

EVALUACIÓN DE UNA PROPUESTA PARA LA OBTENCIÓN DE CAFEÍNA  
PARTIENDO DE RESIDUOS DE CAFÉ GENERADOS POR LA INDUSTRIA  
CAFETERA

SAMUEL ALEJANDRO ORTIZ MARTINEZ

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C  
2020

EVALUACIÓN DE UNA PROPUESTA PARA LA OBTENCIÓN DE CAFEÍNA  
PARTIENDO DE RESIDUOS DE CAFÉ GENERADOS POR LA INDUSTRIA  
CAFETERA

SAMUEL ALEJANDRO ORTIZ MARTINEZ

Proyecto integral de Grado para optar al título de  
INGENIERO QUÍMICO

Director  
FELIPE CORREA MAHECHA  
Ingeniero Químico

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C  
2020

Nota de aceptación:

---

---

---

---

---

---

---

Ing. Javier Francisco Rey Rodríguez  
Jurado 1

---

Ing. Luis Miguel Chaparro Hernández  
Jurado 2

Bogotá D.C, febrero de 2020

## **DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD**

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

**Dr. Mario Posada García-Peña**

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos

**Dr. Luis Jaime Posada García-Peña**

Vicerrectora Académica y de Posgrados

**Dra. Ana Josefa Herrera Vargas**

Secretaria General

**Dra. Alexandra Mejía Guzmán**

Decano de la Facultad de Ingenierías

**Ing. Julio César Fuentes Arismendi**

Director del Programa de Ingeniería Química

**Ing. Leonardo de Jesús Herrera Gutiérrez**

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

*A mis padres por ser el centro del núcleo de mi formación para mi éxito. Sin su reconocimiento y apoyo, no habría llegado tan lejos.*

*A mi tía que siempre me brindó el apoyo incondicional para seguir venciendo todos los obstáculos y lograr mis objetivos de vida.*

## **AGRADECIMIENTOS**

A mi director de tesis Felipe Correa Mahecha por ser mi guía en toda la carrera, por haberme invitado al curso de Fenómenos de Transporte para participar en el semillero de investigación de Procesos de Separación no Convencionales (GPS) desde V semestre, donde me brindó su apoyo incondicional y conocimiento en el área de investigación. También estoy eternamente agradecido por todo el conocimiento adquirido en las materias cursadas bajo su docencia para ser un gran Ingeniero Químico. A mi codirectora de tesis Diana Cuesta por ser una gran consejera y por ayudarme a desarrollar mi proyecto de grado. A Tecnoparque Sena por permitirme realizar la parte experimental de mi trabajo de grado dentro de su área de laboratorio. Agradezco especialmente a mi tía Yolanda, a mi papá Álvaro, a mi mamá Yanet y a mi hermano Abraham por creer en mis capacidades y apoyarme en los momentos difíciles que pasé durante mi carrera, tanto emocional como económicamente. Finalmente agradezco a todos los docentes que me formaron para ser un gran profesional.

## Contenido

	pág.
<b>OBJETIVOS</b>	<b>21</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>22</b>
<b>1. MARCO TEÓRICO</b>	<b>24</b>
<b>1.1 CAFÉ</b>	<b>24</b>
1.1.1 Cosecha y procesamiento del café.	27
1.1.2 Método húmedo.	27
1.1.3 Método seco.	27
1.1.4 Proceso de tostado y elaboración de la bebida de café verde.	27
1.1.5 Utilización de Subproductos de Café.	28
1.1.6 Utilización de los subproductos del café en la industria de biorrefinería.	34
1.1.6.1 Biogás.	34
1.1.6.2 Alcohol carburante.	35
1.1.6.3 Biodiesel y Aceite de Café.	36
1.1.6.4 Bioaceite y Biocarbón.	38
1.1.7 Cafeína.	39
<b>1.2 MÉTODOS DE CUANTIFICACIÓN DE CAFEÍNA</b>	<b>40</b>
1.2.1 Cromatografía líquida de alta eficiencia (HPLC).	40
1.2.2 Fluorecencia de rayos x (FRX).	41
1.2.3 Difracción de rayos x (DRX).	42
1.2.4 Método por espectrofotometría.	43
<b>1.3 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN</b>	<b>44</b>
1.3.1 Descafeinado.	44
1.3.2 Extracción con solventes orgánicos.	44
1.3.3 Extracción con H <sub>2</sub> O.	46
1.3.4 Extracción con CO <sub>2</sub> presurizado.	46
1.3.5 Métodos de extracción de cafeína a escala laboratorio.	47
1.3.6 Métodos no convencionales de extracción de cafeína.	49
<b>2. SELECCIÓN DEL RESIDUO DE CAFÉ</b>	<b>52</b>
<b>2.1 MATERIA PRIMA</b>	<b>52</b>
<b>2.2 CARACTERIZACIÓN DE MATERIA PRIMA</b>	<b>53</b>
2.2.1 Humedad.	53
2.2.1.1 Determinación de pérdida de masa.	53
2.2.1.2 Determinación del porcentaje de humedad.	54
2.2.2 Cenizas.	56
2.2.2.1 Determinación de cenizas totales.	56
2.2.3 Tamaño de partícula.	57
2.2.3.1 Disminución del tamaño de residuo.	57
2.2.3.2 Determinación del tamaño de partícula usando el modelo de gauss y rosin-rammler.	58
2.2.4 Densidad.	60

2.2.4.1 Determinación de densidad.	60
2.2.5 Polifenoles.	61
2.2.5.1 Construcción de la curva de calibración.	61
2.2.5.2 Extracción de polifenoles totales.	62
2.2.6 Cafeína.	64
2.2.6.1 Construcción de curva de calibración.	64
2.2.6.2 Extracción total de cafeína.	65
<b>2.3 MATRIZ DE SELECCIÓN</b>	<b>66</b>
<b>3. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE EXTRACCIÓN</b>	<b>69</b>
<b>3.1 SELECCIÓN DE SOLVENTE</b>	<b>69</b>
3.1.1 Preselección de solventes.	69
3.1.2 Evaluación de solventes preseleccionados.	71
3.1.2.1 Extracción a temperatura ambiente.	71
<b>3.2 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN</b>	<b>74</b>
3.2.1 Selección del método.	74
<b>3.3 OBTENCIÓN DEL EXTRACTO</b>	<b>75</b>
3.3.1 Diseño de experimentos.	75
3.3.1.1 Extracción por baño de ultrasonido.	75
<b>3.4 PURIFICACIÓN DE CAFEÍNA</b>	<b>80</b>
3.4.1 Selección del método de purificación.	81
3.4.2 Refinación por cromatografía en columna.	82
<b>4. ESPECIFICACIONES TÉCNICAS DEL DISEÑO DE PROCESO</b>	<b>85</b>
<b>4.1 DEFINICIÓN DEL TAMAÑO DE LOTE DE PROCESAMIENTO</b>	<b>85</b>
4.1.1 Balance de materia.	85
<b>4.2 SELECCIÓN DE OPERACIONES UNITARIAS</b>	<b>88</b>
4.2.1 Molino de disco.	88
4.2.2 Extractor asistido por ultrasonido.	88
4.2.3 Filtrador de membranas.	88
4.2.4 Destilación al vacío.	88
4.2.5 Rotaevaporador.	89
4.2.6 Horno de secado.	89
4.2.7 Tanque de mezclado.	89
4.2.8 Adsorción de lecho fijo empacada.	89
4.2.9 Mezcladores y divisores.	89
<b>4.3 ESCALAMIENTO DEL PROCESO</b>	<b>89</b>
4.3.1 Estimación de tamaño de equipos.	90
4.3.2 Balance de capacidad instalada.	90
<b>4.4 DISTRIBUCIÓN EN PLANTA</b>	<b>92</b>
4.4.1 Diagrama de entrada y salida.	92
4.4.2 Diagrama de bloques.	93
4.4.3 Diagrama de flujo de proceso (PFD).	94
<b>5. ANÁLISIS DE COSTOS</b>	<b>97</b>
<b>5.1 COSTOS DE MATERIAS PRIMAS</b>	<b>97</b>

<b>5.2 COSTO DE OPERACIONES UNITARIAS</b>	<b>98</b>
5.2.1 Costos de transporte de equipos.	98
<b>5.3 INGRESOS POR VENTA DEL PRODUCTO</b>	<b>99</b>
<b>5.4 COSTO TOTAL DEL PROCESO</b>	<b>100</b>
<b>6. CONCLUSIONES</b>	<b>101</b>
<b>7. RECOMENDACIONES</b>	<b>102</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>103</b>
<b>ANEXOS</b>	<b>117</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

	pág.
<b>Tabla 1.</b> Composición química de los subproductos de café.	33
<b>Tabla 2.</b> Solubilidad de la cafeína en varios solventes.	45
<b>Tabla 3.</b> Descripción general de las técnicas de extracción convencional empleadas para la recuperación de cafeína de los subproductos del café.	48
<b>Tabla 4.</b> Tecnologías no convencionales para la obtención de cafeína.	49
<b>Tabla 5.</b> Muestras de Materia Prima.	52
<b>Tabla 6.</b> Porcentaje de Humedad de los residuos de café.	55
<b>Tabla 7.</b> Porcentaje de cenizas totales.	57
<b>Tabla 8.</b> Tamaño promedio de partícula de RDC.	59
<b>Tabla 9.</b> Densidad de los residuos de café.	60
<b>Tabla 10.</b> Diluciones y absorbancias de curva patrón.	61
<b>Tabla 11.</b> Concentración de GAE extraído por cada gramo de muestra.	63
<b>Tabla 12.</b> Diluciones y absorbancias de curva patrón.	64
<b>Tabla 13.</b> Concentración total de CAF extraído por cada gramo de muestra.	66
<b>Tabla 14.</b> Matriz de selección de los RDC.	68
<b>Tabla 15.</b> Matriz de preselección de solventes de extracción.	70
<b>Tabla 16.</b> Matriz de selección de solvente de extracción.	73
<b>Tabla 17.</b> Matriz de selección de método de extracción.	74
<b>Tabla 18.</b> Diseño de experimentos para la obtención de cafeína.	75
<b>Tabla 19.</b> Resultados de concentración de cafeína y porcentaje de remoción del método ultrasonido para CG.	76
<b>Tabla 20.</b> Resultados de concentración de cafeína y porcentaje de remoción del método ultrasonido para PC.	76
<b>Tabla 21.</b> Matriz de selección de método de purificación.	82
<b>Tabla 22.</b> Porcentaje de pureza de cafeína previo y posterior a la purificación.	84
<b>Tabla 23.</b> Balance de materia para la extracción de cafeína a partir de PC a escala laboratorio.	87
<b>Tabla 24.</b> Balance de materia para la extracción de cafeína a partir de CG a escala laboratorio.	87
<b>Tabla 25.</b> Balance de materia para la extracción de cafeína a partir de PC escala banco.	91
<b>Tabla 26.</b> Balance de materia para la extracción de cafeína a partir de CG escala banco.	91
<b>Tabla 27.</b> Codificación de operaciones unitarias zona adecuación de MP y extracción.	94
<b>Tabla 28.</b> Codificación de operaciones unitarias zona adecuación recuperación de solvente de extracción.	94
<b>Tabla 29.</b> Codificación de operaciones unitarias zona adecuación recuperación de solvente de extracción.	95
<b>Tabla 30.</b> Costo total de materias primas utilizando la PC como MP.	97
<b>Tabla 31.</b> Costo total de materias primas utilizando la CG como MP.	98
<b>Tabla 32.</b> Costos totales de equipos.	98
<b>Tabla 33.</b> Costos de transporte de equipos.	99

<b>Tabla 34.</b> Ingreso anual de cafeína producida.	99
<b>Tabla 35.</b> Costo total de inversión utilizando PC como materia prima.	100
<b>Tabla 36.</b> Costo total de inversión utilizando CG como materia prima.	100

## ÍNDICE DE FIGURAS

	pág.
<b>Figura 1.</b> La planta de café.	25
<b>Figura 2.</b> La fruta del café.	25
<b>Figura 3.</b> Composición bioquímica de 16 especies de Coffea respecto a los contenidos de trigonelina (A), sacarosa (B) y cafeína (C).	26
<b>Figura 4.</b> Residuos generados a partir de la cosecha de café.	28
<b>Figura 5.</b> Pulpa de Café	30
<b>Figura 6.</b> Cáscara de café.	31
<b>Figura 7.</b> Pergamino	32
<b>Figura 8.</b> Café Gastado	33
<b>Figura 9.</b> Aprovechamiento del café gastado por la Biorrefinería.	34
<b>Figura 10.</b> Co-digestión anaeróbica de café gastado con diferentes materias primas para la preparación de biogás.	35
<b>Figura 11.</b> Proceso global para la producción de bioetanol.	36
<b>Figura 12.</b> Proceso global para la preparación de biodiesel.	37
<b>Figura 13.</b> Reacción de conversión de aceite de café a biodiesel renovable.	37
<b>Figura 14.</b> Proceso global para la producción de bioaceite y biocarbón.	38
<b>Figura 15.</b> Proceso global de producción de olefinas a partir de bioaceites.	38
<b>Figura 16.</b> Cristales y estructura química de la cafeína.	39
<b>Figura 17.</b> Diagrama esquemático de una unidad HPLC. (1) deposito del solvente, (2) línea de transferencia con frita, (3) bomba (con manómetro), (4) Inyección de muestra, (5) columna con termostato, (6) detectores, (7) residuos y (8) Adquisición de datos.	41
<b>Figura 18.</b> Método de fluorescencia de rayos X (XRF)	42
<b>Figura 19.</b> Técnica de difracción de rayos X	42
<b>Figura 20.</b> Diagrama de flujo del proceso simplificado para el descafeinado del solvente (Izquierda); Planta de descafeinado que funciona con diclorometano, con cortesía de DEMUS, Italia (Derecha).	45
<b>Figura 21.</b> Diagramas de flujo de proceso simplificados para el descafeinado del agua: agua dulce y concentrado que se remontan a los frijoles (Izquierda); utilizando el reciclaje de agua saturada (Derecha).	46
<b>Figura 22.</b> Diagrama de flujo de descafeinado CO <sub>2</sub> (Izquierda). Planta de descafeinado con scCO <sub>2</sub> : Montaje de una columna de lavado a alta presión para la regeneración de CO <sub>2</sub> cargado de cafeína; con cortesía de NATEX Prozesstechnik GesmbH, Austria (Derecha).	47
<b>Figura 24.</b> Diagrama de flujo híbrido para la obtención de cafeína a partir de PC.	86
<b>Figura 25.</b> Diagrama de flujo híbrido para la obtención de cafeína a partir de CG.	86
<b>Figura 26.</b> Diagrama de entradas y salidas para la obtención de cafeína a partir de CG.	92
<b>Figura 27.</b> Diagrama de entradas y salidas para la obtención de cafeína a partir de PC.	93
<b>Figura 28.</b> Diagrama de bloques para la extracción y purificación de cafeína.	93

<b>Figura 29.</b> Diagrama de flujo de procesos para la extracción y purificación de cafeína a partir de PC.	96
<b>Figura 30.</b> Diagrama de flujo de procesos para la extracción y purificación de cafeína a partir de CG.	96

## ÍNDICE DE GRÁFICAS

	pág.
<b>Gráfica 1.</b> Rendimiento de extracción a temperatura ambiente	72
<b>Gráfica 2.</b> Superficie de respuesta para la extracción de cafeína utilizando CG como materia prima.	77
<b>Gráfica 3.</b> Superficie de respuesta para la extracción de cafeína utilizando PC como materia prima	78
<b>Gráfica 4.</b> Diagrama de contorno para la extracción de cafeína utilizando café gastado como materia prima.	79
<b>Gráfica 5.</b> Diagrama de contorno para la extracción de cafeína utilizando pulpa de café como materia prima.	80

## LISTA DE ECUACIONES

	pág.
<b>Ecuación 1.</b> Porcentaje de Pérdida de Masa.	54
<b>Ecuación 2.</b> Porcentaje humedad.	54
<b>Ecuación 3.</b> Porcentaje de Cenizas Totales.	56
<b>Ecuación 4.</b> Tamaño promedio de partícula mediante el modelo de Gauss.	59
<b>Ecuación 5.</b> Tamaño promedio de partícula mediante el modelo de Rosin-Rammler.	59
<b>Ecuación 6.</b> Densidad por Compactación.	60
<b>Ecuación 7.</b> mg GAE / g de residuo de café BS.	62
<b>Ecuación 8.</b> mg CAF / g de residuo de café BS.	65
<b>Ecuación 9.</b> Porcentaje de rendimiento de extracción.	71
<b>Ecuación 10.</b> Modelo polinómico para la extracción de cafeína utilizando CG	77
<b>Ecuación 11.</b> Modelo polinómico para la extracción de cafeína utilizando PC.	78
<b>Ecuación 12.</b> Porcentaje de pureza de CAF previo a la purificación.	83
<b>Ecuación 13.</b> Porcentaje de pureza de CAF posterior a la purificación.	83
<b>Ecuación 14.</b> Fracción másica por componente.	85
<b>Ecuación 15.</b> Balance de materia general.	85
<b>Ecuación 16.</b> Producción diaria de CAF.	90

