing_alimentos



Part of the [Food Chemistry Commons](#), and the [Other Food Science Commons](#)

Citación recomendada

Ostos Pérez, D. M., & García de Hoyos, L. K. (2019). Evaluación de la extracción por disolventes de aceite crudo a partir de café (*Coffea arabica*) afectado por broca (*Hypothenemus hampei*). Retrieved from https://ciencia.lasalle.edu.co/ing_alimentos/274

This Trabajo de grado - Pregrado is brought to you for free and open access by the Facultad de Ingeniería at Ciencia Unisalle. It has been accepted for inclusion in Ingeniería de Alimentos by an authorized administrator of Ciencia Unisalle. For more information, please contact ciencia@lasalle.edu.co.

**EVALUACIÓN DE LA EXTRACCIÓN POR DISOLVENTES DE ACEITE CRUDO
A PARTIR DE CAFÉ (*Coffea arabica*) AFECTADO POR BROCA (*Hypothenemus
hampei*).**

**DIANA MATILDE OSTOS PÉREZ
LUZ KATERINE GARCÍA DE HOYOS**

**UNIVERSIDAD DE LA SALLE
FACULTAD DE INGENIERÍA
PROGRAMA DE INGENIERÍA DE ALIMENTOS
BOGOTÁ
2019**

**EVALUACIÓN DE LA EXTRACCIÓN POR DISOLVENTES DE ACEITE CRUDO
A PARTIR DE CAFÉ (*Coffea arabica*) AFECTADO POR BROCA (*Hypothenemus
hampei*).**

**DIANA MATILDE OSTOS PÉREZ
LUZ KATERINE GARCÍA DE HOYOS**

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de Ingeniera de
Alimentos**

Director:

Mario Andrés Noriega Valencia, Ingeniero Químico, Ph.D.

**UNIVERSIDAD DE LA SALLE
FACULTAD DE INGENIERÍA
PROGRAMA DE INGENIERÍA DE ALIMENTOS
BOGOTÁ
2019**

DEDICATORIA

Primeramente, dedico este triunfo a Dios por darme la sabiduría y el entendimiento para poder desarrollar este proyecto, a su vez por todas las oportunidades que me ha brindado y por nunca dejarme sola, toda la gloria sea para ti Jehová.

A mi familia, en especial a mi abuela por inculcarme sus valores y enseñarme que para ser grande y salir adelante la mejor herramienta es la educación, por su amor leal e incondicional y por ser la mejor abuela del mundo, el amor de mi vida.

A mis padres, Reinel y Yaquelin por confiar en mí, por todos sus esfuerzos, por su gran amor y por darme ánimos en los momentos difíciles, los amo con todo mi corazón.

A mis tías Arleth, Ana Teresa, Nelly, a mis hermanos Daniel y Oscar, a mis hermanas Durley y Tatiana, a mi mejor amiga Carolina y a Pao por estar conmigo en los momentos que más los he necesitado. Los amo, gracias infinitas.

Luz Katerine García de Hoyos

Esta tesis se la dedico a Dios por haberme permitido culminar este proyecto a pesar de todas las dificultades presentadas, ya que, El me dio la fortaleza para nunca rendirme y sacar adelante uno de los mayores anhelos de mi vida.

Dedico mi trabajo a mi familia, mis padres Eliana Pérez Duarte y Gildardo Ostos y mi hermano José David Ostos Pérez por ser fuente de mi inspiración, por educarme con valores y realizar sacrificios inimaginables para que yo pueda cumplir con cada uno de mis sueños. Gracias por todo el amor recibido, la dedicación y la paciencia, por creer en mí, ser mi apoyo y fortaleza durante este arduo camino para obtener este gran logro.

A la Universidad de La Salle y a mis profesores por haberme compartido sus conocimientos, formarme como una profesional con ética y moral y hacerme amar esta carrera de la forma en la que lo hago.

A mis amigos y compañeros que siempre me sacaron una sonrisa en los momentos difíciles, me compartieron sus conocimientos y sobre todo me brindaron lindas amistades que disfrute y disfrutare en el futuro si Dios nos lo permite.

Gracias a Dios y a la vida tan maravillosa que me ha dado.

Diana Matilde Ostos Pérez

AGRADECIMIENTOS

A nuestro director Ph.D. Mario Noriega por su conocimiento, por su apoyo y motivación, por su tiempo y por sus provechosas asesorías desde el inicio con la formulación del proyecto hasta el final de este trabajo de grado.

A las profesoras Ángela Otálvaro y Patricia Chaparro por su conocimiento y orientación para el desarrollo de esta investigación.

A nuestra compañera y amiga Angie Sotelo por su colaboración y apoyo en la ejecución de este proyecto.

A la Universidad de La Salle y a nuestros profesores, que a lo largo de la carrera nos transmitieron su valioso conocimiento, que nos apoyaron a lo largo de estos años y nos formaron no solo como grandes profesionales sino como excelentes personas.

Al personal de laboratorio de la sede Candelaria y Norte de la Universidad de La Salle, en especial a Melva Cañón y Luis Miguel Triviño por su acompañamiento y colaboración en la ejecución del trabajo.

A todas las personas que de alguna u otra manera apoyaron e influyeron en la realización de este gran proyecto. A todos, muchas gracias.

TABLA DE CONTENIDO

1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	1
1.1. Descripción y formulación del problema	1
2. OBJETIVOS	3
2.1. General.....	3
2.2. Específicos.....	3
3. ANTECEDENTES	4
4. MARCO TEÓRICO	8
4.1. El café	8
4.1.1. Café en Colombia.....	10
4.1.2. Composición química del café	12
4.2. Extracción de aceite a partir de café	15
4.2.1. Extracción Soxhlet	19
4.3. Afectaciones del café.....	20
4.3.1. La broca.....	20
5. METODOLOGÍA	23
5.1. Obtención del café	23
5.2. Pretratamiento.....	23
5.2.1. Molienda.....	23
5.2.2. Tamizado.....	24

5.3. Humedad.....	25
5.4. Diseño experimental	26
5.5. Extracción soxhlet de aceite de café crudo afectado por broca	27
5.6. Determinación del rendimiento del proceso de extracción.....	28
5.7. Análisis estadístico	29
5.8. Pruebas fisicoquímicas al aceite extraído	29
5.8.1. Densidad.....	29
5.8.2. Índice de peróxido.....	29
5.8.3. Valor ácido	30
5.8.4. Prueba de yodo	31
5.8.5. Caracterización del aceite por cromatografía de gases	33
5.9. Curva de extracción sólido-líquido.....	34
5.9.1. Diseño preliminar de sistema de extracción sólido – líquido.....	36
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	39
6.1. Tamizado	39
6.2. Humedad.....	40
6.3. Extracción	42
6.3.1. Rendimiento de extracción	42
6.3.1.1. Extracción con etanol.....	43
6.3.1.2. Extracción con mezcla etanol-agua	47
6.3.1.3. Extracción con hexano.....	48

6.4. Propiedades fisicoquímicas del aceite crudo de café.....	52
6.5. Caracterización por cromatografía de gases	55
6.6. Curva de equilibrio Sólido – Líquido	57
7. CONCLUSIONES.....	63
8. RECOMENDACIONES	66
REFERENCIAS.....	68
ANEXOS.....	79

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Variación del precio del bulto de café pergamino seco por carga de 125 kg en los últimos 9 años	10
Figura 2. Miles de sacos de 60 kg de café verde producidos en los últimos 10 años	11
Figura 3. Niveles de afectación por broca en los granos de café	22
Figura 4. Tamizador TYLER tipo RO TAP modelo RX-29.....	25
Figura 5. Caracterización de humedad en harina de café	26
Figura 6. Equipo Soxhlet para extracción de aceite de café brocado con disolventes.....	28
Figura 7. Balance de materia para la determinación de la curva de equilibrio sólido-líquido	34
Figura 8. Características visuales de aceite de café extraído con etanol	44
Figura 9. Características visuales de aceite de café extraído con mezcla etanol-agua	48
Figura 10. Características visuales de aceite de café extraído con hexano.....	50
Figura 11. Rendimientos obtenidos con diferentes cantidades de disolventes	52
Figura 12. Relación disolvente/muestra vs rendimiento de extracción	58
Figura 13. Línea de equilibrio con puntos de la extracción	59
Figura 14. Curva de equilibrio sólido – líquido.....	61
Figura 15. Relación disolvente/muestra vs eficiencia de remoción de aceite.....	63

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Clasificación taxonómica del cultivo de café	9
Tabla 2. Composición del café (porcentaje en base seca)	13
Tabla 3. Composición de ácidos grasos de aceites vegetales de diferentes materias primas	14
Tabla 4. Productos agrícolas para la extracción de aceite vegetal	16
Tabla 5. Diferentes métodos de extracción de aceite de café encontrados en la literatura...	17
Tabla 6. Diseño experimental para la extracción de aceite de café afectado por broca	27
Tabla 7. Perfil granulométrico de la harina de café	40
Tabla 8. Determinación de humedad en granos de café	41
Tabla 9. Determinación de humedad en harina de café	41
Tabla 10. Análisis de varianza general	42
Tabla 11. Comparaciones por pareja de Tukey: Relación	43
Tabla 12. Comparaciones por pareja de Tukey: Disolvente	43
Tabla 13. Análisis estadístico para la extracción con etanol	44
Tabla 14. Análisis estadístico para la extracción con mezcla etanol- agua	47
Tabla 15. Análisis estadístico para la extracción con hexano.....	49
Tabla 16. Propiedades fisicoquímicas determinadas experimentalmente al aceite crudo de café.....	52
Tabla 17. Caracterización del aceite extraído por cromatografía de gases.....	56
Tabla 18. Valores para la construcción de la línea de equilibrio	59

Tabla 19. Puntos de extracción para la construcción de la curva de equilibrio	59
Tabla 20. Puntos para la construcción de la curva de equilibrio	61
Tabla 21. Eficiencia de remoción de aceite	62

RESUMEN

Colombia se ha caracterizado internacionalmente por ser uno de los principales productores de café suave de alta calidad con una producción de 13'566.000 de sacos de 60 kg en 2018. El café es importante en la sociedad colombiana, ya que gran parte de la economía y del desarrollo nacional dependen de dicha producción, tanto así, que en veintidós departamentos se siembra el grano. Sin embargo, de todo el café que se produce en Colombia, entre el 5 y 23% se pierde a causa de la broca (Landa, 2017). El presente proyecto pretende darle valor agregado a ese café desperdiciado a causa de la broca.

El proyecto se realizó en cuatro etapas, inicialmente se hizo la recolección del café proveniente de la región de Caldas y se realizó un acondicionamiento del mismo. En la segunda etapa se realizó la extracción del aceite por el método Soxhlet, evaluando la influencia de la relación disolvente-alimento (50:1, 70:1 y 100:1 (v/w)) y el tipo de disolvente (etanol, hexano y mezcla agua (50%) – etanol (50%)) sobre el rendimiento de extracción, realizando un análisis estadístico. En la tercera etapa se desarrollaron los análisis fisicoquímicos al aceite extraído con mejor rendimiento, y en una última etapa se realizó la curva de extracción sólido-líquido.

Al evaluar las diferentes condiciones de operación se determinó que el mayor rendimiento fue de 16,79% y se obtuvo utilizando hexano en una relación 100:1 (v/w). El segundo

disolvente que presentó mayor rendimiento fue el etanol, mientras que en la extracción con etanol - agua se presentaron los rendimientos más bajos. Las características de aceite fueron: densidad de 0,98 g/ml, índice de peróxido de 19,79 meqO₂/kg, índice de acidez de 1,75 mg KOH/g grasa y un valor de índice de yodo de 25,53 (% yodo absorbido), estos resultados indican que el aceite obtenido presentó un bajo contenido de ácidos grasos libres lo que indica un buen grado de pureza, sin embargo, se pudieron dar alteraciones durante el almacenamiento ya que, el grado de oxidación fue elevado. El análisis por cromatografía de gases reveló la presencia en un 42% de aceite linoleico, seguido del aceite oleico con un 31% y en menor proporción de aceite palmítico con un 27%, no se detectó presencia de diglicéridos, monoglicéridos o esteres indicando que la extracción por disolventes reducirá las etapas de purificación final del aceite.

INTRODUCCIÓN

El café es uno de los principales productos de exportación en Colombia, se caracteriza y reconoce por su suavidad. La actividad caficultora en Colombia es representativa, tanto así que en 22 departamentos se cultiva la variedad arábica, la cual tiene una composición química en carbohidratos de 38%, proteínas 10% y lípidos del 17%, donde los ácidos grasos más representativos son el palmítico y linoleico.

Para la obtención del aceite de café afectado por broca se han estudiado diferentes métodos de extracción entre los cuales se encontraron extracción con fluidos supercríticos, extrusión y método Soxhlet los cuales a diferentes condiciones de operación presentan variabilidad en los rendimientos. Sin embargo, uno de los métodos más empleados para la extracción de aceites en el método Soxhlet, esto debido a la facilidad de la ejecución de la metodología y a que no es un proceso que requiere de grandes costos de inversión. Entre los disolventes más empleados se encuentran el pentano, disolventes halogenados y en gran medida el hexano. Sin embargo, en la actualidad se están buscando otras opciones a implementar, es decir, disolventes que sean renovables, más económicos y por supuesto menos tóxicos, es por esto que surge el interés de evaluar el etanol y la mezcla de éste con agua como disolventes de extracción de aceite para compararlos con la extracción tradicional con hexano.

En este proyecto de investigación se busca proponer una alternativa al café afectado por broca, del cual en Colombia anualmente se pierde entre el 5 y el 23% de la producción por esta plaga. Para esto se propone extraer el aceite contenido en el grano de café por medio de extracción Soxhlet utilizando diferentes disolventes (etanol, hexano y mezcla etanol-agua) y relaciones disolvente-alimento para identificar las condiciones a las cuales se puede obtener el mayor rendimiento.

1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1. DESCRIPCIÓN Y FORMULACIÓN DEL PROBLEMA

En el año 1988 se introdujo a Colombia una de las plagas más importantes que afecta la producción de café, conocida como broca. Este insecto ataca la cereza del fruto de café y se reproduce en el endospermo de la fruta, lo que ocasiona la pérdida total del grano y la caída prematura de los frutos (Bustillo, 2002). Dicho fenómeno afecta en gran medida a los cultivadores cafeteros del país, ya que al momento de vender el café afectado por la broca este tiene un bajo precio en el mercado y no es aprovechado de forma efectiva en otros procesos como la obtención de aceite.

Para el 2016 el Subcomité Técnico de la Federación Nacional de Cafeteros, estableció que en los primeros meses del año se aumenta la presencia de broca por encima de lo normal, esencialmente en el centro del país, razón por la cual las cosechas en los departamentos de Caldas, Risaralda, Tolima y Quindío se afectan en gran medida, en algunos casos, este incremento superó el 10% de infestación provocando gran impacto para los caficultores, ya que cuando se sobrepasa el 2% el productor tiene pérdidas económicas (Federación Nacional de Cafeteros, 2016).