## LISTA DE ANEXOS

	pág.
<b>Anexo A.</b> tablas y gráficas de caracterización de humedad de los residuos de café	118
<b>Anexo B.</b> tablas y gráficas de caracterización de tamaño de partícula	120
<b>Anexo C.</b> resultados del contenido de polifenoles totales por folín ciocalteu	127
<b>Anexo D.</b> resultados del contenido de cafeína total	129
<b>Anexo E.</b> procedimiento para la determinación de la humedad de la muestra de café	131
<b>Anexo F.</b> procedimiento para la determinación del contenido de ceniza total de la muestra de residuo de café	132
<b>Anexo G.</b> procedimiento para determinar el tamaño de partícula de la muestra de residuo de café	133
<b>Anexo H.</b> procedimiento para determinar la densidad de la muestra de residuo de café	134
<b>Anexo I.</b> procedimiento para cuantificar el contenido de polifenoles de la muestra de residuo de café	135
<b>Anexo J.</b> procedimiento para cuantificar el contenido de cafeína de la muestra de residuo de café	136
<b>Anexo K.</b> procedimiento para la extracción de polifenoles totales	137
<b>Anexo L.</b> procedimiento para la extracción total de cafeína	138
<b>Anexo M.</b> procedimiento para la extracción a temperatura ambiente de cafeína	139
<b>Anexo N.</b> extracción de cafeína por baño de ultrasonido	140
<b>Anexo O.</b> cromatografía de capa fina	141
<b>Anexo P.</b> resultados de cromatografía de capa fina	142
<b>Anexo Q.</b> equipos	143
<b>Anexo R.</b> especificación técnica de equipos	148
<b>Anexo S.</b> resultado de balance de capacidad instalada	153

## ABREVIATURAS

**AA:** Agua.  
**AC:** Acetona.  
**ACA:** Ácido Acético.  
**AD:** Adsorción.  
**ADC:** Adsorción-Cristalización.  
**AE:** Acetato de etilo.  
**ASE:** Extracción acelerada de solventes.  
**BS:** Base Seca.  
**BZ:** Benceno.  
**CC:** Cáscara de café.  
**CCD:** Diseño central compuesto.  
**CCF:** Cromatografía en capa fina.  
**CG:** Café gastado.  
**CGL:** Cromatografía Líquida.  
**CH:** Cloroformo.  
**CPS:** Cristalización por sublimación.  
**CV:** Café Verde.  
**DCE:** Dicloroetano.  
**DCM:** Diclorometano.  
**ER:** Éter.  
**EtOH:** Etanol.  
**FSC:** Extracción por fluido supercrítico.  
**FSCCS:** Extracción por fluido supercrítico con co-solvente.  
**GAE:** Ácido gálico equivalente.  
**HPE:** Extracción asistida por procesamiento de alta presión.  
**LE:** Lactato de Etilo.  
**MFH:** Módulo de membrana de fibra hueca.  
**MtOH:** Metanol.  
**MUAE:** Extracción asistida por ultrasonido y microondas.  
**MP:** Materia prima.  
**°C:** Grados centígrados.  
**OIFSC:** Separación de ósmosis inversa utilizando fluido supercrítico.  
**PC:** Pulpa de café.  
**RB:** Referentes bibliográficos.  
**RDC:** Residuos de café.  
**SA:** Solución salina.  
**SL:** Extracción sólido-líquido.  
**TC:** Tetracloruro de carbono.  
**TCE:** Tricloroetano.  
**UAE:** Extracción asistida por ultrasonidos.  
**VMAE:** Extracción de agua con hielo al vacío por microondas.

## GLOSARIO

**Beneficio:** conjunto de operaciones que transforman los frutos del café cereza en café pergamino seco de calidad que luego se trilla y permite obtener la almendra que es exportada. Se realiza generalmente en instalaciones denominadas 'beneficiaderos' de fincas cafeteras.<sup>1</sup>

**Coffea Arábica:** es un arbusto pequeño y liso, de hojas lustrosas relativamente pequeñas, de forma oval o elíptica, y flores fragantes de color blanco o cremoso. Pertenece al género Coffea de la variedad Arábica de origen etíope<sup>2</sup>.

**Polifenoles:** son micronutrientes que abundan en los alimentos vegetales naturales como especies secas, frutas, vegetales, café, entre otros; con propiedades antioxidantes<sup>3</sup>.

---

<sup>1</sup> PUERTA, G. Beneficie correctamente su café y conserve la calidad de la bebida. 2000.

<sup>2</sup> MORALES AGUIRRE, Mario Alberto. Análisis del proceso de beneficiado húmedo de café en fraijanes, Guatemala. Universidad Rafael Landívar, 2014. p. 47

<sup>3</sup>Mercola. Polifenoles: Qué son y por qué los necesita. <http://articulos.mercola.com/sitios/articulos/archivo/2015/12/14/beneficios-de-los-polifenoles.aspx> ed. 2015.

## RESUMEN

Colombia es uno de los países con mayor producción y exportación de café. Por tanto, es también uno de los mayores generadores de residuos derivados de estas cadenas de procesos en el mundo. A pesar de que estos residuos se pueden aprovechar para diversos fines por su alto contenido de nutrientes como la celulosa, la hemicelulosa, las grasas, los polifenoles, las proteínas, los ácidos clorogénicos, la cafeína u otras sustancias que pueden ser empleadas como materias primas para la elaboración de diversos productos dentro del campo de la industria química, el país no los aprovecha ni les otorga una correcta valorización, perdiendo una gran oportunidad de expansión para la agroindustria.

El objetivo principal de este trabajo fue desarrollar una propuesta de diseño conceptual para la extracción de cafeína con el fin de aprovechar estos residuos que poseen gran potencial económico.

Inicialmente se recolectaron 4 tipos de residuos de café (café gastado, café verde, cáscara de cereza y pulpa de café<sup>4</sup>). Tras su recolección se hizo la caracterización de propiedades como la humedad, cenizas, tamaño de partícula, densidad, contenido de polifenoles y cafeína, para seleccionar dos de estos empleando una matriz multicriterio, teniendo en cuenta la concentración de polifenoles, la concentración de cafeína, su valorización, disponibilidad y facilidad de extracción como criterios de evaluación. Posteriormente, de acuerdo con los resultados obtenidos de la matriz, se seleccionaron la pulpa de café y el café gastado como residuos a evaluar. Luego se procedió a elegir el agente y el método de extracción y purificación con base en una matriz Pugh para extraer la cafeína por medio de una extracción asistida por ultrasonido empleando un diseño central compuesto, evaluando el efecto de la temperatura y del tiempo de extracción, encontrando que los valores óptimos estaban a 37°C y 312 minutos, logrando un rendimiento de extracción para el café gastado y pulpa de café de 90.04% y 83.30% respectivamente. A continuación, se purificó la cafeína cruda extraída por medio de una cromatografía en columna obteniendo una pureza para la pulpa de café y para el café gastado de 98.43% y 98.76% respectivamente.

Tras haber determinado los parámetros de operación, se propuso un diseño conceptual a escala banco para ambos residuos evaluados según las condiciones de operación obtenidas. Y, por último, se estimó el costo del proceso para una capacidad de producción de 60kg/mes, en donde utilizando como materia prima pulpa de café y café gastado se obtuvieron unos costos fijos aproximadamente de \$8.8 mil millones de pesos (COP) y \$9.1 mil millones de pesos (COP) respectivamente.

Palabras claves: cafeína, parámetros de operación, extracción y purificación.

---

<sup>4</sup> El café gastado fue proporcionado por la tienda Starbucks Coffee de City U, ubicado en el centro de Bogotá. La cáscara de cereza y la pulpa de café se recolectaron en una finca a las afueras de Pitalito, Huila Y el café verde fue proporcionado por Tecnicafé S.A.S en la ciudad de Popayán.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Desarrollar una propuesta de diseño conceptual para la obtención de cafeína partiendo de residuos de la industria del café.

### **OBJETIVOS ESPECIFICOS**

- Seleccionar un residuo de café teniendo en cuenta sus características físicas y químicas.
- Determinar los parámetros de operación en el proceso de extracción de cafeína.
- Proponer un diseño conceptual según las condiciones de operación del proceso.
- Estimar el costo asociado al proceso de extracción y purificación de cafeína.

## INTRODUCCIÓN

Actualmente el café es una de las bebidas más consumidas en el mundo<sup>5</sup> por su alto contenido de cafeína, generando una alta demanda en el mercado mundial y dando como resultado un crecimiento exponencial de la industria cafetera. En el caso de Colombia, el Departamento de Agricultura de los Estados Unidos (USDA) estima que el país produjo 14,3 millones de sacos de café en el periodo 2018/2019, es decir, un total de 858 kilotoneladas de café<sup>6</sup>. Con base en lo anterior, en los últimos años los residuos de café atrajeron la atención de muchos investigadores como una materia prima prometedor para diversos procesos y para su conversión en productos de alto valor, lo que se demuestra por el rápido aumento en el número de publicaciones y artículos científico que abordan los residuos de café y sus posibles aplicaciones desde 2010<sup>7,8</sup>, puesto que estos despojos eran desaprovechados y desvalorizados respecto a posibles aplicaciones en diferentes industrias químicas.

Al satisfacer esta alta demanda, la industria se convierte en un generador de grandes cantidades de residuos de café, siendo el café gastado y la pulpa de café los más importantes, generando el  $45 \pm 10\%$ <sup>9</sup> y  $29 \pm 5\%$ <sup>10</sup> respectivamente en peso que, tras la elaboración de la bebida y el procesamiento de la pulpa, terminan en aguas residuales, basuras y rellenos sanitarios<sup>11</sup>, generando mutagenicidad y genotoxicidad<sup>12</sup>. Estos residuos de café no solo contienen cafeína: también poseen compuestos fenólicos con excelentes propiedades antioxidantes<sup>13</sup> y alto contenido de lípidos<sup>14</sup> que pueden ser aprovechados por la industria petroquímica. Por esta

---

<sup>5</sup> JUN, Xi. Caffeine extraction from green tea leaves assisted by high pressure processing. *Journal of Food Engineering*, [en línea]. 2009, 94(1), pp. 105-109. [Consultado 8 de enero 2019] ISSN 0260-8774 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0260877409001228>

<sup>6</sup> UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE. Coffee: world markets and trade. En: UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE. [sitio web]. USA: USDA. [Consulta 7 marzo 2019]. Archivo pdf. Disponible en: <https://apps.fas.usda.gov/psdonline/circulars/coffee.pdf>

<sup>7</sup> CAETANO, N., et al. Valorisation of Spent Coffee Grounds: Production of Biodiesel via Enzymatic Catalysis with Ethanol and a Co-solvent. *Waste and Biomass Valorization*, [en línea]. 2017, 8(6), pp. 1981-1994. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 1877-2641 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/1944820703>

<sup>8</sup> OBRUCA, Stanislav, et al. Biotechnological conversion of spent coffee grounds into polyhydroxyalkanoates and carotenoids. *New BIOTECHNOLOGY*, [en línea]. 2015, 32(6), pp. 569-574. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 1871-6784 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1871678415000333>

<sup>9</sup> MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. *Resources, Conservation & Recycling*, [en línea]. 2012, 66 pp. 45-58. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

<sup>10</sup> MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. *Resources, Conservation & Recycling*, [en línea]. 2012, 66 pp. 45-58. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

<sup>11</sup> FERNANDES, A. S., et al. Impacts of discarded coffee waste on human and environmental health. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, [en línea]. 2017, 141 pp. 30-36. [Consultado 21 de octubre 2018] ISSN 0147-6513 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0147651317301446>

<sup>12</sup> FERNANDES, A. S., et al. Impacts of discarded coffee waste on human and environmental health. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, [en línea]. 2017, 141 pp. 30-36. [Consultado 21 de octubre 2018] ISSN 0147-6513 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0147651317301446>

<sup>13</sup> BRAVO, Jimena, et al. Influence of extraction process on antioxidant capacity of spent coffee. En: *FOOD RESEARCH INTERNATIONAL*. April. vol. 50, no. 2, p. 610-616

<sup>14</sup> VARDON, Derek R., et al. Complete Utilization of Spent Coffee Grounds To Produce Biodiesel, Bio-Oil, and Biochar. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, [en línea]. 2013, 1(10), pp. 1286-1294. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 2168-0485 Disponible en: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/sc400145>

razón, han surgido diversas alternativas que buscan aprovechar los residuos de café como un residuo de alto valor y de gran utilidad para usos en ámbitos farmacéuticos, cosméticos, biomateriales y producción de biodiesel, alcohol carburante, bioaceites, biocarbón, y como material de relleno no estructural<sup>15</sup>.

A pesar de que Colombia sea el tercer país con mayor producción de café según estadísticas de comercio exterior<sup>16</sup>, dentro de un periodo de 10 años, Colombia importa en promedio 157,87 toneladas netas de cafeína, sus sales y derivados que anualmente se distribuyen entre diez empresas a nivel nacional para utilizar este alcaloide en la elaboración de diferentes productos<sup>17</sup>. Por consiguiente, es menester recuperar la cafeína de dichos residuos a través de diferentes procesos industriales para así aprovechar su potencial económico en el mercado.

---

<sup>15</sup> ARULRAJAH, Arul, et al. Spent coffee grounds as a non-structural embankment fill material: engineering and environmental considerations. *Journal of Cleaner Production*, [en línea]. 2014, 72 pp. 181-186. [Consultado 3 de diciembre 2018] ISSN 0959-6526 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652614002315>

<sup>16</sup> INTERNATIONAL COFFEE ORGANIZATION. [sitio web]. Londres: ICO, Acerca de las Estadísticas. [consulta: 17 junio 2019]. Disponible en: [http://www.ico.org/ES/about\\_statistics.asp](http://www.ico.org/ES/about_statistics.asp)

<sup>17</sup> Legiscomex. [sitio web]. [Consulta: 3 de enero 2019]. Disponible en: <https://www.legiscomex.com>

## 1. MARCO TEÓRICO

A pesar de que Colombia es uno de los países con mayor producción y exportación de café, solo existe una planta descafeinadora, Descafeacol S.A.S, ubicada en la ciudad Manizales, y que realiza dicho proceso exclusivamente a partir del grano de café empleando acetato de etilo y vapor de agua como solventes de extracción. Sumado a esto, Colombia no posee una ley que regule la recolección de los residuos de café generados durante su procesamiento previo y posterior a su consumo, a pesar de que generan grandes impactos ambientales<sup>18,19</sup>.

Con base en lo anterior, se realizó una contextualización sobre el café: su origen, cantidad de especies, composición bioquímica y ciclo de vida. Posteriormente se describieron las diversas aplicaciones que tienen los residuos de café generados durante su ciclo de vida en el sector químico. Finalmente se especificaron los diferentes métodos de cuantificación, procesos y solventes utilizados para la recuperación de la cafeína, compuesto a recuperar para los propósitos de este proyecto de grado.

### 1.1 CAFÉ

Los granos de café verdes que se tuestan y muelen para producir la popular bebida<sup>20</sup> son en realidad las semillas contenidas en los árboles (**Figura 1**) y arbustos que se cultivan naturalmente en la sombra de los bosques africanos, incluidas las islas de Madagascar y Mauricio y antiguamente se cultivó en áreas tropicales como África ecuatorial, Java, Sumatra y otras islas de las Indias Orientales Holandesas, las Indias Occidentales, India, Arabia, las islas del Pacífico, México, América Central y del Sur<sup>21</sup>.

---

<sup>18</sup> CRUZ, Rebeca, et al. Espresso Coffee Residues: A Valuable Source of Unextracted Compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, [en línea]. 2012, 60(32), pp. 7777-7784. [Consultado 17 de septiembre] ISSN 0021-8561 Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22812683>

<sup>19</sup> MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. *Resources, Conservation & Recycling*, [en línea]. 2012, 66 pp. 45-58. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

<sup>20</sup> JUN, Xi. Caffeine extraction from green tea leaves assisted by high pressure processing. *Journal of Food Engineering*, [en línea]. 2009, 94(1), pp. 105-109. [Consultado 8 de enero 2019] ISSN 0260-8774 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0260877409001228>

<sup>21</sup> PREEDY, Victor R. *The Coffee Plant and Beans: An Introduction*. [en línea] En: FARAH, A. and FERREIRA DOS SANTOS, Thiago eds. *Coffee in Health and Disease Prevention*. 1st ed. Amsterdam: Elsevier Acad. Press, 2010. pp.7 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 0123744202 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/book/9780124095175/coffee-in-health-and-disease-prevention>

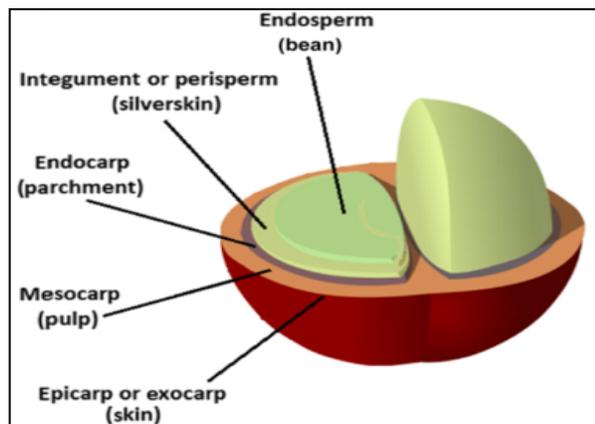
**Figura 1.** La planta de café.



Fuente: PREEDY, Victor R. *The Coffee Plant and Beans: An Introduction* . [en línea] En: FARAH, A. and FERREIRA DOS SANTOS, Thiago eds. *Coffee in Health and Disease Prevention*. 1st ed. Amsterdam: Elsevier Acad. Press, 2010. pp.7 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 0123744202 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/book/9780124095175/coffee-in-health-and-disease-prevention>

Tras su cosecha, el grano de café (**Figura 2**) está recubierto de unas capas que lo protegen. Estas capas son la piel, la pulpa, el pergamino y la piel plateada. Luego de quitarle todas las capas se obtiene el grano de café que luego se distribuye a las tiendas de venta de bebidas con café alrededor del mundo como Starbucks, Juan Valdez, Dunkin' Donuts, Costa Coffee, entre otros.

**Figura 2.** La fruta del café.



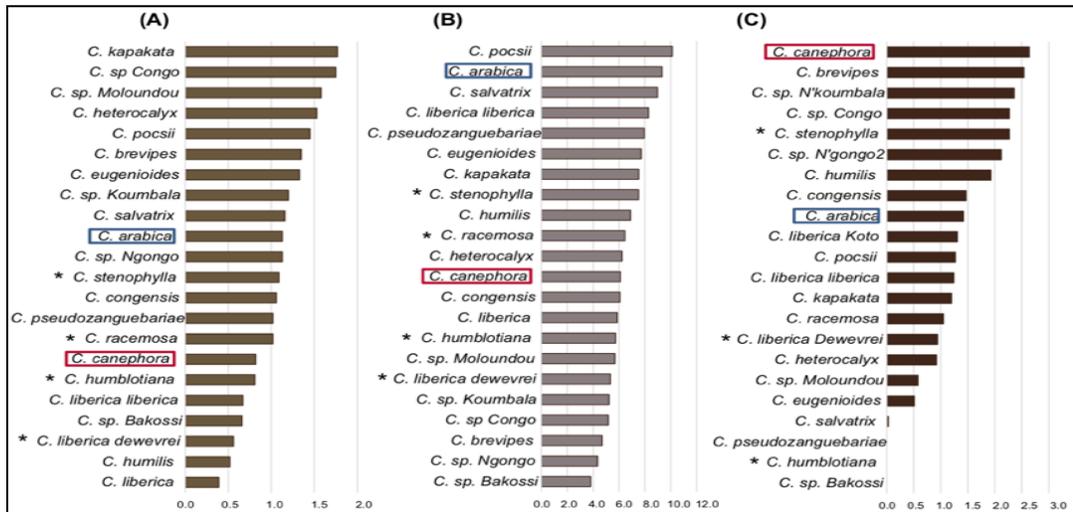
Fuente: PREEDY, Victor R. *The Coffee Plant and Beans: An Introduction* . [en línea] En: FARAH, A. and FERREIRA DOS SANTOS, Thiago eds. *Coffee in Health and Disease Prevention*. 1st ed. Amsterdam: Elsevier Acad. Press, 2010. pp.7 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 0123744202 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/book/9780124095175/coffee-in-health-and-disease-prevention>

Actualmente, Colombia siembra únicamente la variedad de café denominada como arábica, a pesar de que hay otras 16 variedades<sup>22</sup> que son:

- *C. kapakata*
- *C. sp Congo*
- *C. sp. Moloundou*
- *C. heterocalyx*
- *C. pocsii*
- *C. brevipes*
- *C. eugenioides*
- *C. sp. Koumbala*
- *C. salvatrix*
- *C. arabica*
- *C. sp. Ngongo*
- *C. stenophylla*
- *C. congensis*
- *C. pseudozanguebariae*
- *C. racemosa*
- *C. canephora*
- *C. humblotiana*
- *C. liberica liberica*
- *C. sp. Bakossi*
- *C. liberica dewevrei*
- *C. humilis*
- *C. liberica*

Todas estas variedades han sido estudiadas durante los últimos años y, gracias a la recopilación de diferentes estudios, se puede indicar cuál contiene más trigonelina (A), sacarosa (B) y cafeína (C) (**Figura 3**).

**Figura 3.** Composición bioquímica de 16 especies de *Coffea* respecto a los contenidos de trigonelina (A), sacarosa (B) y cafeína (C).



Fuente: FOLMER, Britta. Decaffeination-Process and Quality. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp.10 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

<sup>22</sup> FOLMER, Britta. *The Coffee Tree-Genetic Diversity and Origin*. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp. 10 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

**1.1.1 Cosecha y procesamiento del café.** Tras la cosecha del café, este pasa por un proceso de beneficio o vía humedad, el cual genera cuatro residuos, que son: Pulpa de café, cáscara de cereza, piel plateada y pergamino (A partir de la **Figura 4** se puede estimar la cantidad de subproductos de café que se generan en Colombia). Posterior al proceso de beneficio húmedo, este es llevado a un proceso de tostado en donde se genera la piel plateada. Finalmente, al obtener el grano de café, pasa a ser molido para elaborar la bebida que será consumida generando el café gastado como último residuo de todo el ciclo de vida del café.

A continuación, se describirán los procesos en donde se genera cada uno de los residuos mencionados.

**1.1.2 Método húmedo.** El café procesado por método húmedo se denomina café lavado o pergamino. En el proceso húmedo, la pulpa de la fruta que cubre las semillas / frijoles se retira con la pulpadora antes de secarse. Este método requiere un equipo confiable de despulpado y un suministro adecuado de agua limpia.<sup>23</sup>.

**1.1.3 Método seco.** En este método, las frutas recién cosechadas se extienden uniformemente a un espesor de aproximadamente 8 cm en un patio de secado limpio. Se agitan y se canalizan en forma de sembrado una vez cada hora. Las cerezas se consideran secas cuando un puñado de café produce un sonido de traqueteo cuando se agitan<sup>24</sup>. Las cáscaras de cereza normalmente se secan completamente en 12 a 15 días bajo condiciones cálidas. Los cafés secos de cereza no están expuestos a condiciones húmedas para evitar la formación de moho que puede afectar negativamente la calidad del café. Cada lote de cerezas se embolsa por separado en una bolsa de yute limpia y seca. El secado adecuado contribuye a la calidad del café respecto al color, la forma y los aromáticos<sup>25</sup>.

**1.1.4 Proceso de tostado y elaboración de la bebida de café verde.** El café verde se clasifica en lavado y no lavado con respecto al procesamiento húmedo o seco. El café verde está compuesto de compuestos volátiles y no volátiles. Los principales componentes del café verde son los carbohidratos, proteínas, lípidos, minerales, ceniza, cafeína, ácido clorogénico, trigonelina, agua, etc. La forma consumible de los granos de café verde se obtiene después del tostado. La evaluación de la calidad del café verde se basa en las pruebas de olor y sabor, así como en el tamaño, la forma, el color, la dureza y la presencia de defectos<sup>26</sup>. El sabor y aroma característicos del café resultan de la combinación de cientos de compuestos químicos producidos por las reacciones que ocurren durante el tostado y la

---

<sup>23</sup> Murthy PS, Basavaraj K, Naidu R. Journey of Indian coffee quality. *Journal of Indian Coffee* 2001; 3:18–21.

<sup>24</sup> Murthy PS, Basavaraj K, Naidu R. Journey of Indian coffee quality. *Journal of Indian Coffee* 2001; 3:18–21.

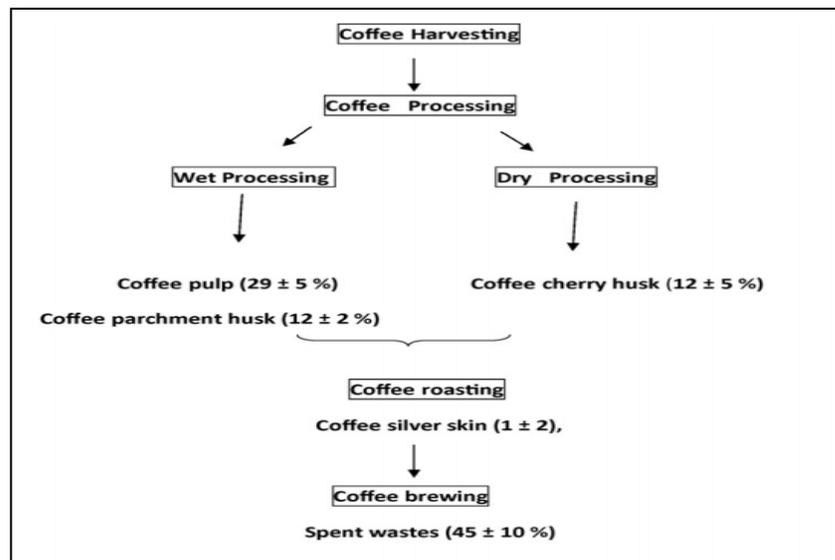
<sup>25</sup> MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. *Resources, Conservation & Recycling*, [en línea]. 2012, 66 pp. 45-58. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

<sup>26</sup> Feria-Morales AM. Examining the case of green coffee to illustrate the limitations of grading systems/expert tasters in sensory evaluation for quality control. *Food Quality and Preference* 2002;13(6):355–67.

elaboración de cerveza<sup>27</sup>. Este proceso se puede dividir en tres etapas consecutivas: secado, tostado y enfriamiento.

En la **Figura 4** se resume el ciclo de vida posterior al procesamiento y elaboración del café, con sus respectivos porcentajes teóricos en masa seca de los residuos generados a partir de su cosecha.

**Figura 4.** Residuos generados a partir de la cosecha de café.



Fuente: MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. *Resources, Conservation & Recycling*, [en línea]. 2012, 66 pp. 50. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

**1.1.5 Utilización de Subproductos de Café.** Al ser el ingrediente principal de una de las bebidas más consumidas mundialmente<sup>28</sup>, el café genera grandes cantidades de residuos durante su procesamiento en vía húmeda, vía seca y tostado (etapa de pre-consumo) y en la propia elaboración de la taza de café<sup>29,30</sup> (etapa de posconsumo). La etapa de preconsumo consiste en el despulpado, separación de

<sup>27</sup> Castillo Del MD, Ames JM, Gordon MH. Effects of roasting on the antioxidant activity of coffee brews. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 2002;50: 3698–703.

<sup>28</sup> FERNANDES, A. S., et al. Impacts of discarded coffee waste on human and environmental health. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, [en línea]. 2017, 141 pp. 30-36. [Consultado 21 de octubre 2018] ISSN 0147-6513 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0147651317301446>

<sup>29</sup> MUSSATTO, Solange, et al. Production, Composition, and Application of Coffee and Its Industrial Residues. *Food and Bioprocess Technology*, [en línea]. 2011, 4(5), pp. 661-672. [Consultado 21 de junio 2019] ISSN 1935-5130 Disponible en: [https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=od\\_307::6ff743b392bf843f0d444f7cb77aa4f8](https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=od_307::6ff743b392bf843f0d444f7cb77aa4f8)

<sup>30</sup> NABAIS, JoaO M. Valente, et al. Production of activated carbons from coffee endocarp by CO.sub.2 and steam activation. *Fuel Processing Technology*, [en línea]. 2008, 89(3), pp. 262-268. [Consultado 21 de junio 2019] ISSN 0378-3820 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0378382007002500>

la cáscara de cereza, mucilago y tostado del café (piel plateada). Estos subproductos generados por la etapa de procesamiento de vía húmeda, vía seca y tostado comprenden aproximadamente el  $42 \pm 12\%$ <sup>31</sup> de los subproductos principales de la industria del café. Finalmente, en la etapa de posconsumo se genera el café gastado, el cual es el porcentaje restante de los residuos generados por esta industria.

- **Pulpa de Café:** la pulpa de café (**Figura 5**) es el primer subproducto obtenido durante el procesamiento de vía húmeda donde este representa el  $29 \pm 5\%$ <sup>32</sup> en peso de la fruta del café, y se obtiene 1 tonelada de pulpa por cada tonelada de café producido<sup>33</sup>. Este residuo es rico en carbohidratos, proteínas y minerales (especialmente potasio) y también contiene cantidades apreciables de taninos, polifenoles y cafeína<sup>34</sup>. Además de ser aprovechado para la extracción de cafeína, este residuo es aprovechado también para:

- ✓ Producción de Seta.
- ✓ Compostaje.
- ✓ Productos alimenticios.
- ✓ Extracción de Polifenoles.
- ✓ Producción de Antocianinas.
- ✓ Alimentos para animales.
- ✓ Biosorbentes.

---

<sup>31</sup> MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. *Resources, Conservation & Recycling*, [en línea]. 2012, 66 pp. 45-58. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

<sup>32</sup> MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. *Resources, Conservation & Recycling*, [en línea]. 2012, 66 pp. 45-58. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

<sup>33</sup> VINIEGRA-GONZ LEZ, G., et al. Biotechnological management of coffee pulp - isolation, screening, characterization, selection of caffeine-degrading fungi and natural microflora present in coffee pulp and husk. *Applied Microbiology and Biotechnology*, [en línea]. 1995, 42(5), pp. 756-762. [Consultado 21 de junio 2019] ISSN 0175-7598 Disponible en: <https://pubag.nal.usda.gov/catalog/1416959>

<sup>34</sup> Bressani et al. Pulpa pergamino de café. Composición química y contenido de aminoácidos de la proteína de la pulpa, citado por MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. *Resources, Conservation & Recycling*, [en línea]. 2012, 66 pp. 49. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

**Figura 5. Pulpa de Café**



Fuente: MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. *Resources, Conservation & Recycling*, [en línea]. 2012, 66 pp. 50. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

- **Cáscara de Cereza:** la cáscara de cereza (**Figura 6**) se obtiene cuando los granos se someten al procesamiento por vía seca. Este subproducto representa aproximadamente el  $12 \pm 5\%$ <sup>35</sup> de la fruta. Su generación oscila en alrededor de 0.18 toneladas de cáscara producidos a partir de 1 tonelada de frutos de café<sup>36</sup>. Además de ser aprovechado para la obtención de cafeína, también es utilizado para:
  - ✓ Producción de Ácido Cítrico.
  - ✓ Producción de Ácido Gilberélico.
  - ✓ Vermicompostaje.
  - ✓ Producción de Tanasa.
  - ✓ Biosorbentes.
  - ✓ Tablero de Partículas.
  - ✓ Biogás.

<sup>35</sup> MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. *Resources, Conservation & Recycling*, [en línea]. 2012, 66 pp. 45-58. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

<sup>36</sup> ADAMS, M.R. and DOUGAN, J. Biological management of coffee processing wastes, *Tropical Science*, [en línea]. 1981, 23(3), pp. 177-196. [Consultado 21 de junio de 2019] Disponible en: <https://agricola.nal.usda.gov/vwebv/search?searchArg=Biological%20management%20of%20coffee%20processing%20wastes&searchCode=GKEY%5E&setLimit=1&recCount=10&dbCode=AGRI2DB&searchType=1&page.search.search.button=HomePage>

**Figura 6.** Cáscara de café.



Fuente: MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. Resources, Conservation & Recycling, [en línea]. 2012, 66 pp. 50. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

- **Pergamino:** la piel plateada del café o mejor conocido como el pergamino (**Figura 7**) es un tegumento del grano que se separa mediante el proceso de tostado. Este residuo consta de una concentración alta de compuestos fenólicos, así como la pulpa y el café gastado que contienen una alta concentración de este. Este residuo es el menos generado por todo el ciclo de procesamiento del café, representando solamente el  $1 \pm 2\%$ <sup>37</sup>. Sus aplicaciones más notables son:
  - ✓ Extracción de compuestos fenólicos.
  - ✓ Fibras Dietéticas.

La extracción de cafeína de este subproducto no es viable principalmente por su bajo contenido de cafeína y por su baja disponibilidad.