Debido a las pérdidas que se generan por la afectación de esta plaga en el grano de café, se desea aprovechar este subproducto para la extracción de aceite estableciendo los rendimientos del proceso para determinar si es posible realizarlo a nivel industrial.

La formulación del problema se planteó de la siguiente manera:

¿La variación de la relación disolvente-alimento y el tipo de disolvente empleado influyen en el rendimiento del proceso de extracción y la calidad fisicoquímica del aceite crudo de café afectado por broca?

2. OBJETIVOS

2.1. GENERAL

Evaluar la extracción por disolventes de aceite crudo a partir de café afectado por broca (*Hypothenemus hampei*).

2.2. ESPECÍFICOS

1. Extraer por disolvente el aceite crudo de café afectado por broca (*Hypothenemus hampei*), utilizando el método Soxhlet a diferentes condiciones de operación (tipo de disolvente, relación disolvente-café).
2. Realizar la caracterización fisicoquímica del aceite de café extraído que presente mayor rendimiento.
3. Determinar la curva de equilibrio sólido - líquido para la extracción por disolventes del aceite de café afectado por broca (*Hypothenemus hampei*).

3. ANTECEDENTES

Buscando alternativas para el aprovechamiento del grano afectado por broca se han realizado diferentes estudios basados en la extracción de aceite a diferentes condiciones de proceso y tipos de muestra.

Lago, Szpiz, Jablonka, Pereira y Hartman (1985) realizaron un estudio preliminar sobre el uso del etanol anhidro como disolvente para la extracción de aceites vegetales de semillas de soja trituradas y parcialmente secas, cacahuets y semillas de colza, esto con el fin de ser tomado en cuenta para su uso como disolvente de extracción debido a su baja toxicidad y a su carácter renovable.

En 1999, López & Castaño utilizaron café afectado por broca para la extracción de aceite por método de extrusión y disolventes (hexano), encontrando que los mayores rendimientos se obtuvieron por la extracción con disolventes (rendimiento entre el 16 y 18%) en comparación con la extracción por extrusión con rendimientos entre 7 y 9%. Además, evaluaron características como densidad, índice de saponificación, índice de refracción e índice de iodo donde encontraron que estas variables no presentaron diferencias significativas entre los dos métodos de extracción.

López (2007) realizó la extracción por extrusión de aceite de café tostado, debido a que este producto se caracteriza por tener un gran contenido de compuestos odoríferos, siendo esto un criterio importante para determinar la calidad del café. A partir de la extracción se obtuvo un aceite fijo con alta carga volátil y con características organolépticas favorables. En el mismo año, Araújo & Sandi estudiaron la viabilidad de aplicar dióxido de carbono en condiciones supercríticas para maximizar la extracción de aceite y obtener los niveles más altos y más bajos de diterpenos en aceite verde y tostado, respectivamente, comparándolo con una extracción Soxhlet. Con esto lograron determinar que la extracción de fluidos supercríticos es un método muy útil para extraer aceite de granos de café verdes con altos niveles de diterpenos para cosméticos y un aceite de café saludable con bajos niveles de diterpenos de granos de café tostados para la industria alimentaria, sin ningún disolvente orgánico remanente, como hexano o benceno.

En 2008, Oliveira, Franca, Camargos, & Ferraz, realizaron una extracción de aceite de café por disolventes (hexano) con el equipo Soxhlet a granos defectuosos y sanos, esto con el objetivo de evaluar el potencial del uso de aceite de granos de café defectuosos como materia prima para la producción de biodiesel. Donde encontraron que los rendimientos del aceite de granos de café saludables fueron más bajos que los del aceite de granos defectuosos.

Díaz & Vásquez (2011), evaluaron la capacidad antioxidante del aceite extraído de granos de café verde y tostado por medio de una extracción con CO₂ supercrítico. Donde encontraron que el aceite presentaba una baja capacidad antioxidante, esto debido a la gran cantidad de compuestos lipídicos, como ácidos grasos y terpenos, que no contribuyen significativamente a ésta.

Dorado (2013) evaluó la extracción con CO₂ supercrítico a diferentes muestras de café tostado y molido a diferentes condiciones de operación como temperatura y presión. Estas condiciones de operación presentaron efectos estadísticamente significativos en el rendimiento del proceso, encontrando que las condiciones óptimas de extracción fueron 331 bar y 36°C con las que se obtuvo un rendimiento de 8,89%. Por otro lado, Abdullah & Bulent Koc (2013), investigaron la cinética de la extracción de aceite a partir de los residuos de café molido, el cual se realizó en dos fases asistida por ultrasonido. Encontrando que la ultrasonificación aumentó el rendimiento de aceite y redujo la cantidad de hexano requerida para la extracción de aceite de café de desecho.

Tsukui, Santos, Oigman, de Souza, Bizzo, & Rezende (2014), trabajaron en la cuantificación de los diterpenos de cafestol y kahweol presentes en el aceite de café mediante HPLC/UV, otro de sus objetivos era el desarrollo de protocolos asistidos por microondas para productos químicos naturales, enfocado en este caso, a la

extracción de aceite de café verde con el uso de una cantidad reducida de disolvente y un corto tiempo de extracción. Dando como resultado que la cuantificación de los diterpenos de cafestol y kahweol presentes en el aceite de café se controló mediante HPLC/UV y mostró una linealidad satisfactoria ($R^2 = 0,9979$), además consideraciones sobre la masa de tiempo obtenida, en un rendimiento de correlación espacio-tiempo, mostraron mejores resultados para la extracción asistida por microondas (MAE).

Cunha, Rodrigues, Mattos, Teixeira, Oliveira, Santos, Souza, Andrade, De Paula, De Jesus (2018) realizaron un proceso de extracción Soxhlet (usando hexano) de aceite de materias primas como aguacate, coco y borra de café. Presentando rendimiento de extracción de 4-5% para el aceite obtenido de la borra de café.

Mueanmas, Nikhom, Petchkaew, Lewkittayakorn, & Prasertsit (2019), evaluaron la extracción por disolventes y esterificación del aceite extraído de residuos de café molido. La caracterización del aceite extraído de los residuos de café molido demostró un mayor porcentaje de ácido linolénico con un contenido de FFA de 16,5%. Debido a los resultados encontrados, este estudio sugiere la utilización de residuos de café molido como fuente de materia prima de aceite no comestible para la producción de biodiesel.

4. MARCO TEÓRICO

4.1. EL CAFÉ

El café es el grano obtenido de plantas perennes tropicales (cafetos) con una morfología variable. Los granos, al ser tostados y molidos, se usan principalmente para preparar infusiones. El género pertenece a la familia de las Rubiáceas (Rubiaceae) como se observa en la tabla 1, que tiene alrededor de 500 géneros y más de 6000 especies, entre las que se encuentran: arábica, liberica y canephora. Taxonómicamente se clasifican como género *Coffea* y a su vez se caracterizan por una hendidura en la parte central de la semilla, sus hojas varían tanto en tamaño como en textura; sus flores son completas (en la misma flor se encuentran todos los órganos) blancas y tubulares; y los frutos de mesocarpo carnoso de diferentes formas, colores y tamaños, dentro de las cuales se encuentran las semillas, que por lo general son dos por fruto.

Los granos de café son las semillas de un fruto que es llamado de manera popular “cereza”, están compuestas por una cubierta exterior llamado exocarpio que determina el color del fruto; en el interior hay diferentes capas: el mesocarpio que es una goma rica en azúcares adherida a las semillas que se conoce como mucílago; el endocarpio también llamado pergamino es una capa amarillenta que cubre cada grano; la epidermis, una capa muy delgada

conocida como la película plateada; y el endosperma, conocido también como el café verde (Federación Nacional de Cafeteros, 2010).

Tabla 1. *Clasificación taxonómica del cultivo de café.*

Taxonomía	Nombre
Reino	<i>Plantae</i>
División	<i>Magnoliophyta</i>
Subdivisión	<i>Angiospermae</i>
Clase	<i>Magnoliata</i>
Subclase	<i>Asteridea</i>
Orden	<i>Rubiales</i>
Familia	<i>Rubiaceae</i>
Género	<i>Coffea</i>
Especies	<i>Arábica, canephora, liberica, entre otros</i>

Fuente: Adaptado de Alvarado y Rojas, 1994.

Coffea arabica L. es actualmente la principal especie del género, constituye más del 60% del café que se comercializa en el mercado internacional. Es una especie autógama, es decir, se autopoliniza. Su origen se encuentra en el Sudeste de Etiopía, el Sur de Sudán y el Norte de Kenya. Se considera una especie relativamente joven ya que su aparición fue hace menos de 1 millón de años. En Colombia las plantaciones están concentradas en altitudes que oscilan entre los 1200 y los 1800 m.s.n.m. a temperaturas que varían entre 18 y 23°C (Federación Nacional de Cafeteros, 2010).

4.1.1. CAFÉ EN COLOMBIA

En la figura 1 se observa que luego de la caída del precio interno del café en el 2013, se presentó una recuperación notoria en los últimos años, sin embargo, a partir de 2016 se evidencia una tendencia a la baja en el precio interno del café debido a la recuperación de la producción de países como Brasil y Vietnam, esto acompañado de la variación del precio del dólar en los últimos años, lo que afecta directamente el precio interno por carga de café colombiano.

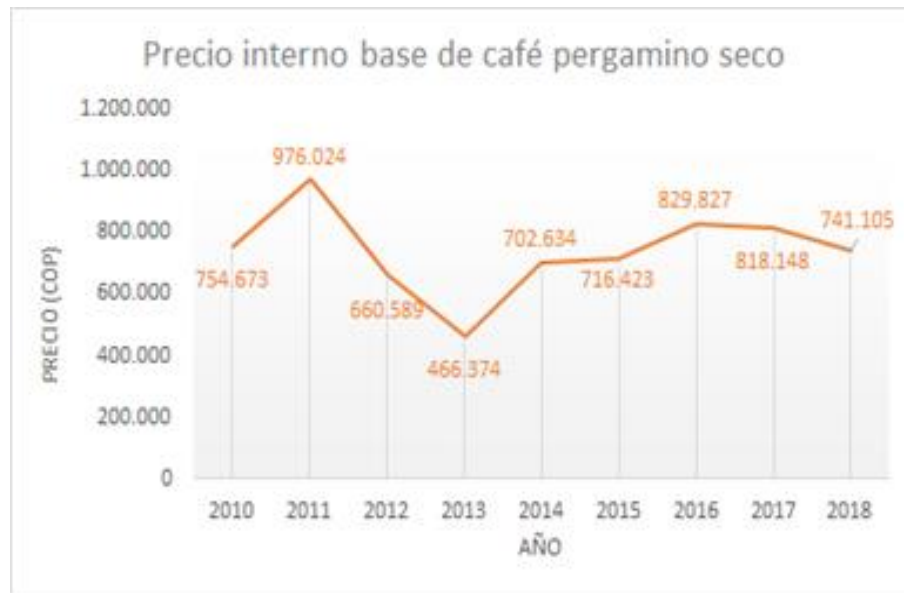


Figura 1. Variación del precio del bulto de café pergamino seco por carga de 125 kg. en los últimos 9 años. Adaptado de Federación de Cafeteros (2019).

En la figura 2 se puede observar que entre 2017-2018 se presentó una caída de 4,4% en la producción de café verde en Colombia. Esto, según la Federación Nacional de Cafeteros fue debido a que, en el 2018, el fenómeno de La Niña afectó con fuertes lluvias a varios departamentos cafeteros influyendo así en la producción anual (Sabogal, 2019).

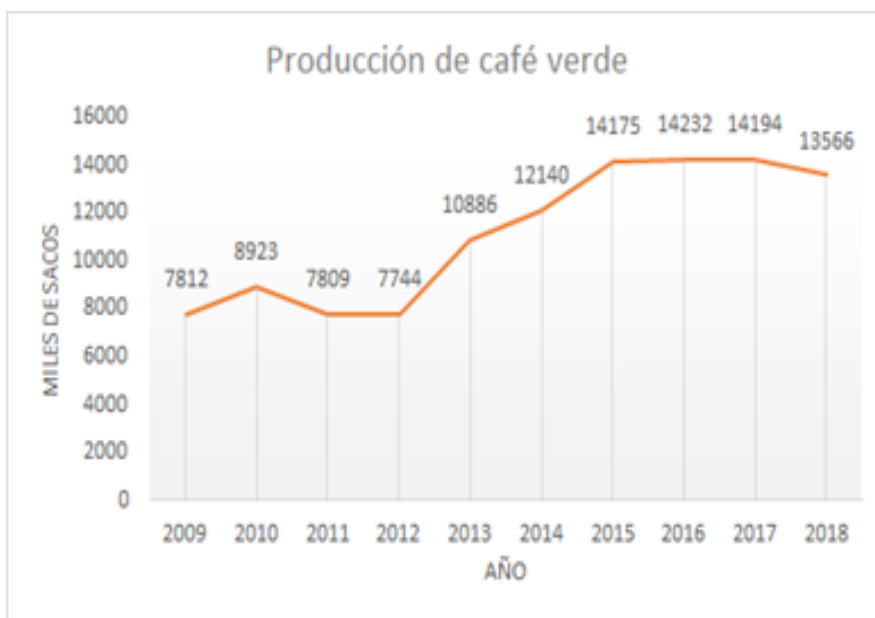


Figura 2. Miles de sacos de 60 kg de café verde producidos en los últimos 10 años. Adaptado de Federación de Cafeteros (2019).

Entre los departamentos caficultores de Colombia se encuentra Caldas, el cual se caracteriza por su alta actividad cafetera siendo uno de los mayores productores de este grano en todo el país (anualmente produce aproximadamente 1'000.000 de sacos de café tipo exportación), por ende, su economía tiene gran dependencia de este cultivo. Esta región

cuenta con aproximadamente 36.000 caficultores, 42.112 fincas cafeteras y 78.537 hectáreas sembradas de café (Paisaje Cultural Cafetero, 2017).

4.1.2. COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL CAFÉ

En la tabla 2 se puede observar la composición química del grano de café para variedad arábica y robusta, en la cual se presenta que el contenido de cafeína de los granos está entre 1 y 3%, la cantidad de lípidos entre 11 y 17%, mientras que los minerales se encuentran entre 4,5-4,7%, a su vez, los oligosacáridos y polisacáridos solubles e insolubles constituyen cerca de la mitad de la materia seca del grano tostado dependiendo de la especie. Conjuntamente, la fracción soluble se compone de sacarosa y polímeros de galactosa, arabinosa y manosa mientras que la parte insoluble consta de celulosa y hemicelulosa.