---

<sup>37</sup> MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. Resources, Conservation & Recycling, [en línea]. 2012, 66 pp. 45-58. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

**Figura 7. Pergamino**



Fuente: MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. Resources, Conservation & Recycling, [en línea]. 2012, 66 pp. 50. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

- **Café Gastado:** el café gastado (**Figura 8**) es el subproducto que representa la mayor cantidad de residuo producido por la industria del café con un valor del  $45 \pm 10\%$ <sup>38</sup>. A pesar de tener la concentración de cafeína más baja, se genera en grandes cantidades. Su composición química, en especial su contenido de cafeína varía según la planta de la cual provenga y del tipo de especie de café. Además de la extracción de cafeína, sus principales aplicaciones son las siguientes:
  - ✓ Alimentos para animales.
  - ✓ Producción de Etanol.
  - ✓ Extracción de aceite de café.
  - ✓ Adsorbentes.
  - ✓ Carbón Activado.
  - ✓ Materiales carbonosos.
  - ✓ Combustibles, biodiesel y bioetanol.

---

<sup>38</sup> MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. Resources, Conservation & Recycling, [en línea]. 2012, 66 pp. 45-58. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

**Figura 8. Café Gastado**



Fuente: MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. Resources, Conservation & Recycling, [en línea]. 2012, 66 pp. 50. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

Con base en la investigación realizada sobre las diversas aplicaciones de los residuos de café generados a partir de su procesamiento, incluyendo la extracción de cafeína y polifenoles<sup>39</sup>, a partir de la **Tabla 1** se puede detallar su composición química.

**Tabla 1.** Composición química de los subproductos de café.

Parámetros (%)	Pulpa de café	Cáscara de Cerezo	Piel Plateada	Café gastado
<b>Celulosa</b>	63.0 ± 2.5	43.0 ± 8.5	17.8 ± 6.0	8.6 ± 1.8
<b>Hemicelulosa</b>	2.3 ± 1.0	7.0 ± 3.0	13.1 ± 9.0	36.7 ± 5.0
<b>Proteína</b>	11.5 ± 2.0	8.0 ± 5.0	18.6 ± 4.0	13.6 ± 3.8
<b>Grasas</b>	2.0 ± 2.6	0.5 ± 5.0	2.2 ± 1.9	ND
<b>Fibras Totales</b>	60.5 ± 2.9	24.0 ± 5.9	62.4 ± 2.5	ND
<b>Polifenoles Totales</b>	1.5 ± 1.5	0.8 ± 5.0	1.0 ± 2.0	1.5 ± 1.0
<b>Azucares Totales</b>	14.4 ± 0.9	58.0 ± 20.0	6.65 ± 10	8.5 ± 1.2
<b>Sustancias Pépticas</b>	6.5 ± 1.0	1.6 ± 2.0	0.02 ± 1.0	0.01 ± 0.005
<b>Lignina</b>	17.5 ± 2.2	9.0 ± 1.6	1.0 ± 2.0	0.05 ± 0.05
<b>Taninos</b>	3.0 ± 5.0	5.0 ± 2.0	0.02 ± 0.1	0.02 ± 0.1
<b>Ácidos Clorogénicos</b>	2.4 ± 1.0	2.5 ± 0.6	3.0 ± 0.5	2.3 ± 1.0
<b>Cafeína</b>	1.5 ± 1.0	1.0 ± 0.5	0.03 ± 0.6	0.02 ± 0.1

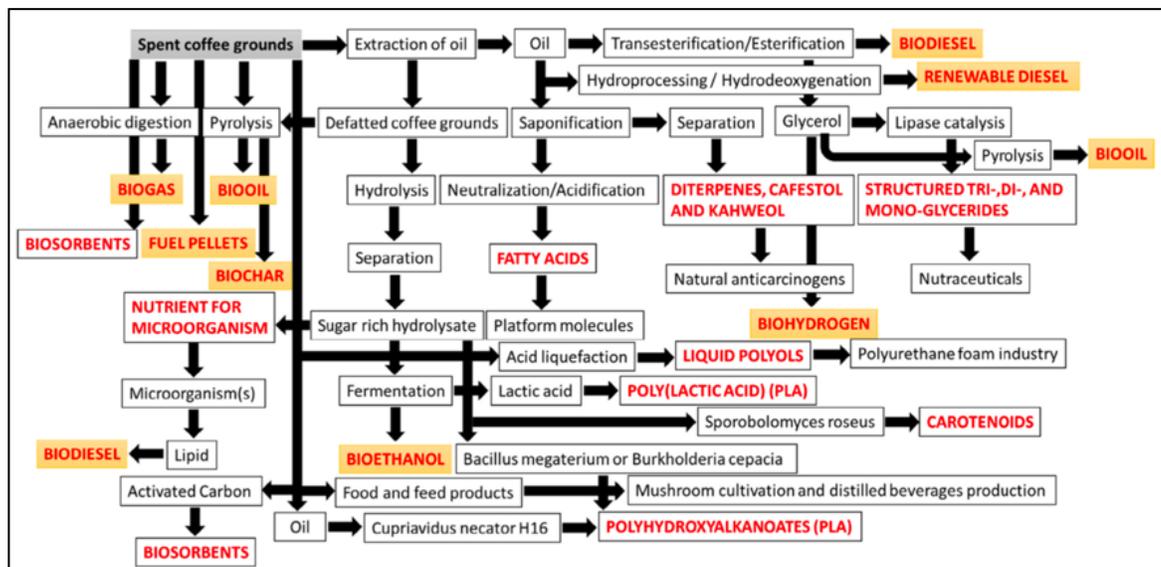
Fuente: elaboración propia con base en MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. Resources, Conservation & Recycling, [en línea]. 2012, 66 pp. 49. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

<sup>39</sup> ESQUIVEL, Patricia and JIMÉNEZ, Víctor M. Functional properties of coffee and coffee by-products. Food Research International, [en línea]. 2012, 46(2), pp. 488-495. [Consultado 21 de junio de 2019] ISSN 0963-9969 Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0963996911003449>

### 1.1.6 Utilización de los subproductos del café en la industria de biorrefinería.

Actualmente los desechos de café están siendo aprovechados por diferentes tipos de industrias, lo cual da muestra de las oportunidades que estos pueden aportar para la reducción de su impacto ambiental y por su composición química de diversos componentes que se pueden valorizar tras su conversión mediante un proceso. Una de las industrias más fuertes en cuanto a la valorización del café gastado es la biorrefinería (**Figura 9**). Este proceso consiste en la conversión de esta biomasa a través de diversos procesos fisicoquímicos en biocombustible útil; biogás, bioacetes, bioetanol, diésel renovable, biocarbón, biodiesel y biohidrógeno para reducir la explotación de los recursos fósiles y fortalecer el uso de las energías renovables.

**Figura 9.** Aprovechamiento del café gastado por la Biorrefinería.

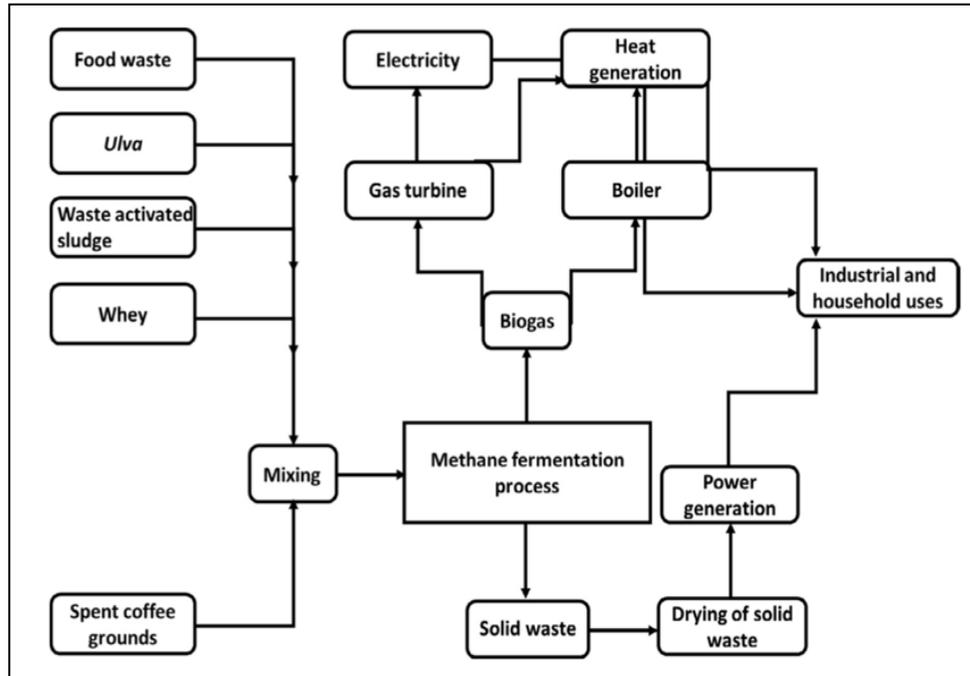


Fuente: Karmee, Sanjib Kumar. A spent coffee grounds based biorefinery for the production of biofuels, biopolymers, antioxidants and biocomposites. Waste Management, [en línea]. 2018, 72pp. 249. [Consultado 9 de mayo 2019] ISSN 0956-053X Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X17307882>

**1.1.6.1 Biogás.** La digestión anaeróbica es uno de los métodos de tratamientos más comunes y de gran potencial que se utiliza para la producción de biogás a partir de residuos orgánicos. El proceso de producción de biogás con café gastado consiste en utilizar una mezcla de lodo proveniente de una planta de tratamiento de aguas con café gastado en una relación de 20% (m/v), el cual se somete a un proceso de biometanización a condiciones mesofílicas. Además de utilizar el café gastado como fuente principal para la generación de biogás, también se puede aprovechar la cáscara de cereza y el agua drenada del proceso de despulpado como materia prima para la producción de este gas combustible que tiene como mejor uso para la

generación de energía eléctrica (**Figura 10**) y “para el proceso de secado de café mediante el uso de los gases de escape”<sup>40</sup>.

**Figura 10.** Co-digestión anaeróbica de café gastado con diferentes materias primas para la preparación de biogás.



Fuente: Karmee, Sanjib Kumar. A spent coffee grounds based biorefinery for the production of biofuels, biopolymers, antioxidants and biocomposites. *Waste Management*, [en línea]. 2018, 72pp. 248. [Consultado 9 de mayo 2019] ISSN 0956-053X Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X17307882>

**1.1.6.2 Alcohol carburante.** Según recientes estudios, la producción de bioetanol a partir de café gastado es de gran potencial, teniendo en cuenta que se estima que su producción a partir de residuos agroindustriales se podría incrementar 16 veces con respecto a la cantidad actual de producción<sup>41</sup>.

La producción del bioetanol se basa principalmente en uno de los siguientes pretratamientos:

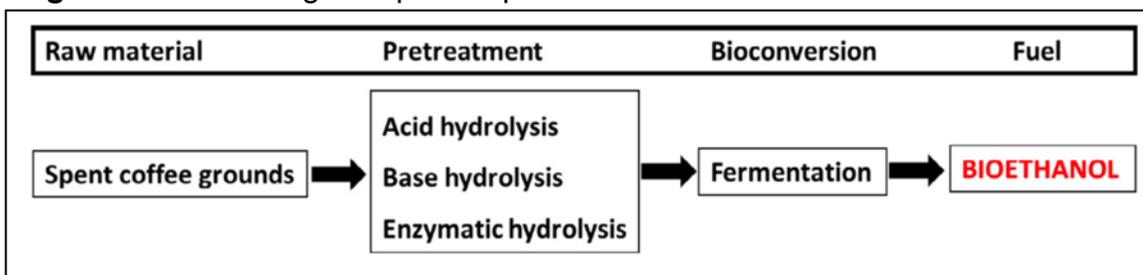
- Hidrólisis Ácida.
- Hidrólisis Alcalina.
- Hidrólisis Enzimática.

<sup>40</sup> Rathanivelu R and Graziosi G. Potential alternative use of coffee waste and by-products, Citado por MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. *Resources, Conservation & Recycling*, [en línea]. 2012, 66 pp. 52. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

<sup>41</sup> SAHA, B. C., et al. Fuel Ethanol Production from Agricultural Residues: Current Status and Future Prospects. *Journal of Biotechnology*, [en línea]. 2010, 150pp. 12-13. [Consultado 21 de junio 2019] ISSN 0168-1656 Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168165610004396>

Posterior a estos pretratamientos se lleva hacia un proceso de bioconversión cuyo objetivo es la fermentación para finalmente obtener el bioetanol (**Figura 11**).  
Proceso de producción de bioetanol

**Figura 11.** Proceso global para la producción de bioetanol.



Fuente: Karmee, Sanjib Kumar. A spent coffee grounds based biorefinery for the production of biofuels, biopolymers, antioxidants and biocomposites. Waste Management, [en línea]. 2018, 72pp. 247. [Consultado 9 de mayo 2019] ISSN 0956-053X Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X17307882>

Luego de su producción, este se puede convertir en bioeteres para destinarse al mercado de la gasolina<sup>42</sup>.

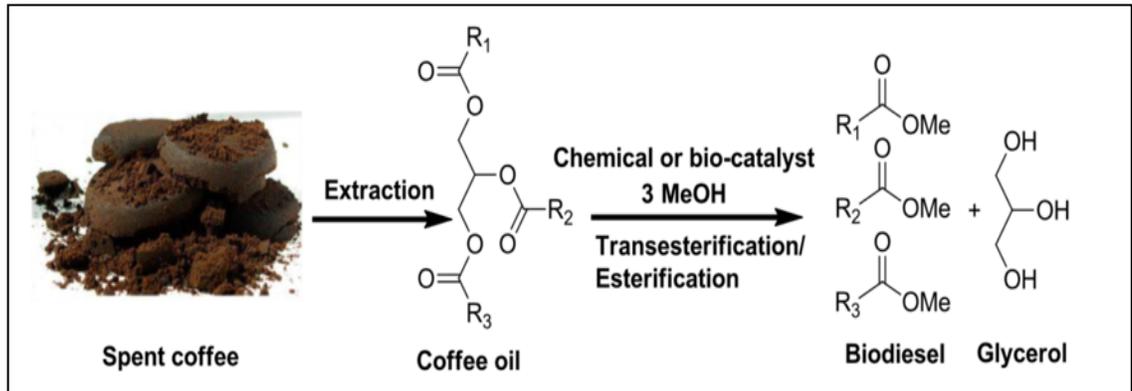
**1.1.6.3 Biodiesel y Aceite de Café.** La producción de biodiesel a partir del café gastado consta de dos etapas. La primera es la extracción de aceite de café, sea por una extracción convencional, extracción soxhlet o por extracción de fluido supercrítico (SCF). Como segunda etapa este aceite se lleva hacia un proceso de transesterificación/ esterificación (**Figura 12**) utilizando metanol como catalizador.

La producción de este biocombustible es posible gracias al alto contenido de ácidos grasos del aceite de café, lo cual permite producirlo con una alta tasa de rendimiento del 82%<sup>43</sup>.

<sup>42</sup> Karmee, Sanjib Kumar. A spent coffee grounds based biorefinery for the production of biofuels, biopolymers, antioxidants and biocomposites. Waste Management, [en línea]. 2018, Periodicidad 72pp. 240-254. [Consultado 9 de mayo 2019] ISSN 0956-053X Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X17307882>

<sup>43</sup> Haile, Mebrahtu. Integrated valorization of spent coffee grounds to biofuels. Biofuel Research Journal, [en línea]. 2014, Periodicidad 1(2), pp. 65-69. [Consultado 9 de mayo 2019] ISSN 2292-8782 Disponible en: <https://doi.org/article/f0dea4cf85754a2cae7c8c38c3f0231a>

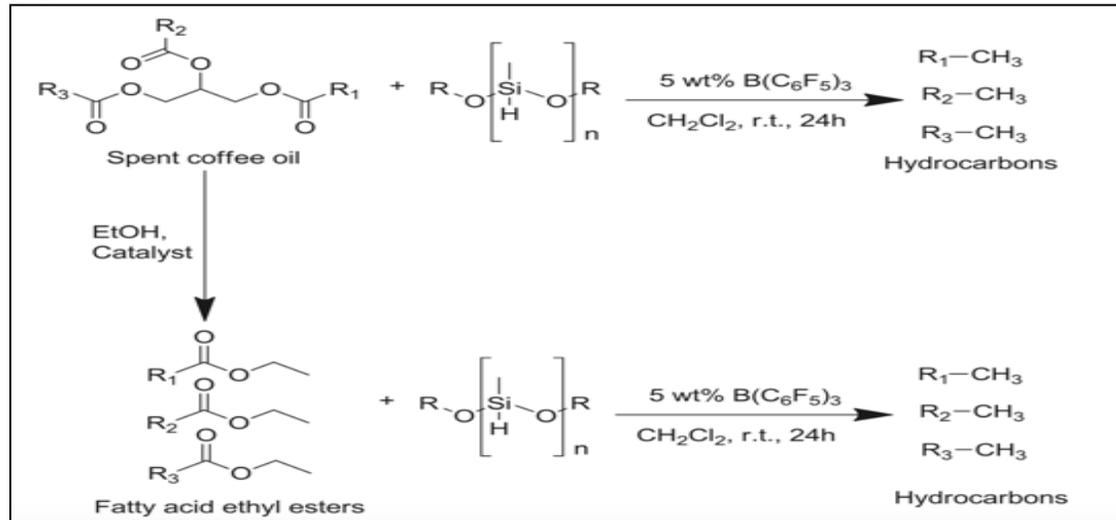
**Figura 12.** Proceso global para la preparación de biodiesel.