La composición de los granos de café se ve alterada en gran medida durante el proceso de tuestión, perdiendo gran cantidad de agua y en consecuencia ocurren grandes transformaciones químicas dándose la formación de sustancias volátiles responsables del aroma, de pigmentos poliméricos y melanoidinas. Además, se producen cambios en la composición del perfil de ácidos grasos y se genera el aumento de algunos ácidos grasos trans (Dorado, 2013).

Tabla 2. *Composición del café (porcentaje en base seca).*

Componente	Variedad arábica (%)	Variedad robusta (%)
Cafeína	1.3	2.4
Minerales	4.5	4.7
Lípidos	17	11
Trigonelinas	1	0.7
Proteínas	10	10
Ácidos alifáticos	2.4	2.5
Ácidos clorogénicos	2.7	3.1
Carbohidratos	38	41.5
Aromas volátiles	0.1	0.4
Malanoidinas	23	23

Fuente: Adaptado de Viani (1991).

A partir de la extracción de aceite de materias primas como café, semilla de guanaba y almendra de marañón se ha estudiado la composición de ácidos grasos, donde se ha encontrado que los lípidos presentes en el café corresponden a tocoferoles, diterpenos, esteroides y ácidos grasos (AG), estos últimos pueden estar esterificados con el glicerol en los triglicéridos, con diterpenos o con esteroides. En el aceite de café los AG que se presentan en mayor medida son el ácido palmítico (C16), linoleico (C18:2), oleico (C18:1) y esteárico (C18) (Spiller, 1998).

Por esterificación de los ácidos grasos Oliveira, Franca, Camargos & Ferraz (2008) concuerdan con Calligaris, Munari, Arrighetti & Barba (2009) que en mayor proporción se

encuentran el ácido linoleico, seguido de ácido palmítico, esteárico y oleico, y en menor cantidad el ácido araquidónico (C20) y en trazas los ácidos gadoleico (C20:1) y behénico (C22) (Pelle, 1999). En la tabla 3 se muestran los AG de aceites extraídos de materias primas como el café, la almendra de guanábana y la de marañón, donde se observa que a pesar de que el aceite de café tiene mayor contenido de ácido palmítico (48,11%) en comparación con el aceite de almendra de guanábana (25,5%) y de marañón (10,43%), presenta mayor cantidad de ácido linoleico (34,02%) y linolénico (2,32%) que los otros dos aceites mencionados, sin embargo, en cuanto al ácido oleico, el aceite extraído de café presenta menor cantidad (9,41%) que los aceites extraídos de la almendra de guanábana (39,5%) y de marañón (64,36%).

Tabla 3. Composición de ácidos grasos de aceites vegetales de diferentes materias primas.

		MATERIA PRIMA		
		Aceite de café (Dorado, 2013)	Aceite de almendra de guanábana (Solís, Amador, Hernández & Durán, 2010)	Aceite de almendra de marañón (Lafont, Páez, & Portacio, 2011)
% AG	Caproico	--	--	--
	Caprílico	--	Trazas	--
	Cáprico	--	--	--
	Láurico	--	--	--
	Mirístico	--	--	--

Palmítico	48,11	25,5	10,43
Palmitoleico	--	1,5	--
Estearico	6,13	6,0	8,21
α -linolénico	--	--	--
Oleico	9,41	39,5	61,36
Linoleico	34,02	27,0	19,48
Linolénico	2,32	--	0,52
Gadoleico	--	--	--
Gondoico	--	0,5	--
Pelargonico	--	Trazas	--
Araquídico	--	Trazas	--
AGMI	--	41,5	--
AGS	--	31,5	--
AGI	--	--	--
AGPI	--	27,0	--

4.2. EXTRACCIÓN DE ACEITE A PARTIR DE CAFÉ

Entre los principales productos que son elaborados en Colombia, se pueden encontrar algunos subproductos a partir de los que se extraen aceites vegetales por diferentes métodos y condiciones de operación las cuales presentan variados rendimientos, como se informa en

la tabla 4. Los disolventes más utilizados en la extracción de aceites a nivel de laboratorio son los derivados del petróleo como, el hexano y pentano y los disolventes halogenados (Thijs, 2006). Según Giraldo, Velásquez & Cuartas (2010), quienes evaluaron disolventes como hexano, acetona, tolueno, benceno, etanol y éter de petróleo para la extracción de aceite a partir de semillas de *Jatropha curcas L.* determinaron que el disolvente óptimo para la extracción fue el hexano con un rendimiento del 91% para un tamaño de partícula de 0,5 mm. Dentro de las ventajas que presenta este disolvente para ser tan utilizado en extracciones se encuentran: se puede separar fácilmente del aceite ya que tiene alto coeficiente de volatilidad y se puede destilar cerca de los 75°C, el precio es relativamente bajo a comparación del benceno, el grado de toxicidad no alcanza niveles perjudiciales para la salud humana, los aceites extraídos por medio de este disolvente presentan excelentes características físico químicas lo que proporciona calidad al aceite, por otro lado es daño medioambiental causado por la utilización de este disolvente es mínimo, debido a que se puede reutilizar y en el proceso no se presentan grandes fugas.

Tabla 4. Productos agrícolas para la extracción de aceite vegetal.

Materia Prima	Masa producida	Masa utilizada	% Rendimiento	Método	Referencia
Aceite de café (grano sano)	14,19 millones de sacos, cada	2 kg	8,78	Extrusión	López (2007)

Trilla del café pergamino	uno con un peso de 60 kg	800 g	8,47	Extrusión	López & Castaño (1999)
	hasta 2017 (Dinero, 2018)		16,8	Disolventes (N-hexano)	

Por consiguiente, dentro de la evaluación de los diferentes métodos de extracción para el aceite de café, en la tabla 5 se describen los métodos más utilizados, condiciones de proceso y sus rendimientos finales. A partir de esta información se pudo determinar que la extracción que presentó mayor rendimiento (16,75%) fue en la que se utilizó café excelso tostado y molido, por metodología Soxhlet usando hexano como disolvente, sin embargo, la extracción del aceite en el mismo trabajo, utilizando fluidos supercríticos también obtuvo un rendimiento representativo (12,13%) a comparación de los otros métodos empleados para lixiviar diferentes tipos de café. De tal manera, se puede considerar que el rendimiento de la extracción se verá influenciado por el estado de la materia prima y las condiciones del proceso.

Tabla 5. Diferentes métodos de extracción de aceite de café encontrados en la literatura.

Tipo de café	Método	Condiciones de proceso	Rendimiento	Referencia
Café excelso tostado y molido	Extracción con CO ₂ supercrítico	200 g de muestra con tamaño promedio de partícula de 490 µm, a 331 Bar y 36°C.	12,13%	Dorado (2013)

	Extracción Soxhlet	A presión atmosférica (0,98 atm) utilizando 150 mL de hexano a 69°C en un tiempo de extracción de 8 horas.	16,75%	
Café con grado de tostión tipo consumo	Extracción con fluido supercrítico (CO ₂)	A 450 bar, 68°C por 90 minutos y con flujo de CO ₂ de 40 g/min	6,2%	Díaz & Vásquez (2011)
Café con grado de tostión tipo catación			5,3%	
Café con grado de tostión tipo semitostado			4,8%	
Café tipo verde			4,6%	

4.2.1. EXTRACCIÓN SOXHLET

El fundamento de la extracción sólido líquido por el método Soxhlet consta de cinco etapas, las cuales son (Núñez, 2008):

- Colocar el disolvente en el balón
- Disponer la muestra en el interior del cartucho poroso
- Ebullición del disolvente que se evapora a reflujo en el condensador
- Permitir que el disolvente cubra el cartucho hasta el punto en que se produce el reflujo, permitiendo que el disolvente llegue al balón con el material extraído
- Repetir la cantidad de veces necesaria hasta que la muestra quede agotada.

Entre las ventajas que presenta la extracción Soxhlet se encuentra (Ávila, 2012):

- La muestra se encuentra en contacto directo con el disolvente de lixiviación en repetidas ocasiones
- La solubilidad del analito se beneficia por la temperatura de la extracción
- No se hace necesario filtrar luego del proceso de extracción
- La metodología empleada no es difícil de ejecutar
- Es un método que no depende de la matriz utilizada

4.3. AFECTACIONES DEL CAFÉ

La presencia de algunas enfermedades y plagas afectan la calidad del fruto del café generando inconvenientes para los caficultores ya que su control demanda tiempo, esfuerzo y dinero adicional que podría utilizarse para la mejora, sostenimiento y expansión del cultivo.

Dentro de las enfermedades que afectan los cafetales colombianos se encuentran la roya, las llagas del cafeto y la mancha de hierro y con mayor importancia económica, la broca (Federación Nacional de Cafeteros, 2010).

4.3.1. LA BROCA

Se origina en África ecuatorial, pero a inicios del siglo pasado fue introducida a América, actualmente se conoce de su presencia en 19 países, entre los cuales están Colombia y Brasil, reconocidos mundialmente como grandes productores de café. En Colombia se registra a partir de 1988 y desde entonces se han producido grandes pérdidas en todos los departamentos cafeteros. Dependiendo de la latitud, la temperatura y la humedad, entre 100 y 150 días después de la floración, se considera que el grano tiene un peso seco $\geq 20\%$, de ahí que el fruto sea susceptible al ataque del insecto (Landa, 2017).

Las perforaciones generadas por los insectos favorecen el ingreso y proliferación de los microorganismos al fruto, en consecuencia, el daño físico ocasionado los hace más vulnerables al ataque de otras plagas. Dichas perforaciones provocan la pérdida de peso del grano, lo que a nivel mundial ha dejado pérdidas por 500 millones de dólares anuales. Otra de las afectaciones producidas es la interrupción del proceso de maduración, lo que conlleva a la caída anticipada de los frutos verdes con pérdidas entre el 5 y 23% del cultivo. A su vez, se incrementan los costos de producción ya que el caficultor debe invertir más tiempo y dinero en el manejo de la recolección del fruto y las medidas de control para esta plaga (Landa, 2017).

La broca no es un insecto fácil de controlar con métodos tradicionales debido a que durante toda su vida éste se encuentra protegido en el interior del grano de café perforado, sin embargo, como método preventivo se ha utilizado en gran medida el manejo integrado, ya que permite que el cafetal cumpla con los criterios de exportación en cuanto a producción y calidad, dicho procedimiento consiste en la cosecha oportuna de los frutos justo cuando están en estado óptimo de maduración, también incluye la utilización de avispas y hongos que atacan directamente al insecto (Café de Colombia, 2010).

Según la Federación Nacional de Cafeteros (2016), los granos que se cosechan y estén afectados por broca se pueden enterrar o tratar con calor en silos de café. No obstante, para que el caficultor pueda comercializar el grano defectuoso a pesar de que la retribución

económica sea inferior a la que recibiría por la venta de un saco de café en buen estado, deben secarlo al sol por un tiempo de 48 h o secarlo en silos mecánicos.

La afectación por broca puede darse en diferentes niveles como se muestra en la figura 3, en donde se presentan tres grados de daño en la almendra:



T = Almendra en óptimas condiciones, 1 = Grado uno de daño, 2 = Grado dos de daño, 3 = Grado tres de daño.

Figura 3. Niveles de afectación por broca en los granos de café.

Fuente: López & Castaño (1999).

Por consiguiente, este estudio pretende revalorizar el café (*Coffea arabica*) afectado por broca, de manera que se aproveche su composición en lípidos (17%) y así generar alternativas de procesamiento como la extracción de aceite.

5. METODOLOGÍA

5.1. OBTENCIÓN DEL CAFÉ

El café afectado por broca (*Hypothenemus hampei*) fue proporcionado por caficultores de la región de Caldas. La selección del grano se realizó en base al grado de afectación, ya que se solicitó con grado 1 y tostado, donde del total de la muestra, el 55% de los granos se encontraba con este grado de afectación. La tosti3n se realizó a $180 \pm 5^\circ\text{C}$ por 15-20 min. El grano se utiliz3 con estas características debido a que el contenido de humedad de 3ste comparado con un grano verde, es menor, lo que facilitar3a el proceso de molienda, adem3s, seg3n Dorado (2013), L3pez (2007), D3az & V3squez (2011), Mueanmas *et al*, (2019), Abdullah & Bulent Koc (2003) y Cunha *et al*, (2018) se encontr3 que para la extracci3n de aceite se utilizaba en gran medida el grano tostado, lo cual genera mayores rendimientos en el proceso y reducci3n en el contenido de diterpenos del aceite de caf3, generando esto un aumento en la estabilidad del mismo.

5.2. PRETRATAMIENTO

5.2.1. MOLIENDA

El proceso de molienda se realiz3 en un molino manual marca Corona.

5.2.2. TAMIZADO

El análisis granulométrico del café se basó en la NTC 2441 de Icontec, la cual presenta el método para la determinación del tamaño promedio de partícula por distribución granulométrica para café tostado y molido.

Inicialmente, se pesó cada uno de los tamices a usar (16, 18, 20, 30, 40, 50 y 70 de denominación ASTM), luego de esto, sobre el fondo se ubicó uno a uno de abajo hacia arriba en orden creciente de la luz de malla cada tamiz, posteriormente, se pesó una muestra de 50 gramos de café tostado y molido y se depositó en el tamiz superior, se cubrió con la tapa y se ubicó el conjunto de tamices en el tamizador TYLER tipo RO TAP modelo RX-29 (figura 4), se verificó que estuvieran seguros y se procedió a tamizar la muestra durante 10 minutos, finalmente, se pesó cada uno de los tamices con los respectivos finos o gruesos para así obtener los pesos finales que fueron utilizados para determinar el tamaño promedio de partícula del café a utilizar en la extracción.



Figura 4. Tamizador TYLER tipo RO TAP modelo RX-29.

5.3. HUMEDAD

La determinación de humedad se realizó para los granos de café y para la harina obtenida de la molienda de estos. Se pesó aproximadamente de 5 g de muestra en un recipiente seco previamente pesado. Se llevó dicho recipiente con la muestra a un horno de secado durante 1 hora a 105°C, posteriormente se sacó y se dejó enfriar a temperatura ambiente en un desecador (como se observa en la figura 5) y se pesó. Cada 30 minutos se repitieron las operaciones de calentamiento, enfriamiento y pesaje hasta que la pérdida de peso entre dos mediciones seguidas no excediera los 2-4 mg de diferencia. Según la normativa ISO 662:1998 la humedad se puede determinar mediante la ecuación (1):

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (1)$$

Donde:

m_0 : masa en gramos del recipiente antes del proceso.

m_1 : masa en gramos del recipiente con la muestra antes del calentamiento.

m_2 : masa en gramos del recipiente con la muestra después del calentamiento.



Figura 5. *Caracterización de humedad en harina de café.*

5.4. DISEÑO EXPERIMENTAL

En el proceso de extracción de aceite obtenido del grano de café con broca se variaron parámetros como la relación disolvente-alimento (50:1, 70:1 y 100:1 (v/w)) y el tipo de disolvente (etanol, hexano y agua-etanol).

Tabla 6. Diseño experimental para la extracción de aceite de café afectado por broca.

Relación disolvente-alimento	Tipo de disolvente	Rendimiento
50:1	Etanol	R1
		R2
		R3
	Hexano	R1
		R2
		R3
	Agua-Etanol	R1
		R2
		R3
70:1	Etanol	R1
		R2
		R3
	Hexano	R1
		R2
		R3
	Agua-Etanol	R1
		R2
		R3
100:1	Etanol	R1
		R2
		R3
	Hexano	R1
		R2
		R3
	Agua-Etanol	R1
		R2
		R3

5.5. EXTRACCIÓN SOXHLET DE ACEITE DE CAFÉ CRUDO AFECTADO POR BROCA

La extracción del aceite contenido en los granos de café afectado por broca se realizó en el equipo Soxtec™ 2050 (véase figura 6). Inicialmente se procedió a pesar 1 g de la muestra

en papel filtro previamente pesado, que posteriormente se llevó a un dedal de celulosa cuyo peso ya se conocía. A su vez, el dedal fue llevado al equipo de extracción y por medio del sistema de carga se depositó el disolvente en los dedales en cantidades de 50 mL, 70 mL y 100 mL para cada disolvente, hecho esto se cerró la cámara y comenzó el proceso de extracción que demoró aproximadamente una hora y cuarenta minutos. Pasado este tiempo se sacaron los dedales y se llevaron a la estufa de secado a 105°C hasta peso constante para posteriormente ser nuevamente pesados.



Figura 6. *Equipo Soxhlet para extracción de aceite de café brocado con disolventes.*

5.6. DETERMINACIÓN DEL RENDIMIENTO DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN

Se obtuvo a partir de la cantidad de aceite extraído por unidad másica de materia prima utilizada en términos porcentuales, es decir, gramos de aceite/gramos de materia prima x 100.

5.7. ANÁLISIS ESTADÍSTICO: Los resultados en términos de rendimiento corresponden a cada relación disolvente-alimento y el tipo de disolvente empleado en la extracción se procesaron utilizando un software estadístico (Minitab versión 17.2.1) aplicando un ANOVA con prueba de Tukey para poder determinar si existían diferencias entre los datos.

5.8. PRUEBAS FISICOQUÍMICAS AL ACEITE EXTRAÍDO

5.8.1. DENSIDAD: Se realizó por el método del picnómetro, es decir, se pesó el picnómetro vacío, luego se llenó el picnómetro en su totalidad con la muestra, se tapó y se procedió a pesar nuevamente.

5.8.2. ÍNDICE DE PERÓXIDO se determinó mediante la adaptación del método oficial AOCS Cd 8-53: Se pesó 1 g de muestra homogeneizada en un Erlenmeyer de 250 mL con tapa esmerilada. Luego se añadieron 25 mL de una solución de ácido acético: cloroformo (3:2) y se agitó hasta que se disolvió completamente. Se procedió a añadir 1 mL de solución saturada de KI (o bien 2 g), tapar y agitar durante un minuto en oscuridad. Luego de esto, se añadieron 75 mL de agua destilada. Se procedió a valorar con tiosulfato de sodio 0,1 N, hasta la desaparición

parcial o total del color amarillo. Posteriormente se adicionaron 2 mL de solución de almidón al 1% y se continuó la valoración agitando constantemente hasta la desaparición del color azul. Se hizo un blanco con los reactivos utilizados.

A continuación, se presenta la ecuación (2) con la cual se calculará el valor de peróxido o VP en miliequivalentes de oxígeno por kilogramo:

$$VP = \frac{(S-B) * N * 1000}{m} \quad (2)$$

Donde:

S: Volumen en mL de la solución de tiosulfato de sodio utilizado para la determinación.

B: Volumen en mL de la solución de tiosulfato de sodio utilizado para la muestra control.

N: Normalidad de la solución de tiosulfato de sodio.

m: Masa en gramos de la muestra analizada.

5.8.3. VALOR ÁCIDO se cuantificó según la NTC 218:2011 de Icontec. Para ello se pesó 1 g de muestra bien mezclada en un Erlenmeyer de 250 mL y se agregaron 50 mL de mezcla de alcohol-éter, se mezcla y se procedió a agregar 0,1 mL de solución de fenolftaleína. Luego de

esto se tituló con KOH alcohólico 0,1 N en movimiento constante hasta que apareciera una coloración rosa tenue permanente y persiste por un tiempo mayor a 15 s.

El valor ácido, expresado como la fracción de masa se calculará con la ecuación (3):

$$W_{AV} = \frac{56.1 \times cV}{m} \quad (3)$$

Donde:

c: Concentración exacta en moles por litro de la solución normalizada volumétrica de hidróxido de sodio o potasio empleada.

V: Volumen en mL de la solución normalizada volumétrica de hidróxido de sodio o potasio empleada.

m: Masa en gramos de la muestra utilizada en el ensayo.

5.8.4. PRUEBA DE YODO se siguió la metodología propuesta por Muñoz (2015), se pesó 0,3 g de aceite en un matraz de 500 mL. Se agregaron 10 mL de cloroformo y se agitó vigorosamente. Se adicionaron 10 mL de solución de Wij en el matraz que contenía la muestra de prueba, se tapó y se agitó hasta que la muestra estuviera homogénea.

Inmediatamente se almacenó en la oscuridad y se contabilizaron 30 minutos, luego de esto se añadieron 5 mL de solución KI y se agitó, se procedió a agregar 100 mL de agua y a titular con la solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, con agitación constante, se continuó la titulación hasta que el color amarillo desapareciera casi en su totalidad, luego de esto se agregó 1-2 mL de solución indicadora de almidón y se continuó titulando hasta la ausencia de color azul. Se repitió el procedimiento anterior sin tomar una muestra (es decir, aceite) y se anotó la lectura correspondiente para la titulación en blanco.

La ecuación 4) para el cálculo del índice de yodo es igual a:

$$\text{Índice de yodo (IV)} = \frac{(B-S) \times M \times 12.69}{m} \quad (4)$$

Donde:

B: Volumen en mL gastado en la titulación del blanco.

S: Volumen en mL gastado en la titulación de la muestra.

M: Molaridad de la solución de Tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

m: Peso en gramos de la muestra utilizada.

5.8.5. CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE POR CROMATOGRAFIA DE GASES: Inicialmente las muestras de 20 mg fueron derivatizadas adicionando BSTFA como agente sililante y piridina como agente catalizador a temperatura ambiente en un tiempo de derivatización de 60 minutos, luego de este proceso, la tricaprina (estándar interno) se adicionó a las muestras para posteriormente ser analizadas en un cromatógrafo de gases AGILENT 6820 equipado con un detector FLD, una precolumna de silica (0,3 m x 0,53 mm) y una columna capilar de silica SUPELCO SGE HT-5 (12 m x 0,53 mm x 0,15 μ m). Las muestras de 1 μ L fueron inyectadas manualmente después de 1 min de estabilización a 140°C, la temperatura del horno fue programada para aumentar de 140 a 380°C y permanecer a 380°C por un tiempo de 10 minutos. El inyector estuvo a 350°C y el detector a 390°C. Cada corrida tomó 23 min. El gas de arrastre empleado fue nitrógeno con un flujo de 8 mL/min y una relación de división de 50:1. La adquisición y el procesamiento de los datos fueron desarrollados con el programa Certy. Mas detalles de esta técnica pueden ser encontradas en “Kinetics of palm oil ethanolysis”, de Narváez, Noriega & Cadavid (2015).

5.9. CURVA DE EXTRACCIÓN SÓLIDO-LÍQUIDO

A partir de los datos obtenidos de la extracción se realizará el cálculo de la curva de equilibrio sólido-líquido. En la figura 7, se puede observar el balance de materia requerido para los cálculos, donde el círculo representa la operación de extracción completa, incluyendo el mezclado del sólido y del disolvente de lixiviación. Se debe trabajar en sistemas de tres componentes los cuales son: A (disolvente puro), B (sólido insoluble que contiene el compuesto de interés), y C (solute soluble) (Treybal, 1988):

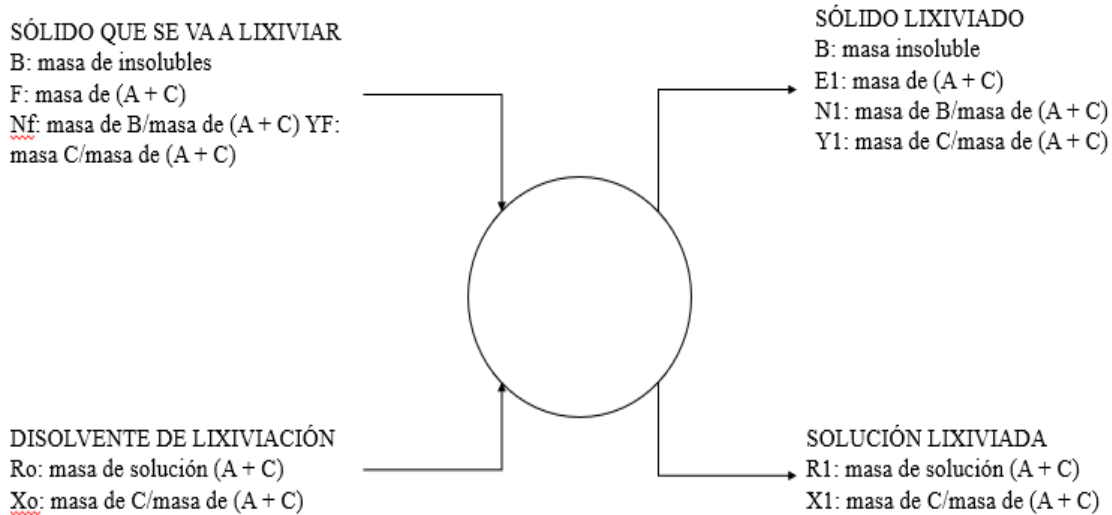


Figura 7. Balance de materia para la determinación de la curva de equilibrio sólido - líquido.

Donde:

F: Alimentación, es decir solubles a lixiviar

N_f: Fracción de sólido insoluble de la alimentación

y_F: Concentración del soluto en la alimentación expresada como fracción

E₁: Disolvente y solutos lixiviados

N₁: Fracción del sólido insoluble en la etapa 1

y₁: Concentración del soluto en una mezcla a final de la etapa 1

R₀: Disolvente y solutos en la solución de lixiviación

x₀: Concentración del soluto en disolvente inicial

R₁: Disolvente y solutos en la solución lixiviada

x₁: Concentración del soluto en solución final

Para realizar el balance de materia se usarán las siguientes ecuaciones.

La concentración de sólidos insolubles (B) en una mezcla se expresa como:

$$B = N_F F = E_1 N_1 \quad (5)$$

Balance de soluto C

$$F y_F + R_0 x_0 = E_1 y_1 + R_1 x_1 \quad (6)$$

Balance de disolvente (A)

$$F(1 - y_F) + R_0(1 - x_0) = E_1(1 - y_1) + R_1(1 - x_1) \quad (7)$$

Balance de la solución (soluto y disolvente)

$$F + R_0 = E + R = M_1 \quad (8)$$

M_1 se considera como la mezcla de los sólidos que se van a lixiviar y el disolvente de lixiviación la cual está libre de B, de tal manera que:

$$N_{M1} = \frac{B}{F+R_0} = \frac{B}{M_1} \quad (9)$$

$$y_{M1} = \frac{y_F F + R_0 x_0}{F+R_0} \quad (10)$$

5.9.1. DISEÑO PRELIMINAR DE SISTEMA DE EXTRACCIÓN SÓLIDO – LÍQUIDO

Para construir la gráfica se ubicaron los valores de y_F en el eje X y los valores de N_F en el eje Y. Luego de esto, se calcularon las coordenadas con las ecuaciones

9 y 10 que fueron ubicadas en la gráfica determinando así M_1 , una vez obtenido este punto se trazó una línea hasta que se cruzara con la línea N_F vs y_F , el punto en el que se cruzaron las líneas determinó el valor de N , que se reemplazó en la ecuación 9 y se despejó la masa M . De esta masa se obtuvo la cantidad de aceite y disolvente en el remanente, la masa M_1 se multiplicó por la fracción de aceite en el sólido a lixiviar y este valor se restó a M_1 para conseguir el disolvente.

A partir de los datos experimentales se obtuvieron las coordenadas para crear la curva, de la siguiente forma:

Luego de la extracción se generaron dos productos, una torta con disolvente y un extracto de aceite con disolvente, además se conocen las relaciones trabajadas en cuanto a disolvente - alimento. De esta manera, para la determinación de C , la torta resultante fue pesada y luego se evaporó el disolvente que contenía, hasta peso constante, así la diferencia entre la masa inicial y la torta después del secado fue el valor de C (sólido soluble), además se obtuvo el valor de B con el peso final de la torta después del secado. Obteniendo B y C ya se tenían las composiciones de entrada $N_f = B/C$ ya que no se tiene composición A y $Y_f = 1$. Como el disolvente utilizado no tenía composición en aceite entonces $X_0 = 0$, mientras que el R_0 varió dependiendo de la relación disolvente - alimento.

Luego de la extracción se obtuvo un lixiviado en cual completó el balance, este tenía un contenido de disolvente y una composición de aceite, de esta manera la masa final del lixiviado resultó ser $E_1=A+C$. Para determinar la composición en aceite y la cantidad de disolvente en el lixiviado este último se evaporó con rotavapor hasta obtener la masa de compuesto de interés lo más pura posible y al tener la masa inicial se determinó X_1 que es el disolvente que se evaporó de la solución lixiviada.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

A continuación, se presentan los resultados obtenidos para cada una de las pruebas propuestas en la metodología.

6.1. TAMIZADO

A partir del perfil granulométrico presentado en la tabla 7 se determinó que el 24% del total de la muestra tenía un tamaño promedio de partícula de 0,36 mm, por lo que este tamaño fue elegido para realizar el proceso de extracción. Araújo & Sandi (2007) usaron diferentes tamaños de partícula para realizar la extracción de aceite de café utilizando dióxido de carbono supercrítico, donde encontraron que los mejores resultados los obtuvieron utilizando tamaños de partícula entre 0,30 y 0,35 mm, siendo el tamaño utilizado para este estudio muy similar a reportado. Sin embargo, es importante mencionar que el uso del molino manual no permitió que se obtuviera una mayor uniformidad en el tamaño de partícula, por lo que la muestra quedó distribuida en los diferentes tamices.

Tabla 7. Perfil granulométrico de la harina de café.