Fuente: Karmee, Sanjib Kumar. A spent coffee grounds based biorefinery for the production of biofuels, biopolymers, antioxidants and biocomposites. *Waste Management*, [en línea]. 2018, 72pp. 245. [Consultado 9 de mayo 2019] ISSN 0956-053X Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X17307882>

Sumado a esto, el aceite de café también es utilizado para la producción de diésel renovable, el cual tiene una ventaja sobre este biodiesel por su alto número de cetano. La producción de este diésel renovable es posible únicamente por el alto contenido de ácidos grasos del aceite de café. Este proceso se basa en un hidrotratamiento (**Figura 13**).

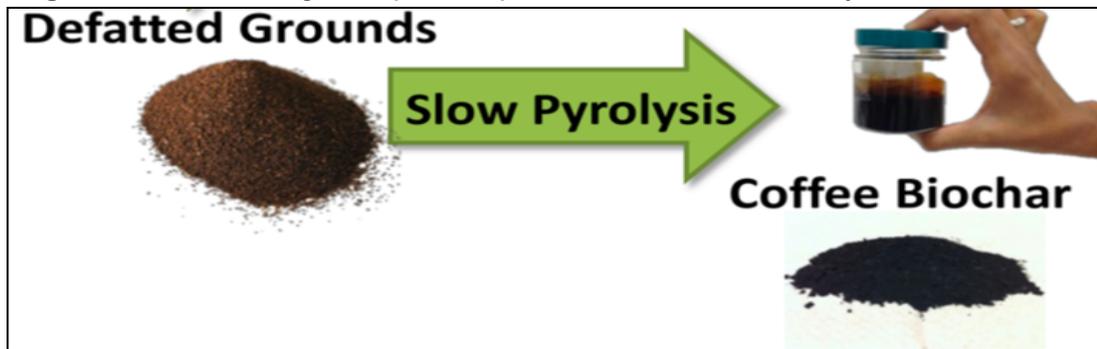
**Figura 13.** Reacción de conversión de aceite de café a biodiesel renovable.



Fuente: Karmee, Sanjib Kumar. A spent coffee grounds based biorefinery for the production of biofuels, biopolymers, antioxidants and biocomposites. *Waste Management*, [en línea]. 2018, 72pp. 247. [Consultado 9 de mayo 2019] ISSN 0956-053X Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X17307882>

**1.1.6.4 Bioaceite y Biocarbón.** La producción del bioaceite y biocarbón está regida bajo el proceso de pirolisis lenta (**Figura 14**) utilizando el café gastado libre de grasas. Este proceso consiste en un rompimiento térmico de largas cadenas carbonadas con la finalidad de obtener compuestos carbonados más pequeños, generando tres productos principales: productos sólidos, líquidos y gaseosos. Dado que la temperatura de la pirolisis lenta no es lo suficientemente alta no se generan productos gaseosos.

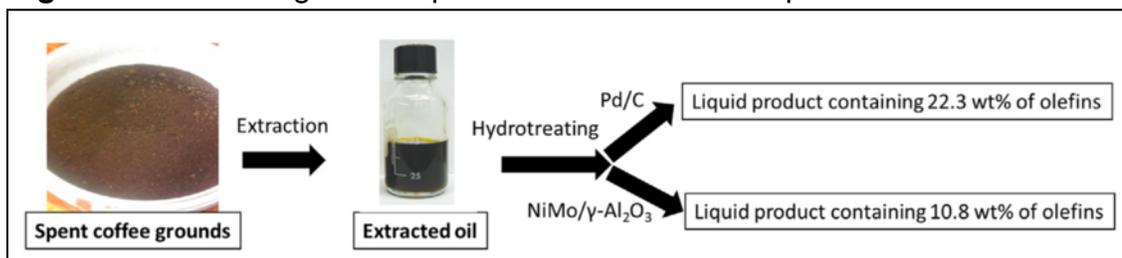
**Figura 14.** Proceso global para la producción de bioaceite y biocarbón.



Fuente: VARDON, Derek R., et al. Complete Utilization of Spent Coffee Grounds To Produce Biodiesel, Bio-Oil, and Biochar. ACS Sustainable Chemistry & Engineering, [en línea]. 2013, 1(10), pp. 1286. [Consultado 9 de mayo 2019] ISSN 2168-0485 Disponible en: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/sc400145w>

Estos productos intermedios generados de la pirolisis lenta posterior se llevan a otros procesos para producir briquetas de café a partir del biocarbón y productos petroquímicos a partir de las olefinas producidas mediante un hidrotreamiento del bioaceite (**Figura 15**).

**Figura 15.** Proceso global de producción de olefinas a partir de bioaceites.



Fuente: Karmee, Sanjib Kumar. A spent coffee grounds based biorefinery for the production of biofuels, biopolymers, antioxidants and biocomposites. Waste Management, [en línea]. 2018, 72pp. 247. [Consultado 9 de mayo 2019] ISSN 0956-053X Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X17307882>

**1.1.7 Cafeína.** Químicamente, la cafeína es un derivado de la purina xantina con sustituyentes metilo unidos en las posiciones 1, 3 y 7<sup>44</sup>. Esta molécula es un alcaloide amargo que contribuye a la amargura del café. Al ser eliminada alterará esos factores del gusto. Además, otros componentes de sabor o aroma también se disminuyen o eliminan en el proceso de descafeinado<sup>45</sup>. Aparte de estar presente en el café o ser extraída en un proceso de descafeinado, también es utilizada para la elaboración de pastillas para dolores de cabeza severo. Durante este proceso la cafeína se encuentra en condiciones ambientales, es aquí donde la cafeína pura se puede apreciar como polvo cristalino blanco, inodoro y de sabor amargo. Presenta dos formas cristalinas diferentes en estado puro y cuando se cristaliza en presencia de agua, se forman bigotes muy típicos<sup>46</sup>. La **Figura 16** muestra cristales de cafeína extraídos del café.

**Figura 16.** Cristales y estructura química de la cafeína.



Fuente: FOLMER, Britta. Decaffeination-Process and Quality. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp.226 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

Numerosos estudios han reportado los efectos del consumo de cafeína en los seres humanos, como el conocido efecto estimulante de las dosis bajas de cafeína en el sistema nervioso, que aumenta la capacidad de concentración y contrarresta el cansancio<sup>47</sup>.

<sup>44</sup> RAMALAKSHMI, K. and RAGHAVAN, B. Caffeine in Coffee: Its Removal. Why and How? Critical Reviews in Food Science and Nutrition, [en línea]. 1999, 39(5), pp. 441-456. [Consultado 9 de enero 2019] ISSN 1040-8398 Disponible en: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/10408699991279231>

<sup>45</sup> M Hossain W E C. A New Approach for Removal of Caffeine from Coffee using Sunflower Oil. Proceedings of the World Congress on Engineering, [en línea]. 2011, 3 [Consultado 9 de enero 2019] ISSN 2078-0958 Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/236680800\\_A\\_new\\_approach\\_for\\_removal\\_of\\_caffeine\\_from\\_coffee\\_using\\_sunflower\\_oil](https://www.researchgate.net/publication/236680800_A_new_approach_for_removal_of_caffeine_from_coffee_using_sunflower_oil)

<sup>46</sup> FOLMER, Britta. Decaffeination-Process and Quality. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp.225 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

<sup>47</sup> GALANAKIS, Charis M. Extraction and and Formulation of Bioactive Compounds . [en línea] En: BELŠČAK-CVITANOVIC, A. and KOMES, Draženka eds. Handbook of Coffee Processing By-Products. 1st ed. US: Academic Press, 2017. pp.105 [Consulta: 9 de enero 2019] ISBN 0128112905 Disponible en: <https://www.elsevier.com/books/handbook-of-coffee-processing-by-products/galanakis/978-0-12-811290-8>

## 1.2 MÉTODOS DE CUANTIFICACIÓN DE CAFEÍNA

Hoy en día hay diversos métodos de cuantificación de compuestos químicos de los cuales estos se diferencian por su grado de complejidad y el costo asociado con respecto a lo que se requiere analizar. Estos métodos de cuantificación se basan fundamentalmente en la química analítica que estudia todas las técnicas y métodos necesarios para conocer la composición, identidad, pureza y constitución de la materia prima en términos de la clase, cantidad y forma de agrupamiento de átomos y moléculas<sup>48</sup>.

**1.2.1 Cromatografía líquida de alta eficiencia (HPLC).** La cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC) (**Figura 17**) es una forma instrumental de cromatografía líquida que emplea fases estacionarias que consisten en pequeñas partículas, logrando así separaciones más eficientes que las utilizadas en la cromatografía líquida convencional<sup>49</sup>. Este tipo de columna puede utilizar diversas variedades de solventes, pero estos deben de ser previamente sometidos a una filtración por membrana para evitar el traspaso de partículas que puedan alterar e incluso dañar el equipo. Por ende, la formación de burbujas también debe evitarse, ya que las burbujas pueden causar variaciones en el caudal si alcanzan la bomba o perturbaciones en el cromatograma si se forman o alcanzan la celda del detector<sup>50</sup>.

A pesar de ser un método de alto costo, en la actualidad hay normas vigentes como la NTC-ISO 20481, que estima el contenido de cafeína por HPLC, por lo que es un método de alta precisión.

Los elementos básicos para una columna HPLC son:

- Fase Estacionaria.
- Fase Móvil.

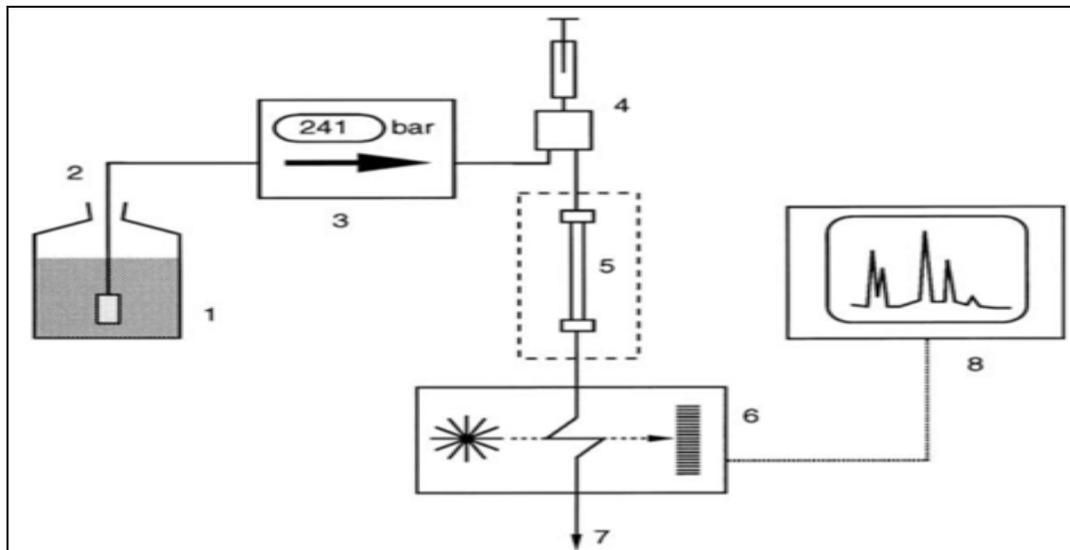
---

<sup>48</sup> Introducción y conceptos generales. [sitio web]. [Consulta: 12 de octubre 2019]. Disponible en: [http://ocw.usal.es/eduCommons/ciencias-experimentales/quimica-analitica/contenidos/CONTENIDOS/1.CONCEPTOS\\_TEORICOS.pdf](http://ocw.usal.es/eduCommons/ciencias-experimentales/quimica-analitica/contenidos/CONTENIDOS/1.CONCEPTOS_TEORICOS.pdf)

<sup>49</sup> MORENO-ARRIBAS, M. V. and POLO, M. C. CHROMATOGRAPHY | High-Performance Liquid Chromatography. [en línea] En: CABALLERO, B. ed. Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition. Oxford: Academic Press, 2003. pp.1275 [Consulta: 9 de enero 2019] Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B012227055X002327>

<sup>50</sup> MORENO-ARRIBAS, M. V. and POLO, M. C. CHROMATOGRAPHY | High-Performance Liquid Chromatography. [en línea] En: CABALLERO, B. ed. Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition. Oxford: Academic Press, 2003. pp.1275 [Consulta: 9 de enero 2019] Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B012227055X002327>

**Figura 17.** Diagrama esquemático de una unidad HPLC. (1) depósito del solvente, (2) línea de transferencia con frita, (3) bomba (con manómetro), (4) Inyección de muestra, (5) columna con termostato, (6) detectores, (7) residuos y (8) Adquisición de datos.



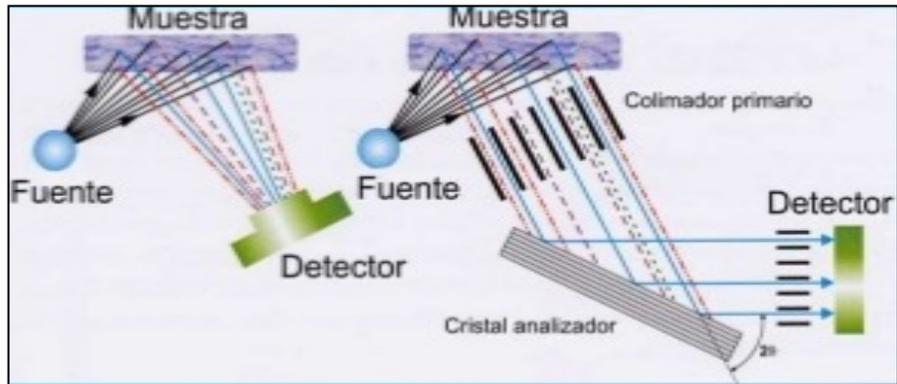
Fuente: MEYER, Veronika R. Introduction. [en línea] En: MEYER, V.R. ed. Practical high-performance liquid chromatography. 3rd ed. Chichester: Wiley, 1999. pp.9-10 [Consulta: 9 de enero 2019] ISBN 047198373X Disponible en: <https://www.wiley.com/en-co/Practical+High+Performance+Liquid+Chromatography,+5th+Edition-p-9780470682180>

**1.2.2 Fluorecencia de rayos x (FRX).** La espectrometría de fluorescencia de rayos X (**Figura 18**) es una técnica de espectroscopia atómica. Se basa en las transiciones de electrones de los átomos que se producen cuando una radiación electromagnética de cierta energía incide en el material en estudio, produciendo una excitación del átomo, el cual pasa de un estado basal (estable) a otro de mayor energía (inestable), de lo que resultan transiciones en diferentes estados energéticos en el átomo, los cuales son únicos para cada átomo en particular. Esta radiación incide sobre un cristal analizador (con espaciado interatómico  $d$ ) que la difracta en un ángulo ( $\theta$ ) dependiente de su longitud de onda ( $\lambda$ ) por la ley de Bragg.

Un detector que puede moverse sobre un determinado rango de dicho ángulo mide el valor de la intensidad de radiación en un ángulo determinado y por tanto para una longitud de onda específica, que es función lineal de la concentración del elemento en la muestra que produce tal radiación de fluorescencia<sup>51</sup>.

<sup>51</sup> PIZARRO, C. O. M., & Dávila, A. A. C. Espectrometría de fluorescencia de rayos x. En: Universidad Autónoma de Chihuahua, 2009. 2 p

**Figura 18.** Método de fluorescencia de rayos X (XRF)

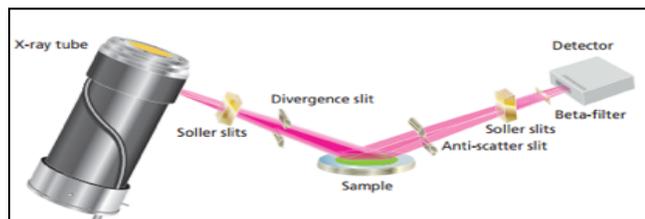


Fuente: ESPECTROSCOPIA DE RAYOS X. Análisis instrumental de minerales y metales. [en línea], [revisado 13 septiembre 2017]. Disponible en internet: <https://es.slideshare.net/161577/espectroscopia-atmica-derayosx>

**1.2.3 Difracción de rayos x (DRX).** La difracción de rayos X (DRX) (**Figura 19**) es una de las técnicas más eficaces para el análisis cualitativo y cuantitativo de fases cristalinas de cualquier tipo de material, tanto natural como sintético. Sin embargo, es una tecnología costosa, por esta razón se incrementarían los costos de análisis del presente proyecto.