Malla	Diámetro Orificio (mm)	Diámetro Partícula (mm)	m (Fraccion diferencial)
16	1,18	1,18	0,21
16/18	1	1,09	0,12
18/20	0,85	0,93	0,09
20/30	0,6	0,73	0,24
30/40	0,425	0,51	0,05
40/50	0,3	0,36	0,24
50/70	0,212	0,26	0,06
70		0,11	0,01
		Σ	1,00

6.2. HUMEDAD

Se realizó el análisis de humedad para el grano con el fin de conocer en qué condiciones de humedad se encontraba y así determinar si era necesario un tratamiento térmico para retirar agua o si su estado era óptimo para realizar la molienda. Al obtener un porcentaje de humedad del grano de 0,46% como se observa en la tabla 8, se consideró que estaba en buenas condiciones para realizar el proceso de molienda. Luego de la molienda del grano, se realizó un análisis de humedad a la harina obtenida con el objetivo de determinar si la harina estaba en condiciones adecuadas para realizar la extracción del aceite, al obtener una humedad de 1,92% (véase tabla 9) se considera que ya podía ser utilizada en el proceso de extracción por método Soxhlet.

Para la extracción de aceite de café con métodos Soxhlet y con CO₂ supercrítico, Araújo & Sandi (2007) utilizaron granos comerciales de café verde y tostado (*C. arabica*) que contenían 9,98% y 2,40% de humedad, respectivamente, donde determinaron que para la extracción Soxhlet la mayor cantidad de aceite extraído (15,49% en base seca) se obtuvo con 2,4% de humedad, indicando esto que para la extracción Soxhlet se obtienen mejores resultados con muestras de baja humedad.

Tabla 8. *Determinación de humedad en granos de café.*

Humedad de los granos			
Cápsula	Cápsula + muestra antes del calentamiento (g)	Cápsula + muestra después del calentamiento (g)	Humedad (%)
1	79,55	79,52	0,58
2	71,64	71,62	0,39
3	80,57	80,55	0,40
Promedio			0,46 ± 0,11

Tabla 9. *Determinación de humedad en harina de café.*

Humedad de la harina			
Cápsula	Cápsula + muestra antes del calentamiento (g)	Cápsula + muestra después del calentamiento (g)	Humedad (%)
1	71,56	71,46	1,96
2	80,63	80,53	1,97
3	79,91	79,82	1,84
Promedio			1,92 ± 0,08

6.3. EXTRACCIÓN

6.3.1 RENDIMIENTO DE EXTRACCIÓN

Una vez obtenidos todos los rendimientos del proceso de extracción se procedió a realizar el ANOVA general que se presenta en la tabla 10, donde se analizaron los dos factores evaluados (tipo de disolvente y relación) y la interacción de estos. A partir de dicho análisis de varianza fue posible determinar que no existe ningún tipo de interacción entre los dos factores evaluados, ya que $P > 0,05$, a su vez se evidencio que para el factor relación disolvente – alimento al menos una de las muestras es diferente ya que, $P < 0,05$, lo mismo ocurre para el tipo de disolvente.

Tabla 10. *Análisis de varianza general.*

Fuente	GL	SC Sec.	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Relación	2	58,994	58,994	29,497	31,33	0,000
Disolvente	2	493,217	493,217	246,608	261,93	0,000
Interacción	4	8,904	8,904	2,226	2,36	0,092
Error	18	16,947	16,947	0,942		
Total	26	578,061				

Se realizaron comparaciones por pareja mediante el método Tukey para determinar las diferencias entre las relaciones y los disolventes utilizados, obteniendo la información que se presenta en las tablas 11 y 12.

Tabla 11. Comparaciones por pareja de Tukey: Relación.

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%				
Relación	N	Media	Agrupación	
100:1	9	11,14	A	
70:1	9	8,31		B
50:1	9	7,77		B
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.				

Tabla 12. Comparaciones por pareja de Tukey: Disolvente.

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%				
Disolvente	N	Media	Agrupación	
Hexano	9	15,09	A	
Etanol	9	6,54		B
Etanol-Agua	9	5,59		B
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.				

6.3.1.1. EXTRACCIÓN CON ETANOL

Al realizar el análisis estadístico por ANOVA con una comparación por el método de Tukey, se determinó que en la extracción con etanol se presentaron diferencias significativas entre las cantidades de disolvente utilizado frente al rendimiento de la extracción como se evidencia en la tabla 13. Encontrando que el mayor rendimiento (8,35%) se obtuvo con 100 mL de etanol, seguido de un rendimiento de 5,64% utilizando 50 mL de etanol y el menor rendimiento obtenido (5,63%) empleado 70 mL de etanol, indicando esto que existen

diferencias significativas entre la extracción con 100 mL y las extracciones con 50 y 70 mL de etanol. Es importante mencionar, que el aceite extraído con dicho disolvente presentó una coloración marrón oscura (como se puede evidenciar en la figura 8) donde se presume que fue debido a la extracción de sustancias como pigmentos propios del café.

Tabla 13. Análisis estadístico para la extracción con etanol.

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%					
Etanol (mL)	N	Media	Desv.Est.	Agrupación	
100	3	8,35	0,78	A	
50	3	5,64	0,71		B
70	3	5,63	1,14		B
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.					

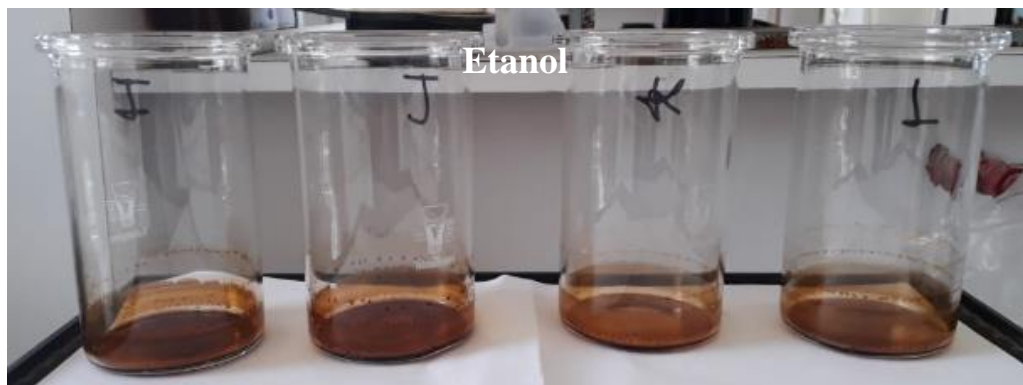


Figura 8. Características visuales de aceite de café extraído con etanol.

Brossard-González, Ferrari, Pighinelli, & Park (2010) lograron extraer aceite de semilla de jatrofa (*Jatropha curcas L.*) utilizando etanol como disolvente, obteniendo un rendimiento medio para el aceite extraído con etanol de 34,34%, que representa un 107,3% del aceite total

presente en las semillas, sin embargo, el aceite de las semillas enteras de jatrofa se observó con una coloración marrón-rojiza como pasó en este estudio, posiblemente debido a la extracción de impurezas como gomas y pigmentos contenidas en la semilla, ya que el uso del etanol para el proceso puede provocar la solubilización de los carbohidratos contenidos en la semilla por la similitud en la polaridad que el disolvente y estas sustancias tienen.

A su vez, Sánchez, Fernández y Nolasco (2015) realizaron una extracción solido-líquido a semillas o granos de canola empleando etanol y hexano como disolventes y evaluando diferentes tiempos de extracción, donde encontraron que para cortos y largos tiempos de extracción (5, 15, 240 y 1080 min) se obtuvieron mayores rendimientos empleando hexano, mientras que para tiempos intermedios (30, 60 y 120 min) no encontraron diferencias significativas con respecto a la extracción con etanol, lo cual según Ferreira-Dias, Valente y Abreu (2003) es debido al mayor poder solubilizante del hexano respecto a los triglicéridos. Sin embargo, Johnson y Lusas (1983) informan que el etanol puede extraer mayor cantidad de fosfátidos y compuestos insaponificables en comparación del hexano debido a la alta polaridad que posee el etanol.

Soto-García & Rosales-Castro (2016), evaluaron el efecto de la concentración de etanol sobre los rendimientos de extractos para la extracción de compuestos fenólicos y la capacidad antioxidante de extractos de corteza de *Pinus durangensis* y *Quercus sideroxylla*, donde encontraron que en la corteza de *Q. sideroxylla* se observó una tendencia de disminución de

los sólidos extraíbles a medida que se aumentaba la concentración de etanol, de manera que la muestra con disolvente al 80% mostró el menor rendimiento de extracción de sólidos, con $19,15 \pm 0,3\%$ mientras que la de etanol al 50% tuvo el mayor rendimiento ($24,95 \pm 1,2\%$). Por otro lado, Ramos, Bocalandro, Riquelme, Sanhueza, Aspé, Roeckel, & Fernández (2013), para corteza de *Pinus radiata* obtuvieron mayor rendimiento de extracto a medida que disminuían la concentración de etanol, utilizando una temperatura de 40°C , caso contrario a lo observado para corteza de *P. durangensis*, en el que al disminuir la concentración de etanol obtuvieron los menores rendimientos, posiblemente debido a que la temperatura utilizada no fue la misma. De acuerdo con lo anterior, cuando se realizan extracciones con etanol los rendimientos se ven muy afectados por las condiciones del proceso como la temperatura, así como por las características del componente que se desea extraer, siendo esto lo que posiblemente ocasiono que el mayor rendimiento de extracción se obtuviera con la menor cantidad de disolvente. Aunque en algunos casos, como informan Spigno, Tramelli, & De Faveri (2007) y Nepote, Grosso, & Guzman (2005), se encuentran mayores rendimientos de extracción con aquellas relaciones que involucran apenas un volumen de disolvente necesario para cubrir el material de extracción.

6.3.1.2. EXTRACCIÓN CON MEZCLA ETANOL-AGUA

A partir de la tabla 14, se puede determinar que la extracción que presentó diferencias estadísticamente significativas fue en la que se utilizó 100 mL de la mezcla de etanol - agua

con un rendimiento de 8,29%, mientras que la extracción con 70 y 50 mL presentó rendimientos estadísticamente iguales.

Tabla 14. *Análisis estadístico para la extracción con mezcla etanol- agua.*

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%					
Etanol-agua (mL)	N	Media	Desv.Est.	Agrupación	
100	3	8,29	0,08	A	
70	3	5,32	0,88		B
50	3	3,16	1,45		B
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.					

La mezcla etanol-agua se realizó con el objetivo de evaluar el rendimiento y compararlo con el de la extracción con etanol, ya que en algunas ocasiones se ha presentado que algunos disolventes funcionan mejor en mezclas que cuando actúan solos, sin embargo, en este estudio se evidenció que el etanol funciona mejor solo que en la mezcla con agua, posiblemente por la característica del agua que es fuertemente polar. La extracción por disolventes se caracteriza por depender de la afinidad existente entre el disolvente empleado y la sustancia de interés, de acuerdo con esto puede decirse que se estableció una mayor afinidad entre el etanol y el aceite de café que entre la mezcla etanol-agua y el compuesto deseado.

Como sucedió en la extracción con etanol, el aceite extraído con la mezcla etanol-agua se caracterizó por una coloración marrón como se observa en la figura 9, siendo ésta de una tonalidad más clara en comparación con la muestra que se presenta en la figura 8.

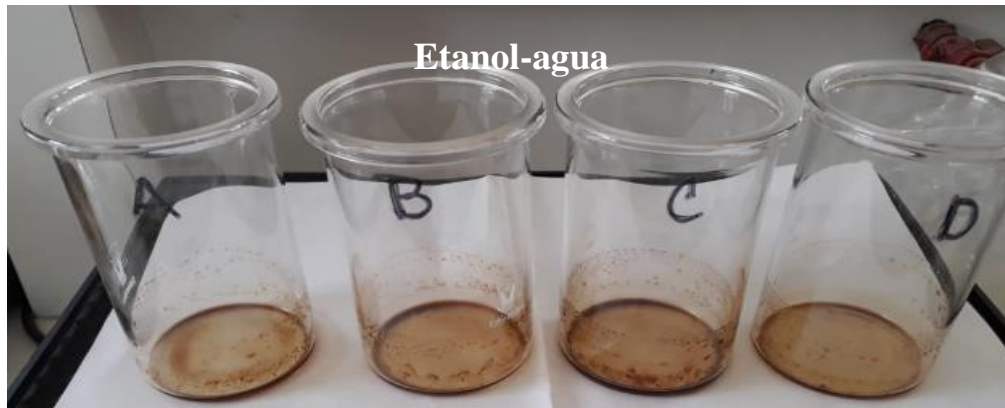


Figura 9. *Características visuales de aceite de café extraído con mezcla etanol-agua.*

6.3.1.3. EXTRACCIÓN CON HEXANO

Los resultados presentados en la tabla 15, muestran que en la extracción con 100 mL de hexano se obtuvo el mayor rendimiento (16,79%) a comparación del proceso con 70 mL (con rendimiento de 13,98%). Sin embargo, la extracción con 50 mL no presentó diferencias estadísticamente significativas respecto a la extracción con 100 y 70 mL.

Tabla 15. *Análisis estadístico para la extracción con hexano.*

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%					
Hexano (mL)	N	Media	Desv.Est.	Agrupación	
100	3	16,79	1,06	A	
50	3	14,52	1,08	A	B
70	3	13,98	0,60		B
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.					

El rendimiento obtenido para la extracción con hexano (100:1 (v/w)) en este estudio, se puede comparar con el obtenido por López & Castaño (1999), quienes realizaron extracción de aceite a granos de café afectado por broca con diferentes niveles de afectación por el método Soxhlet (usando hexano como disolvente) y reportaron valores de rendimiento que oscilan entre 15,83 y 17,21%, siendo estos valores independientes del grado de daño y del nivel de infestación del grano. Esto último se puede reafirmar debido a que el rendimiento de 17,21% obtenido por López & Castaño (1999) se obtuvo para el mayor grado de afectación por broca (grado 3), mientras que el obtenido en este estudio (16,79%) fue con grado de afectación 1.

Como se puede observar en la figura 10, el aceite obtenido por la extracción con disolvente presentó características visuales diferentes a las que presentaron los obtenidos con los otros disolventes, esto debido a que el hexano es de carácter no polar, ocasionando que no tengan lugar los citados fenómenos de solubilización que se dan en la extracción con etanol (Brossard-González, Ferrari, Pighinelli, & Park, 2010).



Figura 10. *Características visuales de aceite de café extraído con hexano.*

Para obtener una extracción selectiva el disolvente a emplear debe tener ciertas características que permitan que la obtención del componente de interés sea más pura evitando el arrastre de gran cantidad de componentes distintos al de interés.