Los rayos-X son una forma de radiación electromagnética de elevada energía y pequeña longitud de onda; del orden de los espacios interatómicos de los sólidos. Cuando un haz de rayos-X incide en un material sólido, parte de este haz se dispersa en todas direcciones a causa de los electrones asociados a los átomos o iones que encuentra en el trayecto, pero el resto del haz puede dar lugar al fenómeno de difracción de rayos-X, que tiene lugar si existe una disposición ordenada de átomos y si se cumplen las condiciones que vienen dadas por la Ley de Bragg que relaciona la longitud de onda de los rayos-X y la distancia interatómica con el ángulo de incidencia del haz difractado<sup>52</sup>.

**Figura 19.** Técnica de difracción de rayos X



Fuente: ERMIRICH Martin. X- Ray Powder Diffraction. En: Panalytical B.V. 2013. 9 p.

<sup>52</sup> SERVICIOS CENTRALES DE APOYO A LA INVESTIGACIÓN. Unidad Difracción de Rx. [en línea], [revisado 14 Septiembre 2017]. Disponible en internet: <http://www.scai.uma.es/servicios/aqcm/drx/drx.html>

**1.2.4 Método por espectrofotometría.** La espectrofotometría es una técnica basada en la cantidad de luz absorbida por una sustancia química bajo la ley de Lambert-Beer, siendo así un método eficaz, altamente disponible y de bajo costo.

Para cuantificar la cafeína por espectrofotometría se debe primero construir la curva de calibración o patrón que permitirá estimar la cantidad de este mediante un ajuste lineal, en donde la variable de entrada es la muestra por analizar y la variable salida es la absorbancia medida dentro de la muestra que finalmente, al sustituir este dato dentro de la ecuación de ajuste lineal, da como resultado la concentración de cafeína.

Actualmente hay varias normas y protocolos estandarizados para la cuantificación de cafeína, como la norma 969.15 AOAC, la cual consiste en preparar la muestra utilizando hidróxido de amonio y celita para posteriormente realizar una extracción líquido-líquido con cloroformo y luego leer las muestras directamente a una longitud de onda de 276nm. Además de la norma 969.15 AOAC, también en los estudios de Ullah<sup>53</sup> y Wanyika<sup>54</sup> estiman el contenido de cafeína, pero a diferencia de la 969.15 AOAC, ellos precipitan taninos, glucósidos, proteínas con acetato de plomo (III) y posteriormente separan el plomo en exceso con ácido sulfúrico para facilitar la lectura de los extractos a 274nm utilizando el cloroformo como el solvente de extracción.

En el presente proyecto de grado se utilizó este método para cuantificar el contenido de cafeína teniendo en cuenta el protocolo de Ullah<sup>55</sup> y Wanyika<sup>56</sup> por su facilidad de ejecución, su bajo costo y por ser un método que proporciona resultados rápidos.

---

<sup>53</sup> ULLAH, Sami. Qualitative and quantitative determination of caffeine by comparing its amount in variety of black and green tea leaves marketed in Quetta city. *Pure and Applied Biology*, [en línea]. 2015, 4(1), pp. 9-14. [Consultado 10 de abril 2019] ISSN 2304-2478 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/1666710650>

<sup>54</sup> H. N. Wanyika, et al. Determination of caffeine content of tea and instant coffee brands found in the Kenyan market. *African Journal of Food Science*, [en línea]. 2010, 4(6), pp. 353-358. [Consultado 10 de abril 2019] ISSN 1996-0794 Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/261012967\\_Determination\\_of\\_caffeine\\_content\\_of\\_tea\\_and\\_instant\\_coffee\\_brands\\_found\\_in\\_the\\_Kenyan\\_market](https://www.researchgate.net/publication/261012967_Determination_of_caffeine_content_of_tea_and_instant_coffee_brands_found_in_the_Kenyan_market)

<sup>55</sup> ULLAH, Sami. Qualitative and quantitative determination of caffeine by comparing its amount in variety of black and green tea leaves marketed in Quetta city. *Pure and Applied Biology*, [en línea]. 2015, 4(1), pp. 9-14. [Consultado 10 de abril 2019] ISSN 2304-2478 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/1666710650>

<sup>56</sup> H. N. Wanyika, et al. Determination of caffeine content of tea and instant coffee brands found in the Kenyan market. *African Journal of Food Science*, [en línea]. 2010, 4(6), pp. 353-358. [Consultado 10 de abril 2019] ISSN 1996-0794 Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/261012967\\_Determination\\_of\\_caffeine\\_content\\_of\\_tea\\_and\\_instant\\_coffee\\_brands\\_found\\_in\\_the\\_Kenyan\\_market](https://www.researchgate.net/publication/261012967_Determination_of_caffeine_content_of_tea_and_instant_coffee_brands_found_in_the_Kenyan_market)

### 1.3 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN

A continuación, se describirán los diversos métodos de extracción tanto convencionales como no convencionales que actualmente se están llevando a cabo para la obtención de cafeína a escala laboratorio e industrial.

**1.3.1 Descafeinado.** El proceso ideal de descafeinado elimina la cafeína de las células del grano sin ninguna otra alteración en el grano. Debido a la naturaleza de la molécula de cafeína y su ubicación dentro de las células del grano de café, es evidente que tal eliminación ideal enfrenta obstáculos severos. Los efectos secundarios no deseados pueden incluir una pérdida de aroma o moléculas precursoras, cambios en la estructura y tamaño de los granos, pérdida de masa, residuos de solventes y cambios en la apariencia de los granos.

Después del proceso de extracción, el contenido inicial de agua de los frijoles debe restaurarse mediante el secado, un paso de proceso desfavorable y costoso. En resumen, la secuencia del proceso en todos los procesos industriales es la preparación previa del grano con agua, la extracción de cafeína y el posterior secado del grano de café<sup>57</sup>.

**1.3.2 Extracción con solventes orgánicos.** La elección de un solvente de extracción está sujeta a varias demandas, como el potencial de solubilidad (**Tabla 2**), el costo, la capacidad de administración, los límites legales y la disponibilidad, entre otros. La solubilidad es solvente y depende de la temperatura. La extracción de cafeína de los granos hinchados con agua requiere un disolvente que sea prácticamente inmiscible con agua para no perder otros componentes solubles en agua del grano. Naturalmente, los componentes precursores del sabor deben permanecer en los granos lo más extensamente posible. Se ha encontrado que una variedad de disolventes orgánicos adecuados, pero solo dos se usan comúnmente: DCM (cloruro de metileno;  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ) y acetato de etilo (etanoato de etilo;  $\text{CH}_3\text{-COO-CH}_2\text{-CH}_3$ )<sup>58</sup>.

---

<sup>57</sup> FOLMER, Britta. Decaffeination-Process and Quality. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp.228-229 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

<sup>58</sup> FOLMER, Britta. Decaffeination-Process and Quality. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp.229 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

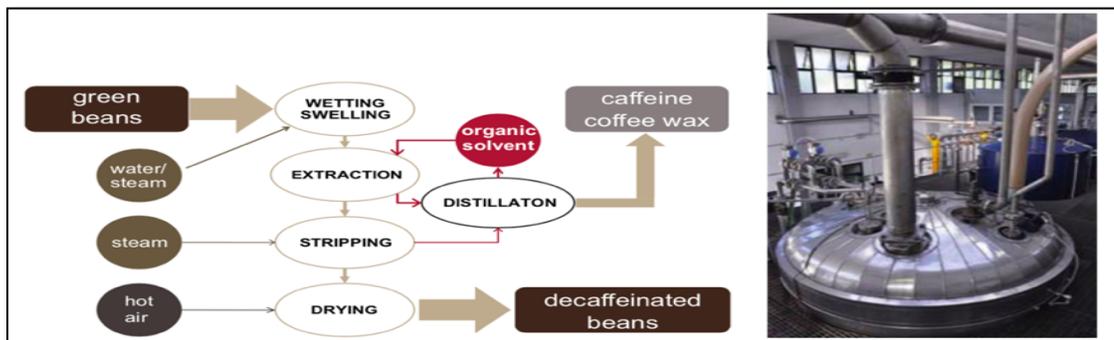
**Tabla 2.** Solubilidad de la cafeína en varios solventes.

Solvente	Temperatura (°C)	Solubilidad (%w/v)
Dicloroetano	25	1.8
Lactato de Etilo	20	2
Triclorometano	20	1.8
Acetona	20	2
Diclorometano	20	8
Etanol	20	1.5
Tricloroetano	25	1.5

Fuente: elaboración propia con base en FOLMER, Britta. Decaffeination-Process and Quality. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp.230 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

Con el descafeinado de solvente orgánico, los granos primero se ponen en contacto con vapor y agua para aumentar su contenido de humedad de aproximadamente 10 a 25 o incluso 40% en peso. Luego, los granos se descafeinan por extracción con el disolvente orgánico (**Figura 20**), ya sea en lechos fijos (por ejemplo, baterías de columna de percolación, extractores de carrusel) o en sistemas agitados (por ejemplo, tambores giratorios). La difusión de la cafeína en los granos es bastante lenta y, por lo tanto, no es imperativo controlar la velocidad y, por lo tanto, la intensa agitación del grano<sup>59</sup>.

**Figura 20.** Diagrama de flujo del proceso simplificado para el descafeinado del solvente (Izquierda); Planta de descafeinado que funciona con diclorometano, con cortesía de DEMUS, Italia (Derecha).



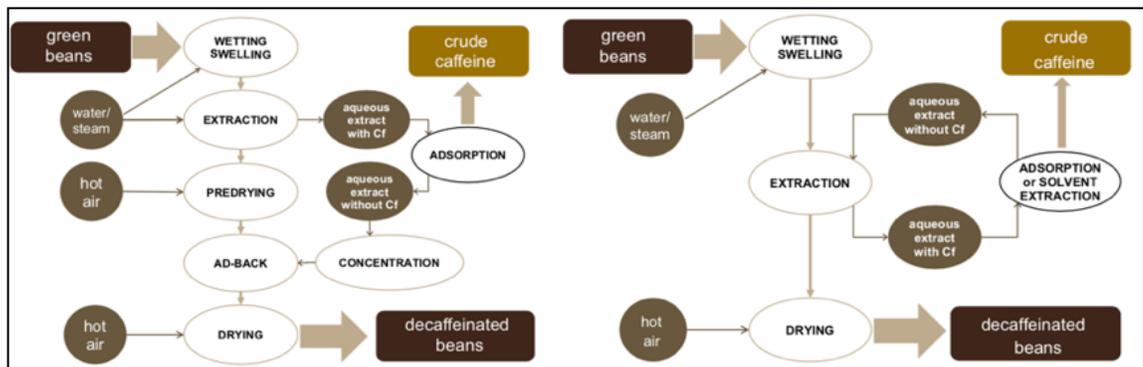
Fuente: FOLMER, Britta. Decaffeination-Process and Quality. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp.231 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

<sup>59</sup> FOLMER, Britta. Decaffeination-Process and Quality. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp.229-231 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

**1.3.3 Extracción con H<sub>2</sub>O.** La solubilidad de la cafeína en agua aumenta significativamente con la temperatura y, por lo tanto, la extracción se realiza con agua caliente a presión atmosférica. La hinchazón de los frijoles también es necesaria y se logra mediante un proceso preliminar de humedecimiento / vaporización o simplemente dentro del extractor. La elección de los sistemas de extracción se asemeja a uno de los procesos solventes. Las columnas de percolación simple se han utilizado con éxito durante décadas y el tiempo de extracción típico es de 8 horas. El problema es la selectividad limitada con respecto a los otros componentes del café. Los componentes precursores del aroma, como los azúcares, se coextraherán al menos parcialmente cuando se use agua. Hay dos formas principales de lidiar con este obstáculo: o el agua tiene dificultades para extraer los solubles de café que no contienen cafeína, o los solubles extraídos deben reincorporarse al grano verde<sup>60</sup>.

En la **Figura 21** se pueden apreciar dos procesos de descafeinado con agua dulce y con agua saturada.

**Figura 21.** Diagramas de flujo de proceso simplificados para el descafeinado del agua: agua dulce y concentrado que se remontan a los frijoles (Izquierda); utilizando el reciclaje de agua saturada (Derecha).



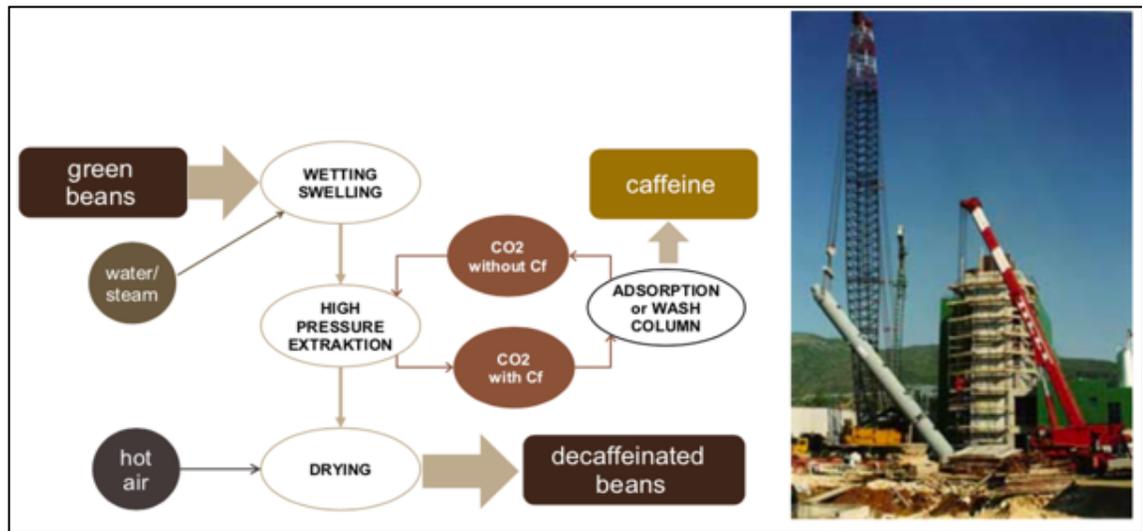
Fuente: FOLMER, Britta. Decaffeination-Process and Quality. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp.232 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

**1.3.4 Extracción con CO<sub>2</sub> presurizado.** Aunque comúnmente conocido como gas, el dióxido de carbono existe a presiones elevadas, ya sea como líquido o como el llamado fluido supercrítico. En el líquido y aún más en el estado supercrítico (T > 31°C, P > 7.39 MPa), el CO<sub>2</sub> es capaz de disolver algo de cafeína, pero menos que otros solventes. Su ventaja es una selectividad superior. El descafeinado con scCO<sub>2</sub> (**Figura 22**) funciona a aproximadamente 25 MPa y 100 °C. El CO<sub>2</sub> está disponible, es fisiológicamente inocuo y no es inflamable. Esto permite un proceso de

<sup>60</sup> FOLMER, Britta. Decaffeination-Process and Quality. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp.231 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

descafeinado sin ninguno de los otros inconvenientes, pero requiere una instalación y un mantenimiento costosos y el uso de una tecnología de alta presión bastante especial. Zosel patentó la aplicación de la extracción de CO<sub>2</sub> supercrítico para descafeinar granos de café verde en 1971. “En 1982, la empresa alemana HAG comenzó a vender café descafeinado con CO<sub>2</sub> y las ventas aumentaron en un 22%”<sup>61</sup>.

**Figura 22.** Diagrama de flujo de descafeinado CO<sub>2</sub> (Izquierda). Planta de descafeinado con scCO<sub>2</sub>: Montaje de una columna de lavado a alta presión para la regeneración de CO<sub>2</sub> cargado de cafeína; con cortesía de NATEX Prozesstechnik GesmbH, Austria (Derecha).



Fuente: FOLMER, Britta. Decaffeination-Process and Quality. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp.234 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

**1.3.5 Métodos de extracción de cafeína a escala laboratorio.** Actualmente el método más común empleado para la obtención de cafeína es mediante una extracción sólido-líquido utilizando solventes polares o semi-polares, dado que la cafeína es parcialmente soluble en ellos. Sumado a esto, también se encuentran otras tecnologías auxiliares que mejoran el rendimiento de extracción para así maximizar la obtención de este alcaloide.

Para realizar una comparación del rendimiento de extracción, se hizo una recopilación de referentes bibliográficos (**Tabla 3**) con los respectivos métodos de extracción, pretratamiento aplicados a la materia prima, tipo de subproducto de café utilizado, parámetros de extracción y su rendimiento de extracción.