Un disolvente selectivo no debe ser miscible con otro disolvente, por ejemplo, el agua o una disolución acuosa suele ser uno de los disolventes implicados. El otro disolvente es un disolvente orgánico, por esta razón se podría entender que la extracción con la mezcla agua-etanol no fue la más eficiente ya que estos disolventes son solubles entre sí y no permitieron que la extracción fuera selectiva ni eficiente. Por otro lado, el componente de interés para extraer debe ser mucho más soluble en el disolvente de extracción que en el disolvente original. También es importante que el resto de componentes no sean solubles en el disolvente de extracción, que el disolvente sea suficientemente volátil, para que pueda eliminarse con facilidad del componente de interés por medio de destilación o evaporación y

finalmente que no sea tóxico ni inflamable, sin embargo hay muy pocos disolventes que cumplen con estas características aunque, el hexano relativamente no es tóxico pero si es inflamable, dándole cualidades para ser un disolvente selectivo (Seco, Casamitjana, Angurell, & Caubet, 2009).

Teniendo en cuenta el análisis estadístico para los rendimientos de las extracciones realizadas y la figura 11, se considera que el disolvente que extrae en mayor proporción el aceite es el hexano, utilizando una cantidad de 100 mL, además, durante el proceso de extracción se pudo observar que con este disolvente no se arrastran componentes como taninos y pigmentos característicos del café. El segundo disolvente que presentó mayor rendimiento en la extracción fue el etanol, donde se evidenció que utilizando 100 mL se obtuvo la mayor cantidad de aceite, el cual tenía características visuales como turbidez y opacidad, por lo que se considera que este disolvente no extrae sólo el componente de interés, sino que también arrastra otras sustancias, como también ocurrió con la extracción etanol - agua la cual presentó los rendimientos más bajos. Además, se observó que no se presentaron diferencias significativas entre la mezcla etanol – agua y la extracción con etanol para relaciones 70:1 y 100:1 por lo que podría considerarse que el rendimiento de la extracción no se ve influenciado por estas concentraciones, sin embargo, la extracción con la mezcla etanol-agua presenta características visuales que permiten determinar que esta extracción no solo se enfoca en el componente de interés, sino que también arrastra otros solubles.

De acuerdo con lo mencionado anteriormente, se eligió el aceite extraído con 100 mL de hexano para realizar la caracterización fisicoquímica.

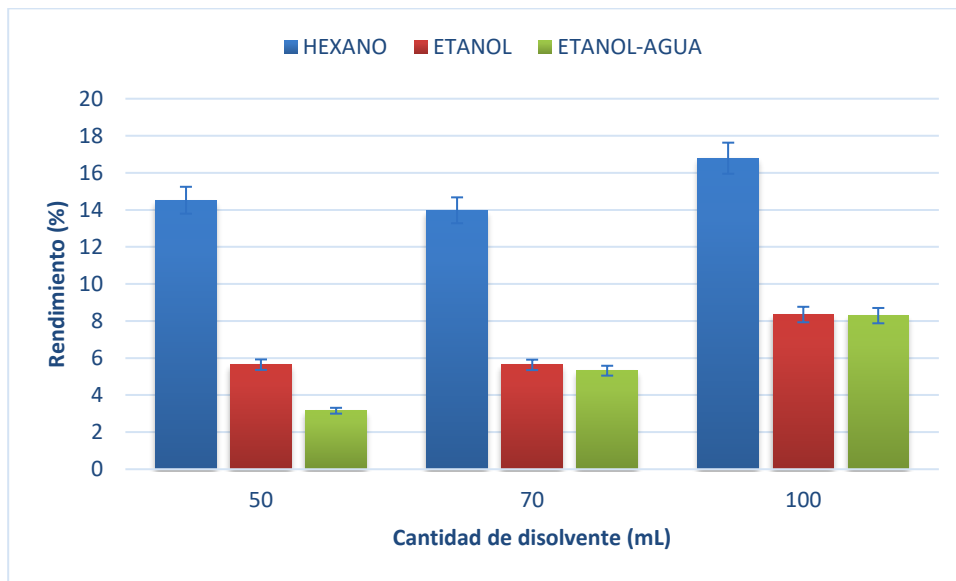


Figura 11. Rendimientos obtenidos con diferentes cantidades de disolventes.

6.4. PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DEL ACEITE CRUDO DE CAFÉ

Las propiedades fisicoquímicas determinadas para el aceite crudo extraído a partir de café afectado por broca se pueden observar en la tabla 16 donde se evidencian los parámetros evaluados, los cuales fueron: de densidad, índice de peróxido, valor ácido e índice de yodo.

Tabla 16. *Propiedades fisicoquímicas determinadas experimentalmente al aceite crudo de café.*

Prueba	Resultado
Densidad (g/mL)	0,98
Índice de peróxido (miliequivalentes de Oxígeno/kg)	19,79
Valor ácido (mg KOH/g grasa)	1,75
Índice de yodo (% yodo absorbido)	25,54

Se sabe que la densidad de los aceites siempre será menor que la del agua, ya que es por esta razón que los aceites quedan en la superficie del agua. El aceite extraído por disolventes en este estudio presentó una densidad de 0,98 g/mL a 16°C, siendo esta menor que la densidad del agua a esta misma temperatura. Ramírez (2008) reporta una densidad de 0,927 g/cm³ tomada a 23,2°C para aceite de café extraído por prensado, mientras que López & Castaño (1999) informan un valor promedio de 0,919 g/mL para aceite de café obtenido por extracción con disolventes, ambos valores son menor que el determinado en este estudio, posiblemente esta diferencia se dio a causa de la temperatura a la cual se realizó la medición, ya que esta variable influye en gran medida en la densidad.

El índice de peróxido es la cantidad de peróxidos expresada en miliequivalentes de oxígeno activo por kilogramo de grasa, que indica el grado de oxidación que tiene el producto (Resolución 2154 de 2012). La oxidación lipídica es uno de los mecanismos principalmente responsables de la degradación de los lípidos y de la alteración de los productos que los contienen. Este es un proceso el cual involucra la participación de los ácidos grasos

insaturados y el oxígeno, para formar así hidroperóxidos de los ácidos grasos que se descomponen (ya sea por el tiempo, las altas temperaturas o la acción de determinadas enzimas) en compuestos de oxidación secundaria, que generalmente tienen menor peso molecular y contienen grupos carboxílicos, lo cual los hace responsable de sabores desagradables (Frankel, 1998). Es por esto, que entre menor sea el índice de peróxido, se entiende que el aceite tiene una mayor calidad y un buen estado de conservación. Sin embargo, para el aceite de café extraído en este estudio, se obtuvo un índice de peróxido de 19,79 meqO₂/kg, un valor superior al establecido por el codex alimentarius en la norma CODEX-STAN 19 de 1991 (Rev. 2-1999), donde se indica que para “Otras grasas y aceites” (diferentes a aceites vírgenes y grasas y aceites prensados en frío) se permite hasta 10 miliequivalentes de oxígeno activo/kg de aceite.

Según la Resolución 2154 de 2012, el índice de acidez o valor ácido es el número de miligramos de KOH necesarios para neutralizar los ácidos libres en 1g de muestra. El valor ácido de la grasa representa la cantidad de ácidos grasos libre de la sustancia, generalmente es muy variable y depende de la edad de la grasa, ya que una grasa fresca no contiene cantidades representativas de ácidos grasos mientras que una grasa de mayor tiempo tendrá una gran cantidad de ácidos grasos libres por lo que la acidez incrementará y en especial si no ha sido almacenada de manera que se evite el contacto con el aire y la luz (Álvarez, Ciro, & Arango, 2018). En este estudio se obtuvo un índice de acidez de 1,75 mg KOH/g grasa, indicando esto la presencia de ácidos grasos libres en la muestra

de aceite de café crudo extraído. Dicho valor concuerda con lo reportado en la NTC 218 de 2011, ya que se indica que los aceites vegetales crudos tienen un valor ácido que oscila aproximadamente entre 1 y 4. El aceite que se logró extraer experimentalmente se puede considerar un aceite de bajo valor ácido, indicando esto que tiene una magnitud adecuada para que se pueda realizar la reacción de transesterificación y así ser empleado en la industria del biodiesel.

El índice de yodo es la cantidad de gramos de yodo absorbida por 100 gramos de grasa o aceite, constituye una medida del grado de insaturación del aceite debido a la presencia de glicéridos con ácidos grasos de dobles enlaces, a su vez, permite evaluar la capacidad de la grasa para reacciones como la oxidación y la reducción. Entre mayor es el contenido de ácidos grasos insaturados, mayor será su índice de yodo (Ramírez, 2008). Para el aceite extraído de café en este estudio, se obtuvo un valor de 25,54% de yodo absorbido indicando esto que la muestra de aceite no posee un alto grado de insaturación, concordando esto con lo informado por Dorado (2013), ya que indica que el 48,11% de los ácidos grasos, es el ácido palmítico, siendo este un ácido graso saturado de cadena larga. Este resultado es diferente al reportado por Ramírez (2008), quien informan un valor de 96,5 para aceite de Café tipo Genuino Antigua extraído por método de prensado, siendo posiblemente este un factor de diferenciación.

6.5. CARACTERIZACIÓN POR CROMATOGRAFIA DE GASES

Los resultados de la cromatografía de gases realizada a la muestra de aceite de café afectado por broca indican un contenido aproximado de triacilgliceroles entre los cuales se determinó la presencia de ácidos grasos como linoleico (42%), oleico (31%) y palmítico (37%) como se observa en la tabla 17. Además, no se detectó la presencia de mono y diacilgliceroles, así como tampoco de esteres metílicos. Estos resultados describen la pureza del aceite, ya que no sería necesario realizar un proceso de purificación adicional, de manera que el aceite una vez se ha extraído puede ser utilizado.

Tabla 17. *Caracterización del aceite extraído por cromatografía de gases.*

Aceite	Cantidad (%)
Linoleico (C18:2)	42
Oleico (C18:1)	31
Palmitico (C16:0)	27

Según Dorado (2013), los ácidos grasos presentes en el aceite de café excelso extraído con CO₂ supercrítico son, el ácido palmítico, linoleico y oleico de mayor a menor proporción respectivamente, sin embargo, Calligaris, Munari, Arrighetti & Barba (2009) y Oliveria (2008) quienes extrajeron el aceite por una extracción sólido - líquido con una mezcla cloroformo/metanol y por disolventes (hexano) respectivamente, indican que en mayor proporción se encuentra el ácido linoleico, seguido del ácido palmítico y en menor

proporción el oleico mientras que los resultados obtenidos en este estudio indican que el ácido graso más representativo fue el linoleico, seguido por el oleico y el palmítico.

Al realizar la relación ácidos grasos poliinsaturados/saturados se obtiene un valor de 1,56 lo cual según Grobas y Mateos (1996) es adecuado ya que este debe ser un valor superior o cercano a 1, debido a que el consumo de grasas vegetales ricas en ácidos grasos poliinsaturados puede ayudar a disminuir el nivel de colesterol en la sangre. Así mismo el ácido linoleico, el cual es un ácido graso esencial, está involucrado en procesos fisiológicos relacionados con pérdida de peso, el fortalecimiento del sistema inmune y también contra el cáncer (Franco-Mora, Salomón-Castaño, Morales, Castañeda-Vildózola, & Rubí-Arriaga, 2015). Por otro lado, el consumo de ácido oleico está relacionado con una menor tasa de pérdida cognitiva (Panza, Solfrizzi, Colacicco, D'Introno, Capurso, Torres & Capurso, 2004) y reducción de los efectos negativos causados por dietas altas en ácidos grasos saturados (Alves, Moreira, Macedo, Goncalves, Bressan, Mattes & Costa, 2014).

De esta manera, según la composición del aceite extraído su uso en la industria alimentaria es prometedor, ya que su consumo traería beneficios a la salud humana debido a la función que cumplen en la modulación y prevención de enfermedades del corazón y la inhibición del cáncer a través del sistema inmunológico (Díaz & Vásquez, 2011).

6.6. CURVA EQUILIBRIO SÓLIDO – LÍQUIDO

Como se observa en la figura 12, el cociente entre los mL de etanol y los gramos de muestra es mayor cuando se usa una cantidad de 100 mL de etanol, y a su vez, el rendimiento de extracción es mayor (17,93%). Puede observarse que, para la extracción con etanol, cuando se usa 70 y 100 mL la diferencia en el rendimiento entre estos no es tan pronunciada, sin embargo, cuando se extrae con 50 mL de etanol, el rendimiento es mucho menor (12,89%).

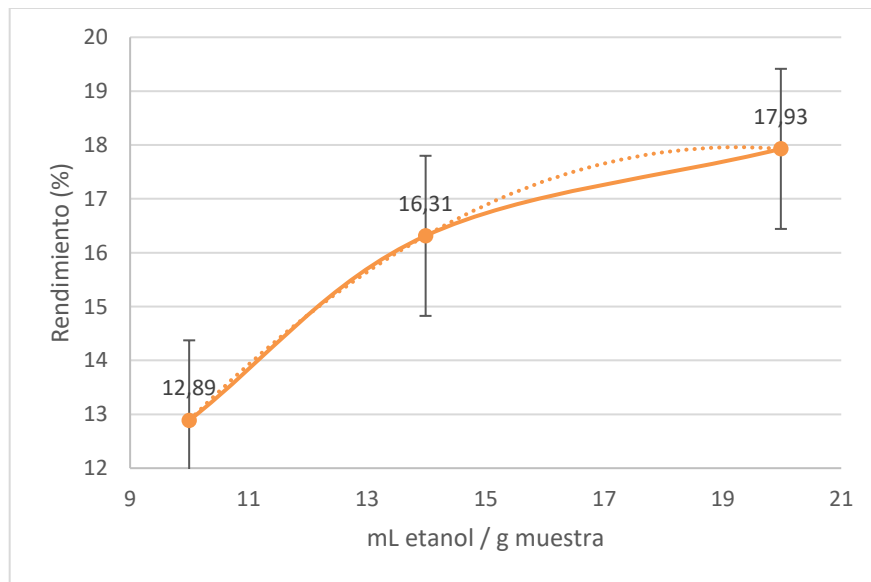


Figura 12. *Relación disolvente/muestra (mL de etanol/g muestra vs rendimiento de extracción).*

A partir de las tablas 18 y 19 se puede graficar la curva de equilibrio presentada en la figura 13, en esta se puede observar que los puntos de la extracción con diferentes cantidades de etanol quedan sobre la línea de equilibrio, indicando esto que el balance de materia de la extracción se desarrolló de manera adecuada.