<sup>61</sup> Wittig, U. Mergers & Acquisitions -Voraussetzungen, Ablauf und Folgen von Fusionen und U"bernahmen bei Kraft Foods in Deutschland von 1978 bis 1998. Citado por FOLMER, Britta. Decaffeination-Process and Quality. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. pp.234 [Consulta: 11 de enero 2019] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

**Tabla 3.** Descripción general de las técnicas de extracción convencional empleadas para la recuperación de cafeína de los subproductos del café.

Subproducto de Café	Tipo de Pretratamiento	Solvente de Extracción	Parámetros de Extracción	Rendimiento de Cafeína
CG	Secado a 45 °C	Etanol/Agua (50:50, V/V)	Rota evaporadora a 300 rpm por 5 h	0.74 - 12.4 mg/g, promedio: 3.49 mg/g
	Esterilización (autoclave) a 134 °C por 40 min	Agua	Extracción líquida/líquida cuádruple con cloroformo: Isopropanol (3:1), secado con CaCl <sub>2</sub> , filtración, evaporación a sequedad	3.0, 11.4, 8.2 mg/g
	Secado a 102 °C por 2 h hasta peso constante; desgrasado con éter de petróleo por 3 h a 60 °C mediante soxhlet	Agua	Extracción por filtro de cafetera por 6 min a 90 °C	5.20 - 7.53 mg/g, 3.59 - 8.09 mg/g, 3.76 - 5.73 mg/g
	Secado a 80 °C hasta llegar a un contenido de humedad del 5%	Agua	Extracción doble con agua de ebullición por 5 min con agitación constante	2.81 - 7.88 mg/g BS
	Secado (deshidratador de alimentos con aire forzado) a 40 °C por 12-15 h	Agua	Agitación constante por 30 min a 60 °C	11.23, 6.0, 0.97 mg/g
	Secado (deshidratador de alimentos con aire forzado) a 40 °C por 12-15 h	Etanol/Agua (60:40, V/V)	Extracción de tres etapas por 30 min a 60 °C con agitación constante	11.59, 5.99, 0.96 mg/g
CC	Extracción con agua destilada en una columna a 92 °C por 6 h; secado (horno de aire caliente) a 60 °C por 3 h y desgrasado por Soxhlet con hexano	Agua destilada con óxido de magnesio	Extracción líquido-líquido con cloroformo	25, 10 mg/g
	Tamizado a (0.5 mm)	Etanol/Agua (50:50, V/V)	Vórtice durante 10 minutos en un tubo con cinco repeticiones	1.0, 2.2 mg/g
Fruta Completa	Tamizado a (0.5 mm)	Etanol/Agua (50:50, V/V)	Vórtice durante 10 minutos en un tubo con cinco repeticiones	1.0 - 5.2 mg/g, 4.9 - 8.2 mg/g

Fuente: elaboración propia en base en Galanakis, C. M. (2017). Extraction and and formulation of bioactive compounds. In A. Belščak-Cvitanović, & D. Komes (Eds.), *Handbook of coffee processing by-products* (1st ed., pp. 106-107). US: Academic Press. Retrieved from <https://www.elsevier.com/books/handbook-of-coffee-processing-by-products/galanakis/978-0-12-811290-8>

**1.3.6 Métodos no convencionales de extracción de cafeína.** Teniendo en cuenta los métodos convencionales para la obtención de cafeína, actualmente han surgido diversos métodos no convencionales con la finalidad de mejorar el rendimiento de extracción de cafeína. A continuación, mediante la **Tabla 4** se presentan los diferentes tipos de tecnologías, acompañadas por sus ventajas y desventajas, y condiciones de operación.

**Tabla 4.** Tecnologías no convencionales para la obtención de cafeína.

Tipo de Tecnología	Condiciones de Operación	Ventajas	Desventajas	Referencia
Extracción acelerada de solventes (ASE).	Temperatura [100-200°C], Presión 10 Mpa, Tiempo 10 min, Tiempo de extracción total 80 h.	Utilización de solventes agroquímicos para disminuir el impacto ambiental.	Alto consumo energético, bajo rendimiento global de extracción y alto costo de fabricación de equipo.	Bermejo <sup>62</sup> .
Módulo de membrana de fibra hueca.	Temperatura [19.85 °C], Presión diferencial 30 Kpa, pH 6.6, Tiempo 120 min.	Aplicación de química verde, alto porcentaje de extracción, baja concentración de resina y condición estándar de temperatura.	Alto costo de fabricación de equipo, presión reducida y costos elevados de resinas.	Hossain <sup>63</sup> .
Extracción asistida por procesamiento de alta presión (HPE).	Temperatura ambiente, Presión [100-600 Mpa], Solvente/Sólido [10-25 ml/g], Tiempo [1-10min].	Uso de solventes de baja peligrosidad y condición estándar de temperatura.	Alto costo de fabricación de equipo, bajo rendimiento de extracción.	Jun <sup>64</sup> .

<sup>62</sup> BERMEJO, David Villanueva, et al. Extraction of caffeine from natural matter using a bio-renewable agrochemical solvent. Food and Bioproducts Processing, [en línea]. 2013, 91(4), pp. 303-309. [Consultado 26 de agosto 2019] ISSN 0960-3085 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960308512001034>

<sup>63</sup> MD M, Hossain and WEI E, Chong. A New Approach for Removal of Caffeine from Coffee using Sunflower Oil. Proceedings of the World Congress on Engineering, [en línea]. 2011, 3 [Consultado 26 de agosto 2019] ISSN 2078-0958 Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/236680800\\_A\\_new\\_approach\\_for\\_removal\\_of\\_caffeine\\_from\\_coffee\\_using\\_sunflower\\_oil](https://www.researchgate.net/publication/236680800_A_new_approach_for_removal_of_caffeine_from_coffee_using_sunflower_oil)

<sup>64</sup> JUN, Xi. Caffeine extraction from green tea leaves assisted by high pressure processing. Journal of Food Engineering, [en línea]. 2009, 94(1), pp. 105-109. [Consultado 26 de Agosto 2019] ISSN 0260-8774 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0260877409001228>

**Tabla 4. (Continuación)**

Tipo de Tecnología	Condiciones de Operación	Ventajas	Desventajas	Referencia
Separación de ósmosis inversa utilizando fluido supercrítico.	Temperatura [25-60 °C], Presión osmótica [0-1 Mpa].	Aplicación de química verde bajo el uso de fluido supercrítico, bajo consumo energético.	Sistema de alta presión, alto costo de equipo y presiones altas. Alto costo de fabricación de equipo, presiones altas y bajo rendimiento de extracción.	Pietsch <sup>65</sup> .
Extracción por fluido supercrítico con cosolvente.	Temperatura [50-60 °C], Presión [15.2-35.2 Mpa].	Uso de solventes verdes y bajo consumo energético.	Alto costo de fabricación de equipo, presiones altas y bajo rendimiento de extracción.	Azevedo <sup>66</sup> .
Extracción por fluido supercrítico.	Temperatura [50-80 °C], Presión [150-300 bar], Tiempo [ 0-480 min].	Temperaturas bajas, proceso químico verde, alto rendimiento de extracción, alta transferencia de masa. Rendimiento de extracción altos, consumo energético moderado.	Alto costo de fabricación.	Park <sup>67</sup> .
Extracción de agua con hielo al vacío por microondas.	Presión [0.1 Mpa], Tiempo [0-5 h], Potencia [0-500 W], Solvente/Sólido [5-12 ml/g].		Alto costo de sistema de aislamiento.	Lou <sup>68</sup> .

<sup>65</sup> PIETSCH, A., et al. Basic investigation of integrating a membrane unit into high-pressure decaffeination processing. Separation and Purification Technology, [en línea]. 1998, 14(1), pp. 107-115. [Consultado 26 de agosto 2019] ISSN 1383-5866 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1383586698000653>

<sup>66</sup> AZEVEDO, A. B. A. de, et al. Extraction of caffeine, chlorogenic acids and lipids from green coffee beans using supercritical carbon dioxide and co-solvents. Brazilian Journal of Chemical Engineering, [en línea]. 2008, 25(3), pp. 543-552. [Consultado 26 de agosto 2019] ISSN 0104-6632 Disponible en: [https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=dedup\\_wf\\_001::ef855d60db900a75cb54c787d0823bd5](https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=dedup_wf_001::ef855d60db900a75cb54c787d0823bd5)

<sup>67</sup> PARK, Hyong Seok, et al. Effect of mass transfer on the removal of caffeine from green tea by supercritical carbon dioxide. The Journal of Supercritical Fluids, [en línea]. 2007, 42(2), pp. 205-211. [Consultado 26 de Agosto 2019] ISSN 0896-8446 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S089684460700085X>

<sup>68</sup> LOU, Zaixiang, et al. Removal of caffeine from green tea by microwave-enhanced vacuum ice water extraction. Analytica Chimica Acta, [en línea]. 2012, Periodicidad 716pp. 49-53. [Consultado 26 de Agosto 2019] ISSN 0003-2670 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0003267011010385>

**Tabla 4. (Continuación)**

Tipo de Tecnología	Condiciones de Operación	Ventajas	Desventajas	Referencia
Extracción asistida por ultrasonido y microondas.	Temperatura [20-80 °C], Tiempo [20-120 min].	Alto rendimiento de extracción, uso de solventes verdes y consumo energético moderados.	Costos moderados de equipo.	Guglielmetti <sup>69</sup> .
Extracción Sólido-Líquido	Temperatura [20-80 °C], Presión reducida, Tiempo [30-360 min], Sólido/solvente [ 0.01-0.2 g/ml].	Alto rendimiento de extracción, disponibilidad de equipo, consumo energético moderado y presión estándar.	Costo de moderado de equipo	Bi Wentao <sup>70</sup> .
Extracción asistida por ultrasonidos profunda basada en solventes eutécticos naturales	Time [15-60 min], Temperatura [55 °C].	Alto rendimiento de extracción y uso de solventes renovables.	Altos costos de reactivos y costo moderado de equipo.	Syakfanaya <sup>71</sup> .

Fuente: elaboración propia.

<sup>69</sup> GUGLIELMETTI, A., et al. OPTIMISATION OF ULTRASOUND AND MICROWAVE-ASSISTED EXTRACTION OF CAFFEYOYLQUINIC ACIDS AND CAFFEINE FROM COFFEE SILVERSKIN USING RESPONSE SURFACE METHODOLOGY. Italian Journal of Food Science, [en línea]. 2017, 29(3), pp. 409. [Consultado 26 de agosto 2019] ISSN 1120-1770 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/1925453463>

<sup>70</sup> Bi, Wentao; ZHOU, Jun and ROW, Kyung. Decaffeination of coffee bean waste by solid-liquid extraction. Korean Journal of Chemical Engineering, [en línea]. 2011, 28(1), pp. 221-224. [Consultado 26 de agosto 2019] ISSN 0256-1115 Disponible en: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11814-010-0264-x>

<sup>71</sup> SYAKFANAYA, Adisya Miftah; SAPUTRI, Fadlina Chany and MUNIM, Abdul. Simultaneously Extraction of Caffeine and Chlorogenic Acid from Coffea canephora Bean using Natural Deep Eutectic Solvent-Based Ultrasonic Assisted Extraction. Pharmacognosy Journal, [en línea]. 2019, 11(2), pp. 267-271. [Consultado 26 de agosto 2019] ISSN 0975-3575 Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/330926950\\_Simultaneously\\_Extraction\\_of\\_Caffeine\\_and\\_Chlorogenic\\_Acid\\_from\\_Coffea\\_canephora\\_Bean\\_using\\_Natural\\_Deep\\_Eutectic\\_Solvent-Based\\_Ultrasonic\\_Assisted\\_Extraction](https://www.researchgate.net/publication/330926950_Simultaneously_Extraction_of_Caffeine_and_Chlorogenic_Acid_from_Coffea_canephora_Bean_using_Natural_Deep_Eutectic_Solvent-Based_Ultrasonic_Assisted_Extraction)

## 2. SELECCIÓN DEL RESIDUO DE CAFÉ

La selección de los RDC con el mayor contenido de cafeína es crucial para posteriormente elaborar y ejecutar un diseño de experimentos con el objetivo de obtener la mayor cantidad de cafeína (esta etapa será descrita en el siguiente capítulo). Para ello se recolectaron los residuos a partir de diferentes fuentes.

### 2.1 MATERIA PRIMA

El café verde fue proporcionado por Tecnicafé en la ciudad de Popayán, la cáscara de cereza y pulpa de café fueron recolectadas en una finca a las afueras de Pitalito, Huila, y el café gastado fue suministrado por uno de los puntos de venta de Starbucks Coffee ubicado en City U, en el centro de Bogotá. Estos RDC recolectados se subdividieron en las variedades detalladas en la **Tabla 5**.

Para evitar la fermentación de las muestras (dado que los RDC son propensos a descomponerse en un lapso de dos días), estas se mantuvieron congeladas a  $-4^{\circ}\text{C}$  hasta el día en que se les caracterizaron sus propiedades físicas y químicas.

**Tabla 5.** Muestras de Materia Prima.

Tipo de Residuo	Variedades de Café	Muestra del Residuo
PC	Caturra	
CC	Catimor 129	
CG	Catimor 129	

Tabla 5. (Continuación)

Tipo de Residuo	Variedades de Café	Muestra del Residuo
CV	Catimor 129	

Fuente: elaboración propia

## 2.2 CARACTERIZACIÓN DE MATERIA PRIMA

La caracterización de los RDC (como el contenido de humedad, cenizas, tamaño de partícula, polifenoles, densidad y cantidad de cafeína), es una etapa fundamental previa al proceso de extracción de cafeína por lo que estos deben estar bajo las mismas condiciones.

**2.2.1 Humedad.** La humedad es uno de los factores que inhibe el rendimiento del proceso de extracción de la cafeína debido a la solubilidad que presenta la cafeína ( $C_8H_{10}N_4O_2$ ) en el agua ( $H_2O$ ). Por consiguiente, es crucial reducir el contenido de este. Se empleó el protocolo modificado establecido en la Norma Técnica Colombiana NTC 2558<sup>72</sup> Determinación del contenido de humedad descrito en el **Anexo E**, que consiste en secar la muestra a 103 °C mediante varios ciclos hasta llegar a un peso constante.

**2.2.1.1 Determinación de pérdida de masa.** Empleando el protocolo modificado de la NTC 2558<sup>73</sup>, se estimó el porcentaje de pérdida de masa que tuvieron las muestras por triplicado con la finalidad de verificar el cumplimiento de peso constante, para posteriormente estimar la humedad de cada residuo con mayor precisión. Para el cálculo del porcentaje de pérdida de masa se utilizó la **Ecuación 1**.

<sup>72</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Café tostado y molido. Determinación del contenido de humedad. Método por determinación de la pérdida de en masa a 103 °C (Método de rutina). NTC 2558. 1 ed. Bogotá D.C.: El Instituto, 2000. 5p.

<sup>73</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Café tostado y molido. Determinación del contenido de humedad. Método por determinación de la pérdida de en masa a 103 °C (Método de rutina). NTC 2558. 1 ed. Bogotá D.C.: El Instituto, 2000. 5p.

### Ecuación 1. Porcentaje de Pérdida de Masa.

$$\%Pérdida\ de\ Masa = \frac{m_{AS} - m_{DS}}{m_{AS} - m_C} * 100$$

Fuente: INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Café tostado y molido. Determinación del contenido de humedad. Método por determinación de la pérdida de en masa a 103 °C (Método de rutina). NTC 2558. 1 ed. Bogotá D.C.: El Instituto, 2000. 5p.

Donde:

$m_{AS}$  = masa de la cápsula con la porción de ensayo antes de secar (g)

$m_{DS}$  = masa de la cápsula con la porción de ensayo desecada (g)

$m_C$  = masa de la cápsula vacía (g)

Mediante los resultados de la pérdida de masa presentes en el **Anexo A**, se construyó la gráfica de porcentaje de pérdida de masa (también presente en el **Anexo A**), en donde se observa que la pulpa de café, café gastado y cáscara de cereza tienen la misma tendencia, mientras que el café verde se demora en estabilizarse. Esto se debe principalmente al tamaño del grano del café verde.

**2.2.1.2 Determinación del porcentaje de humedad.** A partir de los datos recopilados para la determinación de pérdida de masa se calculó el porcentaje de humedad mediante la **Ecuación 2**.

### Ecuación 2. Porcentaje humedad.

$$\%Humedad = \frac{(m_{AS} - m_C) - (m_{FS} - m_C)}{(m_{AS} - m_C)} * 100$$

Fuente: INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Café tostado y molido. Determinación del contenido de humedad. Método por determinación de la pérdida de en masa a 103 °C (Método de rutina). NTC 2558. 1 ed. Bogotá D.C.: El Instituto, 2000. 5p.