Tabla 18. *Valores para la construcción de la línea de equilibrio.*

Curva de equilibrio	
Eje X	Eje Y
0	0
1	3,183

Tabla 19. *Puntos de extracción para la construcción de la curva de equilibrio.*

Puntos dentro de la curva					
50		70		100	
Ym1	Nm1	Ym2	Nm2	Ym3	Nm3
0,023	0,074	0,017	0,053	0,012	0,038

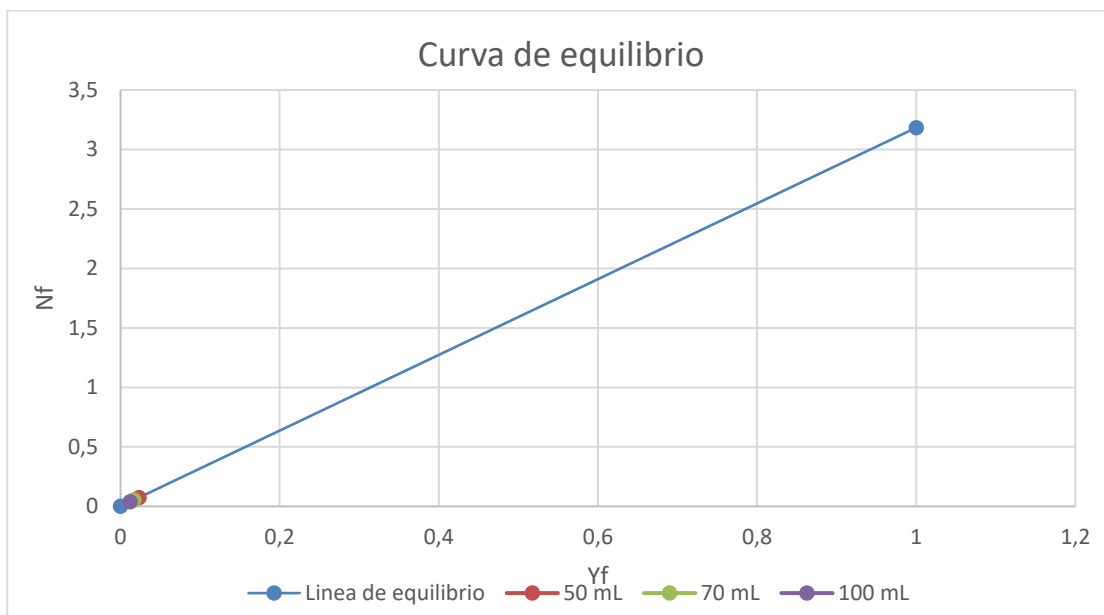


Figura 13. Línea de equilibrio con puntos de la extracción.

A partir de la tabla 20 y de la curva de equilibrio presentada en la figura 14, se puede observar que cuando la cantidad de disolvente es menor, el valor de N_f para la torta es mayor, indicando así que el contenido de disolvente remanente en la torta era menor a comparación de cuando se usa 70 o 100 mL de disolvente. Indicando esto, que a medida que se usa mayor cantidad de disolvente (etanol) para la extracción de aceite, a su vez, queda mayor contenido residual de disolvente en el compuesto extraído, influyendo esto en la pureza del aceite.

De acuerdo con los valores de N presentados en la tabla 19 y los valores leídos de Y_f que se muestran en la tabla 20, podemos calcular el aceite residual que quedó en la torta, ya que: N es igual a insolubles dividido entre solubles, la cantidad de solubles se multiplica por los valores leídos de Y_f y así se obtiene el aceite residual de cada extracción. Una vez se conoce

el aceite residual se puede calcular la eficiencia de remoción ya que el valor de aceite extraído es conocido (véase tabla 21).

La obtención de este diagrama permite determinar que para una mezcla situada en la zona operativa que se representa por un punto M, se obtendrá un extracto, el cual será la fase líquida de dos componentes y un refinado representado por la fase sólida con disolución de la misma concentración que el extracto, así estos puntos deben situarse sobre la curva de equilibrio sólido - líquido, lo que expresa la relación entre la cantidad de disolución retenida y la cantidad de inerte (Sierra, 2011).

Tabla 20. *Puntos para la construcción de la curva de equilibrio.*

Cantidad de disolvente (mL)	Puntos disolvente		Puntos de la torta		Valores leídos en el eje Yf
	Yf	Nf	Yf	Nf	
50	0,0127	0	0	0,8559	0,1430
70	0,0115	0	0	0,7779	0,0920
100	0,0089	0	0	0,7495	0,0620

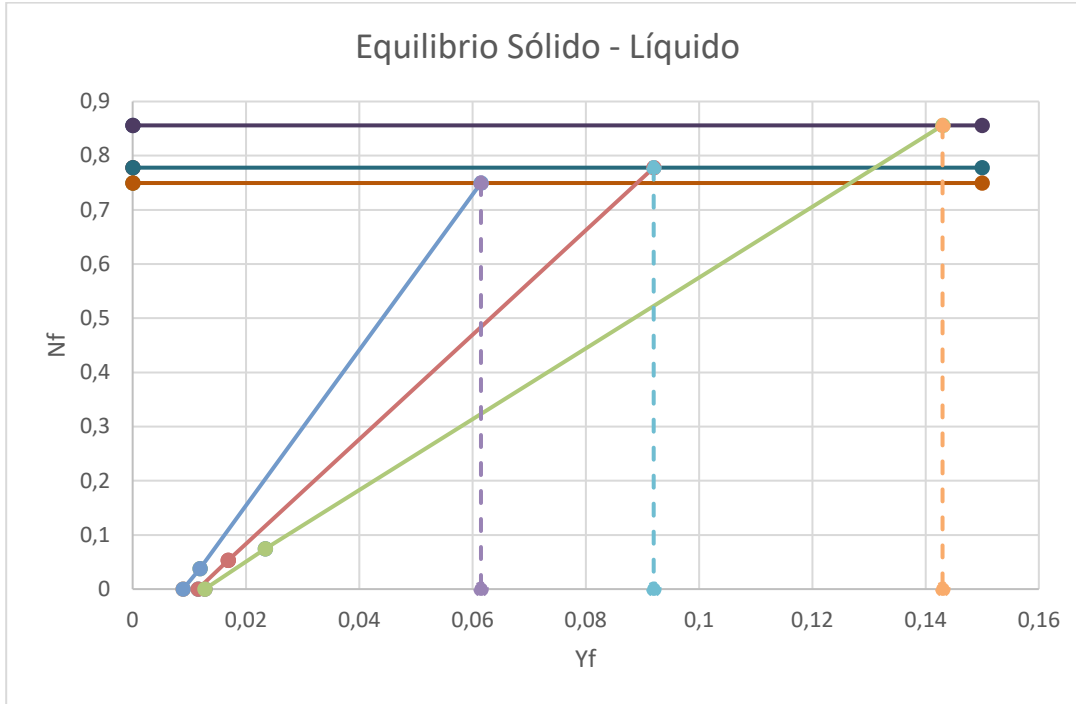


Figura 14. Curva de equilibrio sólido – líquido.

A partir de la tabla 21 y la figura 15 se puede observar que la eficiencia de remoción del aceite fue mayor a medida que la cantidad de disolvente utilizado para la extracción se incrementaba, dicho de esta manera, para la extracción en la que se utilizó 50 mL de etanol se obtuvo la menor eficiencia (89,24%), mientras que para la extracción en la que se utilizó 100 mL se obtuvo una eficiencia de 93,76%, siendo esta la más alta para las tres condiciones evaluadas, lo cual era de esperarse debido a que había mayor contacto entre el componente de interés y el disolvente empleado. Esta información nos indica que los tres procesos de extracción se realizaron de manera adecuada, ya que se logró extraer casi todo el aceite que

contenía la muestra, a su vez, que el disolvente empleado se puede usar para procesos de extracción de aceite en productos alimentarios como el café.

Tabla 21. *Eficiencia de remoción de aceite.*

Cantidad de disolvente (mL)	Aceite extraído (g)	Aceite residual (g)	Eficiencia (%)
50	0,64	0,07	89,24
70	0,82	0,07	92,54
100	0,90	0,06	93,76

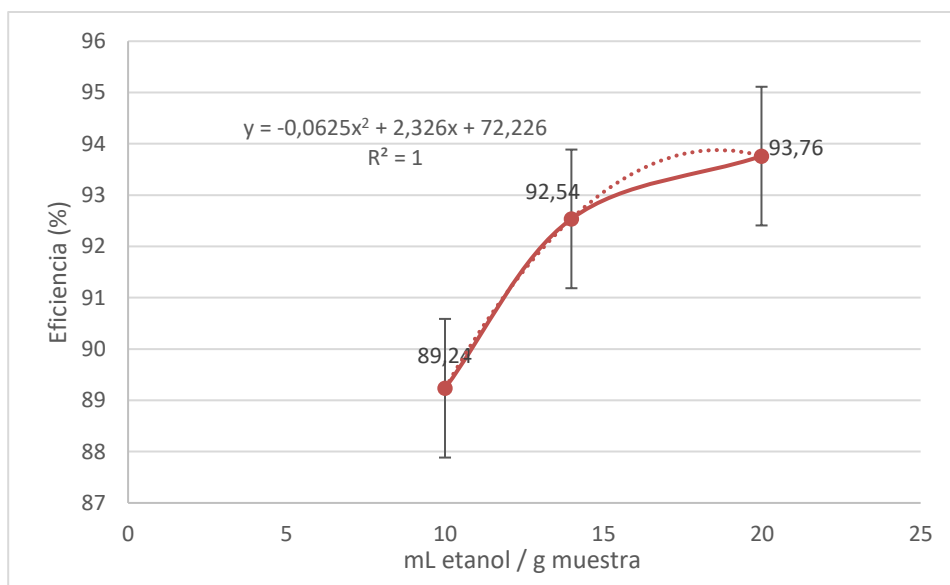


Figura 15. *Relación disolvente/muestra vs eficiencia de remoción de aceite.*

7. CONCLUSIONES

El mayor rendimiento de extracción se obtuvo utilizando hexano como disolvente en una relación 100:1 (v/w), esto fue debido a la baja polaridad del hexano. Adicionalmente, el hexano permitió una extracción del aceite con mayor selectividad.

El rendimiento de extracción aumentó con el incremento de la cantidad de disolvente empleado, siguiendo una relación polinómica de grado 2, este comportamiento se observó en la evaluación de los tres tipos de disolvente estudiados.

No se observaron diferencias en el rendimiento de extracción entre el etanol y la mezcla etanol-agua para relación de disolvente-alimento superior a 70:1, esto se explica por la reducción de la selectividad hacia el aceite consecuencia del empleo del agua que permite el arrastre de otros componentes.

La metodología propuesta y empleada en este proyecto permitió la construcción de la curva de equilibrio sólido-líquido para la extracción de aceite crudo de café afectado por broca usando etanol como disolvente. Esta curva permitirá el eventual diseño de sistemas de extracción para el aceite de interés.

El incremento de la cantidad de disolvente usado en la extracción aumentó la cantidad de disolvente residual en la torta.

A pesar de que el hexano fue el disolvente que presentó mayor rendimiento, su uso puede promover la presencia de trazas de hexano en el aceite y dada su toxicidad se recomienda el uso de etanol como disolvente de extracción, teniendo en cuenta que presentó el segundo mayor rendimiento, se puede emplear en productos de consumo humano y su toxicidad es inferior a la presentada por el hexano.

El aceite obtenido presentó un bajo contenido ácidos grasos libres (1,754 mg KOH/g grasa), lo que indica un buen grado de pureza, una baja necesidad de purificación y un alto precio en el mercado.

El grado de oxidación (19,792 meqO₂/kg) fue elevado lo cual se puede explicar por errores de almacenamiento.

El contenido de aceites determinado por cromatografía de gases al aceite crudo extraído del café afectado por broca reveló la presencia en un 42% de aceite linoleico, seguido del aceite oleico con un 31% y en menor proporción el aceite palmítico con un 27%. La presencia de estos aceites favorece el uso de este aceite en la industria alimentaria ya que su consumo trae consigo beneficios para la salud humana.

La caracterización por cromatografía de gases demostró que no había presencia de mono y diacilgliceroles, así como tampoco esteres metílicos, indicando esto que no es necesarios hacer un proceso de purificación posterior a la extracción para su empleo en la industria alimenticia.

8. RECOMENDACIONES

Ejecutar una extracción de aceite en dos etapas: la primera usando etanol como disolvente para extraer principalmente aceite y la segunda utilizando agua para extraer todos los compuestos diferentes al aceite.

Realizar un proceso de extracción con una mezcla de etanol-hexano para evaluar las características del aceite que se obtenga con esa mezcla de disolvente.

Evaluar disolventes alternativos que generen poca contaminación y permitan reducir costos para usarlos en este sistema de extracción y así brindar alternativas al aprovechamiento de productos alimentarios.

Realizar una evaluación de la estabilidad del aceite extraído durante el almacenamiento, con el fin de determinar su vida útil y los posibles cambios fisicoquímicos que esta sustancia pueda tener a diferentes condiciones de almacenamiento.

Realizar un perfil de ácidos grasos para la plena identificación de la composición del aceite.

Emplear nuevas tecnologías de procesamiento como el ultrasonido o fluidos supercríticos para realizar el proceso de extracción.

Realizar un estudio de factibilidad técnico – económica de la tecnología presentada en este proyecto con el fin de realizar su transferencia tecnológica a la sociedad.

REFERENCIAS

- Abdullah, M., & Bulent Koc, A. (2013). Oil removal from waste coffee grounds using two-phase solvent extraction enhanced with ultrasonication. *Renewable Energy*, 50, 965-970. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2012.08.073>
- Alvarado, S. & Rojas, C. (1994). *Cultivo y beneficiado del café*. Bogotá: Edición Ilustrada, EUNED. 160 p.
- Álvarez, M., Ciro, H., & Arango, J. (2018). Caracterización fisicoquímica de oleogeles de aceite de aguacate (*Persea americana*) y sachá inchi (*Plukenetia volubilis*). *Revista U.D.C.A Actualidad & Divulgación Científica*, 21(1): 89 - 97.
- Alves, R., Moreira, A., Macedo, V., Goncalves, A., Bressan, J., Mattes, R. & Costa, N. (2014). Regular intake of high-oleic peanuts improves fat oxidation and body composition in overweight/obese men pursuing a energy-restricted diet. *Obesity* 22: 1422-1429.
- AOAC. (1996). *AOAC Official Method 993.20 Iodine Value of Fats and Oils*. Retrieved from <http://www.smartjd.org/pdf/177/11285221.pdf>

Araújo, J., & Sandi, D. (2007). Extraction of coffee diterpenes and coffee oil using supercritical carbon dioxide. *Food Chemistry*, 101(3), 1087–1094.
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.03.008>

Avila, A. (2012). Universidad de Cuenca. Obtenido de
<http://dspace.ucuenca.edu.ec/bitstream/123456789/2468/1/tq1111.pdf>

Brossard-González, C., Ferrari, R., Pighinelli, A., & Park, K. (2010). *Evaluación preliminar del etanol anhidro como disolvente en la extracción de aceite de semillas de jatrofa (Jatropha curcas L.)*. *Grasas y Aceites*, 61(3), 295–302.
<https://doi.org/10.3989/gya.087209>

Bustillo, A. (2002). "El manejo de cafetales y su relación con el control de la broca del café en Colombia". Cenicafé. Caldas, Colombia. Disponible en línea:
<http://biblioteca.cenicafe.org/bitstream/10778/579/1/024.pdf>

Calligaris, S., Munari, M., Arrighetti, G. & Barba, L. (2009). Insights into the physicochemical properties of coffee oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 111, 1270-1277.

Codex Alimentarius. (1981). Norma del codex para grasas y aceites comestibles no regulados por normas individuales. *Codex Stan 19-1981 (Rev. 2-1999)*. Disponible en:
<https://previa.uclm.es/profesorado/mdsalvador/58119/practicas/Codex%20Stan%2019%20Grasas%20y%20aceites.pdf>

Cunha, S., Rodrigues, M., Mattos, R., Teixeira, L., Oliveira, A., Santos, E., Souza, R., Andrade, G., De Paula, R. & De Jesus, D. (2018). Experimento com abacate, borra de café, licuri e leite de coco para extração de óleo, produção de biodiesel e análise espectral. *Química Nova*, Vol. 41, No. 6, 691-698. <https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170213>

Díaz, V., & Vásquez, E. (2011). *Determinación de la composición y la capacidad antioxidante de aceites obtenidos por extracción con CO₂ supercrítico de granos de café con diferente grado de tuestión*. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga. Retrieved from <http://tangara.uis.edu.co/biblioweb/tesis/2011/140944.pdf>

Dinero. (2018). Producción cafetera del 2017 fue igual a la de 2016. Obtenido de *Revista Dinero*: <https://www.dinero.com/pais/articulo/colombia-mantuvo-produccion-de-cafe-en-2017/253782>

Dorado, D. (2013). *Extracción y caracterización de aceite de café (coffea arabica) a partir grano tostado con CO₂ supercrítico*. Universidad de Nariño. San Juan de Pasto, Colombia. En <http://biblioteca.udenar.edu.co:8085/atenea/biblioteca/89678.pdf>

Federación Nacional de Cafeteros. (2010). *Historia del café*. Disponible en: http://www.cafedecolombia.com/particulares/es/sobre_el_cafe/el_cafe/el_cafe/

Federación Nacional de Cafeteros. (2016). *El Compromiso de los caficultores, clave para controlar la Broca*. Disponible en: https://www.federaciondefcafeteros.org/algrano-fnc-es/index.php/comments/compromiso_de_los_caficultores_clave_para_controlar_la_broca

Ferreira-Dias, S., Valente, D., & Abreu, J. (2003). Comparison between ethanol and hexane for oil extraction from *Quercus suber* L. fruits. *Grasas y Aceites*, 54(4), 378-383.

Franco-Mora, O., Salomon-Castaño, J., Morales P., Castañeda-Vildózola, Á., & Rubí-Arriaga, M. (2015). Fatty acids and parameters of quality in the oil of wild grapes

(*Vitis* spp.). *Scientia Agropecuaria*, 6(4), 271-278.

<https://doi.org/10.17268/sci.agropecu.2015.04.04>

Frankel, E. (1998). *La oxidación lipídica*. La prensa aceitosa LTD. Londres, Inglaterra.
P. 30-37.

Giraldo, H., Velásquez, J., & Cuartas, P. (2010). Extracción con disolventes y purificación de aceite a partir de semillas de *Jatropha Curcas*. *Revista Investigaciones Aplicadas*, 4(2), 77–86. Retrieved from <https://revistas.upb.edu.co/index.php/investigacionesaplicadas/article/view/719>

Grobas, S. Mateos, G. (1996). Influencia de la nutrición sobre la composición nutricional del huevo. XII Curso de Especialización FEDNA, Dpto. Producción Animal. Universidad Politécnica de Madrid, Madrid.

Icontec. (2011). *NTC 218. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de acidez y de la acidez.*

Icontec. (2011). *NTC 2441. Café tostado y molido. método para la determinación del tamaño promedio por distribución granulométrica.*

International Standard Organization. (1998). *ISO 662: Animal and vegetable fats and oils. Determination of moisture and volatile matter content* (No. 662). Retrieved from <https://www.sis.se/api/document/preview/617762/>

Johnson, L. & Lusas, E. (1983). Comparison of alternative solvents for oils extraction. *Journal of The American Oil Chemists' Society*, 60(2), 229-242.

Lafont, J. J., Páez, M. S., & Portacio, A. A. (2011). Extracción y caracterización fisicoquímica del aceite de la semilla (Almendra) del marañón (*Anacardium occidentale* L). *Información Tecnológica*, 22(1), 51–58. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642011002200007>

Lago, R., Szpiz, R., Jablonka, F., Pereira, D. y Hartman, L. (1985). *Extraction and transesterification of vegetable oils with ethanol*. *Oléagineux*, 40, 147-151.

Landa, C. (2017). *La Tribuna - Una voluntad al servicio de la patria*. Obtenido de Broca del café, enemigo principal de los cafetales: <http://www.latribuna.hn/2017/12/23/broca-del-cafe-enemigo-principal-los-cafetales/>

López, E., & Castaño, J. (1999). Extracción de aceite a partir de subproductos de la trilla de café pergamino. *Cenicafé*, 50(1), 66–77.

López, E. M. (2007). Extracción de aceite de café. *Revista ingeniería e investigación* Vol. 27 No.1, 25-31.

Ministerio de Salud y Protección Social. (2012). *Resolución 2154. Diario Oficial No 48.516 de 8 de agosto de 2012.*

Mueanmas, C., Nikhom, R., Petchkaew, A., Iewkittayakorn, J., & Prasertsit, K. (2019). Extraction and esterification of waste coffee grounds oil as non-edible feedstock for biodiesel production. *Renewable Energy*.
<https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.08.102>

Muñoz, A. (2015). *Estudio del efecto estabilizante de la goma xantana en la elaboración de la mayonesa de Glycine max (Soya)*. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Riobamba, Ecuador. Obtenido de <http://dspace.esPOCH.edu.ec/bitstream/123456789/5765/1/27T0289.pdf>

Núñez, C. E. (2008). *Extracciones con Soxhlet*. Obtenido de <http://cenunez.com.ar/archivos/39-ExtraccinconequipoSoxhlet.pdf>

Oliveira, L., Franca, A., Camargos, R. & Ferraz, V. (2008)). Coffee oil as a potential feedstock for biodiesel production. *Biores. Technol*, 99, 3244-3250.

Paisaje Cultural Cafetero. (2017). *Departamento de Caldas*. Retrieved from <http://paisajeculturalcafetero.org.co/contenido/departamento-de-caldas>

Panza, F.; Solfrizzi, V.; Colacicco, A.M.; D'Introno, A.; Capurso, C.; Torres, F.; Capurso, S. 2004. Mediterranean diet and cognitive decline. *Public Health Nutrition* 7: 959-963.

Pelle, E. (1999). *Topical composition and method for enhancing lipid barrier synthesis*. United States Patent Number: 5,855,897. US Patent & Trademark Office.

Ramírez, L. (2008). *Evaluación del rendimiento de extracción y caracterización del aceite fijo de café tostado tipo Genuino Antigua obtenido por el proceso de prensado*. Universidad de San Carlos de Guatemala, Guatemala.

Ramos, V., Bocalandro, C., Riquelme, S., Sanhueza, V., Aspé, E., Roeckel, M. & Fernández, K. (2013). Effect of the bench scale extraction conditions on *Pinus*

radiata bark extract yield, antioxidant properties and composition. *Maderas. Ciencia y Tecnología* 15(1):31-44.

Sabogal, J. (2019). Producción de café en Colombia disminuyó 4,5% en 2018 / *RCN Radio*. Retrieved from <https://www.rcnradio.com/economia/produccion-de-cafe-en-colombia-disminuyo-45-en-2018>

Sánchez, R., Fernández, M., & Nolasco, S. (2015). *Aceite de canola: estudio exploratorio de extracción con etanol*. Universidad Nacional del Centro de la Provincia de Buenos Aires. Olavarría – Argentina. Obtenido de: http://www.aaiq.org.ar/SCongresos/docs/06_029/papers/05a/05a_1772_618.pdf

Seco, M., Casamitjana, N., Angurell, I., & Caubet, A. (2009). *Operaciones básicas en el laboratorio químico*. Obtenido de <http://hdl.handle.net/2445/8204>

Sierra, A. (2011). Slides share. Obtenido de Equilibrio ternario entre fases líquidas: <https://es.slideshare.net/adriandsierraf/tema-6-equilibrio-ternario-entre-fases-liquidas>

- Solís, J., Amador, C., Hernández, N. & Durán, M. (2010). *Caracterización fisicoquímica y comportamiento térmico del aceite de “almendra” de guanábana (Annona muricata, L)*. Universidad Veracruzana. Veracruz, México.
- Soto-García, M., & Rosales-Castro, M. (2016). Efecto del solvente y de la relación masa/solvente, sobre la extracción de compuestos fenólicos y la capacidad antioxidante de extractos de corteza de pinus durangensis y Quercus sideroxylla. *Maderas: Ciencia y Tecnología*, 18(4), 701–714. <https://doi.org/10.4067/S0718-221X2016005000061>
- Spigno, G., Tramelli, L. & De Faveri, D. (2007). Effects of extraction time, temperature and solvent on concentration and antioxidant activity of grape marc phenolics. *Journal of Food Engineering* 81(1):200-208.
- Spiller, G. (1998). *The coffee plant and its processing*. Alton, M. *Caffeine*. Boca Ratón, EE. UU: CRC Press. 80-82 p.
- Thijs, Adriaans. (2006). *Suitability of solvent extraction for jatropha curcas*. Ingenia Consultants & Engineers, for FACT Foundation.

Treybal, R. E. (1988). *Operaciones de transferencia de masa 2 ed.* (2 ed.; Mac & GRAW-HILL, eds.). Retrieved from <https://fenomenosdetransporte.files.wordpress.com/2008/05/operaciones-de-transferencia-de-masa-robert-e-treybal.pdf>

Tsukui, A., Santos, H. M., Oigman, S. S., de Souza, R. O. M. A., Bizzo, H. R., & Rezende, C. M. (2014). Microwave-assisted extraction of green coffee oil and quantification of diterpenes by HPLC. *Food Chemistry*, *164*, 266–271. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.05.039>

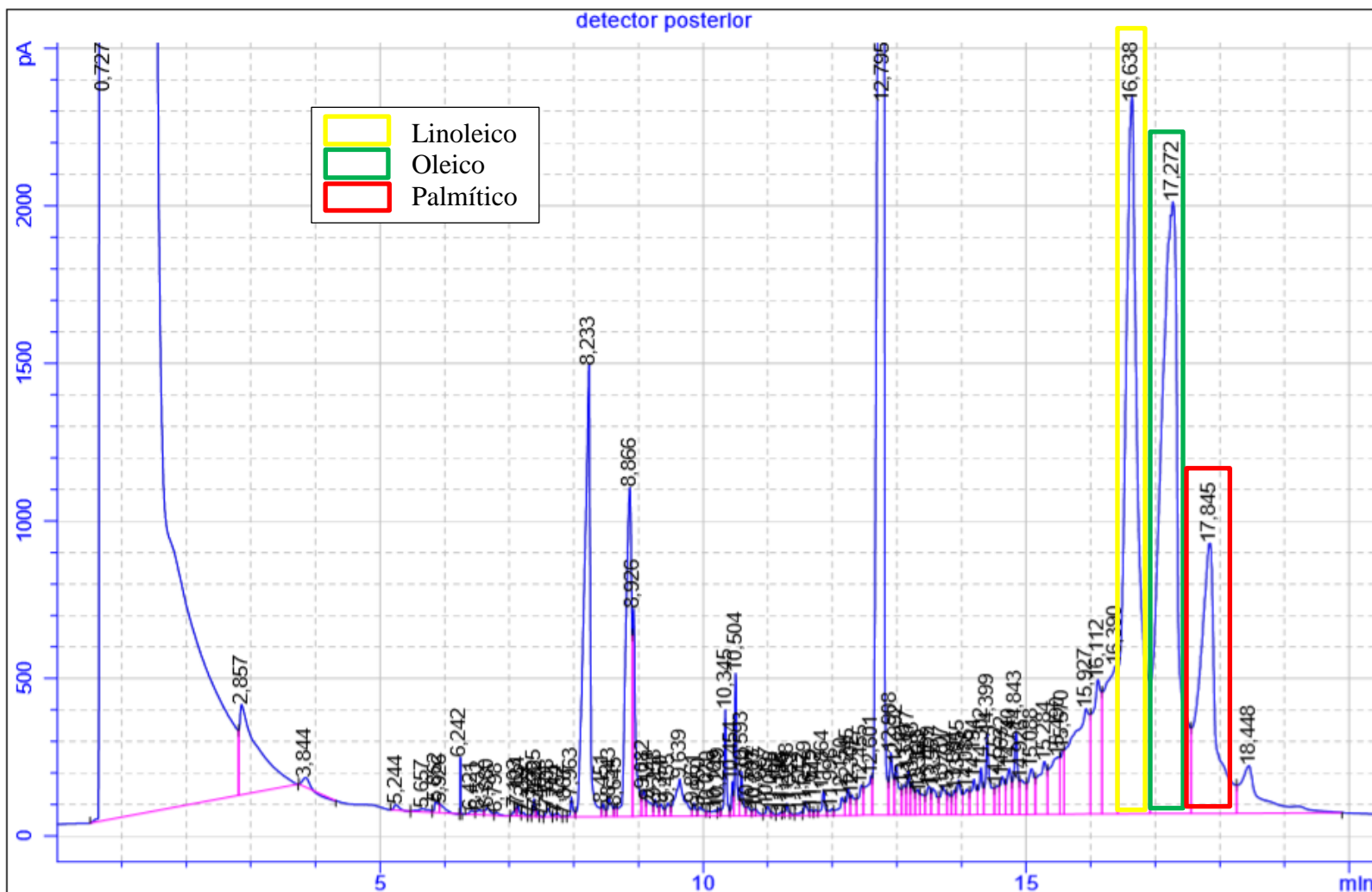
Viani, R. (1991). *The composition of coffee. In: caffeine, coffee, and health.* S. Geratini. Ed. New York: Raven Press, Ltd.

ANEXOS

Anexo 1. Resultados cromatografía gaseosa para la primera y segunda inyección.

Compuesto	Tiempo de retención (min)	Area (pA ²)	%
Linoleico	16,64	410,97	0,10
C18:2	16,50	417,98	0,10
Oleico	17,27	444,87	0,08
C18:1	17,13	153,42	0,08
Palmítico	17,85	197,41	0,04
C16:0	17,66	178,11	0,04

Anexo 2. Perfil cromatográfico para la primera inyección.



Anexo 3. Perfil cromatográfico para la segunda inyección.