Donde:

$m_{AS}$  = masa de la cápsula con la porción de ensayo antes de secar (g)

$m_C$  = masa de la cápsula vacía (g)

$m_{FS}$  = masa de final de la cápsula y muestra desecada (g)

Los resultados de humedad se detallan en la **Tabla 6** junto a los valores reportados por referentes bibliográficos, y con base en estos se elaboró la curva de secado para cada residuo trabajado ubicada en el **Anexo A**.

**Tabla 6.** Porcentaje de Humedad de los residuos de café.

Residuo	%Humedad	%Humedad RB	%Humedad BS
CC	14.60 ± 1.38%	13.1% <sup>74</sup>	85.40 ± 1.38%
PC	82.63 ± 1.24%	77% <sup>75</sup>	17.37 ± 1.24%
CV	68.97 ± 2.26%	65.5% <sup>76</sup>	31.03 ± 2.26%
CG	59.87 ± 1.11%	56.7% <sup>77</sup>	40.13 ± 1.11%

\*valor promedio ± desviación estándar

Fuente: elaboración propia

La humedad de la pulpa de café defiere en un 5.63% de lo reportado por Bressani<sup>78</sup> en su estudio “Balance de materia del procesamiento del café”, donde determina que el contenido de humedad es del 77%. Esta variación se puede deber al método de conservación a bajas temperaturas y el tipo de especie de café que se utilizó. El café verde que se estudió en el presente trabajo de grado presenta una diferencia del 3.47% respecto a lo reportado por Bressani<sup>79</sup>, por lo que este aún no ha llegado a su ciclo de maduración completa para ser procesado, comercializado y finalmente consumido. Para el café gastado la diferencia de humedad reportado por Correa<sup>80</sup> con base en su estudio “*Drying Of Spent Coffee Grounds In A Cyclonic Dryer*” fue del 2.27%. Esta pequeña variación se debe a que el café gastado fue congelado para evitar el crecimiento bacteriano que se podría haber presentado dentro de este residuo previo a su caracterización. Finalmente, la cáscara de cereza presenta una diferencia del 1.4 % según el estudio “Caracterización De La Biomasa Vegetal “Cascarilla De Café”” realizado por Manals-Cutiño<sup>81</sup>.

A partir de la curva de secado que se puede detallar en el **Anexo A**, se observó que la pulpa de café contiene mayor cantidad de agua (H<sub>2</sub>O) por cada kg de sólido seco; esto se debe a que la pulpa es la primera capa del café que está expuesta a las

<sup>74</sup> MANALS-CUTIÑO, Enma M.; SALAS-TORT, Dolores and PENEDO-MEDINA, Margarita. Caracterización de la biomasa vegetal “cascarilla de café. Tecnología Química, [en línea]. 2018, pp. 169-181. [Consultado 3 de agosto 2019] ISSN 2224-6185 Disponible en: [http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2224-61852018000100013&lng=en&tlng=en](http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2224-61852018000100013&lng=en&tlng=en)

<sup>75</sup> GRAHAM, Michael and BRESSANI, Ricardo. *The By-Products of Coffee Berries*. [en línea] En: BRESSANI, R. ed. Coffee Pulp Composition, Technology and Utilization. Canada: The International Development Research Centre, 1979. pp.12 [Consulta: 3 de Agosto 2019] Disponible en: <https://idl-bnc-idrc.dspacedirect.org/handle/10625/6006>

<sup>76</sup> GRAHAM, Michael and BRESSANI, Ricardo. *The By-Products of Coffee Berries*. [en línea] En: BRESSANI, R. ed. Coffee Pulp Composition, Technology and Utilization. Canada: The International Development Research Centre, 1979. pp.12 [Consulta: 3 de Agosto 2019] Disponible en: <https://idl-bnc-idrc.dspacedirect.org/handle/10625/6006>

<sup>77</sup> CORRÉA, J. L. G., et al. Drying of spent coffee grounds in a cyclonic dryer. *Coffee Science*, [en línea]. 2013, Periodicidad 9(1), pp. 65-74. [Consultado 3 de agosto 2019] Disponible en: [https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=od\\_3056::1048532acbf559eeb900114ac60aab27](https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=od_3056::1048532acbf559eeb900114ac60aab27)

<sup>78</sup> GRAHAM, Michael and BRESSANI, Ricardo. *Chemical Composition of Coffee-Berry By-Products*. [en línea] En: ELÍAS, L. ed. Coffee Pulp Composition, Technology and Utilization. Canada: The International Development Research Centre, 1979. pp.12 [Consulta: 3 de Agosto 2019] Disponible en: <https://idl-bnc-idrc.dspacedirect.org/handle/10625/6006>

<sup>79</sup> GRAHAM, Michael and BRESSANI, Ricardo. *Chemical Composition of Coffee-Berry By-Products*. [en línea] En: ELÍAS, L. ed. Coffee Pulp Composition, Technology and Utilization. Canada: The International Development Research Centre, 1979. pp.12 [Consulta: 3 de Agosto 2019] Disponible en: <https://idl-bnc-idrc.dspacedirect.org/handle/10625/6006>

<sup>80</sup> CORRÉA, J. L. G., et al. Drying of spent coffee grounds in a cyclonic dryer. *Coffee Science*, [en línea]. 2013, Periodicidad 9(1), pp. 65-74. [Consultado 3 de agosto 2019] Disponible en: [https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=od\\_3056::1048532acbf559eeb900114ac60aab27](https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=od_3056::1048532acbf559eeb900114ac60aab27)

<sup>81</sup> MANALS-CUTIÑO, Enma M.; SALAS-TORT, Dolores and PENEDO-MEDINA, Margarita. Caracterización de la biomasa vegetal “cascarilla de café. Tecnología Química, [en línea]. 2018, pp. 169-181. [Consultado 3 de agosto 2019] ISSN 2224-6185 Disponible en: [http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2224-61852018000100013&lng=en&tlng=en](http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2224-61852018000100013&lng=en&tlng=en)

condiciones ambientales. Por consiguiente, la humedad libre (X) es directamente proporcional a la humedad, lo que ratifica los resultados de la **Tabla 6** con los valores de humedad libre presentes en el tiempo antes de someter los residuos al proceso de secado.

**2.2.2 Cenizas.** Para la determinación del contenido de cenizas total de los residuos se aplicó el protocolo modificado establecido en la Norma Técnica Colombiana NTC 4431<sup>82</sup>, método para determinar el contenido de ceniza total descrito en el **Anexo F**, el cual consiste en someter una muestra a un proceso de incineración a 525 °C ± 25 °C hasta que la diferencia entre dos mediciones sucesivas no sea superior a 0.001 g.

Es importante estimar la cantidad de cenizas, puesto que los subproductos del café aún pueden ser utilizados como materia prima en la biorrefinería tras la extracción de cafeína.

**2.2.2.1 Determinación de cenizas totales.** Luego del secado de las muestras iniciales utilizadas para la determinación de humedad, estas se llevaron al proceso de destrucción de materia orgánica con la finalidad de estimar su contenido de cenizas totales. Para el cálculo de cenizas totales se empleó la **Ecuación 3**.

**Ecuación 3.** Porcentaje de Cenizas Totales.

$$\%Cenizas\ Totales = \frac{m_{FDO}}{m_D} * 100$$

Fuente: INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Método para determinar el contenido de ceniza total. NTC 4431. 1 ed. Bogotá D.C.: El instituto, 1998. 4p.

Donde:

$m_{FDO}$  = masa final de la muestra posterior a la destrucción orgánica (g)

$m_D$  = masa de la muestra desecada (g)

Los resultados del contenido de cenizas totales de los residuos de café se encuentran especificados en la **Tabla 7** junto a los valores de porcentaje de cenizas reportados por referentes bibliográficos.

---

<sup>82</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Método para determinar el contenido de ceniza total. NTC 4431. 1 ed. Bogotá D.C.: El instituto, 1998. 4p.

**Tabla 7.** Porcentaje de cenizas totales.

<b>Residuo</b>	<b>% Cenizas</b>	<b>% Cenizas RB</b>
<b>CC</b>	0.37 ± 0.05%	0.50% <sup>83</sup>
<b>PC</b>	11.18 ± 0.59%	8.30% <sup>84</sup>
<b>CV</b>	6.72 ± 0.92%	4.16% <sup>85</sup>
<b>CG</b>	2.05 ± 0.003%	0.60% <sup>86</sup>

\*valor promedio ± desviación estándar

Fuente: elaboración propia.

De acuerdo con los resultados de la **Tabla 7**, se observa que la cáscara de cereza, pulpa de café, café verde y café gastado difieren en un porcentaje de 0.13%, 2.88%, 2.56% y 1.45% respectivamente de los valores reportados por referentes bibliográficos, esta diferencia significativa se debe a la misma razón que se mencionó en el numeral **2.2.1.2** del presente documento.

**2.2.3 Tamaño de partícula.** El tamaño de partícula es otra característica física que afecta el rendimiento del proceso de extracción. Por este motivo la reducción del tamaño de partícula ayuda a aumentar el proceso de transferencia de masa gracias al aumento del área superficial de la partícula que finalmente incrementa el rendimiento de la extracción de la cafeína (C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>). Para caracterizar el tamaño de partícula de los residuos se empleó el protocolo establecido por la Norma Técnica Colombiana NTC 2441<sup>87</sup> método para la determinación del tamaño promedio de partícula por distribución granulométrica detallado en el **Anexo G**, donde este se fundamenta en la distribución del tamaño de partículas sólidas mediante un tamizador con tamices de distintas aberturas (µm).

**2.2.3.1 Disminución del tamaño de residuo.** La disminución de tamaño de muestra consistió en la utilización de un molino de cuchillas marca Premium Modelo PB323. Este proceso se hizo con el objetivo de incrementar el área de contacto y espaciamiento de las partículas para el proceso de extracción.

Los resultados de la distribución granulométrica tanto para la pulpa de café, café verde, café gastado y cáscara de cereza se pueden en el **Anexo B**.

<sup>83</sup> MANALS-CUTIÑO, Enma M.; SALAS-TORT, Dolores and PENEDO-MEDINA, Margarita. Caracterización de la biomasa vegetal "cascarilla de café. Tecnología Química, [en línea]. 2018, pp. 169-181. [Consultado 3 de agosto 2019] ISSN 2224-6185 Disponible en: [http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2224-61852018000100013&lng=en&tlng=en](http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2224-61852018000100013&lng=en&tlng=en)

<sup>84</sup> GRAHAM, Michael and BRESSANI, Ricardo. *Chemical Composition of Coffee-Berry By-Products*. [en línea] En: ELÍAS, L. ed. *Coffee Pulp Composition, Technology and Utilization*. Canada: The International Development Research Centre, 1979. pp.12 [Consulta: 3 de Agosto 2019] Disponible en: <https://idl-bnc-idrc.dspacedirect.org/handle/10625/6006>

<sup>85</sup> Qais A. Nogaim, et al. The CHEMICAL COMPOSITION OF YEMENI GREEN COFFEE. *Journal of Food Chemistry and Nutrition*, [en línea]. 2013, 20(1), pp. 42-48. [Consultado 3 de agosto 2019] ISSN 2307-4124 Disponible en: <http://www.bibliothek.uni-regensburg.de/ezeit/?2725616>

<sup>86</sup> CORRÉA, J. L. G., et al. Drying of spent coffee grounds in a cyclonic dryer. *Coffee Science*, [en línea]. 2013, 9(1), pp. 65-74. [Consultado 3 de agosto 2019] Disponible en: [https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=od\\_3056::1048532acbf559eeb900114ac60aab27](https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=od_3056::1048532acbf559eeb900114ac60aab27)

<sup>87</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. *Café tostado y molido. Método para la determinación del tamaño promedio de partícula por distribución granulométrica*. NTC 2441. 2 ed. Bogotá D.C.: El instituto, 2011. 9p.

**2.2.3.2 Determinación del tamaño de partícula usando el modelo de gauss y rosin-rammler.** Para estimar el tamaño de partícula promedio por medio del modelo matemático de Gauss y Rosin-Rammler se utilizó el software de MATLAB R2018b, el cual es uno de los sistemas de cómputos numéricos para parametrizar modelos matemáticos lineales y no lineales.

Teniendo en cuenta los resultados de las distribuciones granulométricas para los RDC detalladas en el **Anexo B**, se construyeron las graficas de ajuste no lineal (**Anexo B**) para cada RDC evaluado mediante el modelo de Gauss, proporcionando los resultados de los parámetros  $a$ ,  $b$  y  $c$  de este modelo no lineal que se evidencian en el **Anexo B**.

A pesar de que la NTC 2441<sup>88</sup> estima el tamaño promedio de partícula por medio del modelo de Gauss, según el estudio realizado por Guevara<sup>89</sup> titulado “*Caracterización Granulométrica del Café Colombiano Tostado Y Molido*”, se establece que la NTC 2441<sup>90</sup> no caracterizaba correctamente el tamaño de la partícula de café tostado y molido, debido a fallas no determinadas; de acuerdo con los estudios realizados en el Comité Icontec 312102 “Café y sus productos”, en 1997<sup>91</sup>. Por consiguiente, se aplicó el método Rosin-Rammler que estableció Guevara<sup>92</sup>.

De acuerdo con los resultados de las de las distribuciones granulométricas se construyeron las gráficas de ajuste lineal mediante el modelo de Rosin-Rammler, proporcionando los resultados de los parámetros  $B$  y  $n$  de este modelo lineal que se evidencian en el **Anexo B**.

Mediante los parámetros de Gauss y Rosin-Rammler se calculó el tamaño promedio de partícula mediante la **Ecuación 4 y 5**. Estos resultados se pueden apreciar en la **Tabla 8** junto a su porcentaje de error que presenta el método no lineal con respecto al lineal.

---

<sup>88</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Café tostado y molido. Método para la determinación del tamaño promedio de partícula por distribución granulométrica. NTC 2441. 2 ed. Bogotá D.C.: El instituto, 2011. 9p.

<sup>89</sup> Ricardo Alonso Guevara-Barreto; José Jaime Castaño-Castrillón. CARACTERIZACIÓN GRANULOMÉTRICA DEL CAFÉ COLOMBIANO TOSTADO Y MOLIDO. [en línea]. pp. 5-18. [Consultado 3 de agosto 2019] Disponible en: <https://www.cenicafe.org/es/publications/arc056%2801%29005-018.pdf>

<sup>90</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Café tostado y molido. Método para la determinación del tamaño promedio de partícula por distribución granulométrica. NTC 2441. 2 ed. Bogotá D.C.: El instituto, 2011. 9p.

<sup>91</sup> Ricardo Alonso Guevara-Barreto; José Jaime Castaño-Castrillón. CARACTERIZACIÓN GRANULOMÉTRICA DEL CAFÉ COLOMBIANO TOSTADO Y MOLIDO. [en línea]. pp. 7. [Consultado 3 de agosto 2019] Disponible en: <https://www.cenicafe.org/es/publications/arc056%2801%29005-018.pdf>

<sup>92</sup> Ricardo Alonso Guevara-Barreto; José Jaime Castaño-Castrillón. CARACTERIZACIÓN GRANULOMÉTRICA DEL CAFÉ COLOMBIANO TOSTADO Y MOLIDO. [en línea]. pp. 5-18. [Consultado 3 de agosto 2019] Disponible en: <https://www.cenicafe.org/es/publications/arc056%2801%29005-018.pdf>

**Ecuación 4.** Tamaño promedio de partícula mediante el modelo de Gauss.

$$\psi = c \sqrt{\frac{\ln\left(\frac{a}{Tm}\right)}{0.5}} + b$$

Fuente: Ricardo Alonso Guevara-Barreto; José Jaime Castaño-Castrillón. CARACTERIZACIÓN GRANULOMÉTRICA DEL CAFÉ COLOMBIANO TOSTADO Y MOLIDO. [en línea]. pp. 5-18. [Consultado 3 de agosto 2019] Disponible en: <https://www.cenicafe.org/es/publications/arc056%2801%29005-018.pdf>

Donde:

$\Psi$ : tamaño Promedio de Partícula Gauss

Tm: parámetro constante equivalente al 50%

a, b y c: parámetros de Gauss

**Ecuación 5.** Tamaño promedio de partícula mediante el modelo de Rosin-Rammler.

$$\phi = e^{\frac{((\ln(\ln\frac{100}{R})-B))}{n}}$$

Fuente: Ricardo Alonso Guevara-Barreto; José Jaime Castaño-Castrillón. CARACTERIZACIÓN GRANULOMÉTRICA DEL CAFÉ COLOMBIANO TOSTADO Y MOLIDO. [en línea]. pp. 5-18. [Consultado 3 de agosto 2019] Disponible en: <https://www.cenicafe.org/es/publications/arc056%2801%29005-018.pdf>

Donde:

$\phi$ : tamaño Promedio de Partícula Rosin-Rammler

B y n: parámetros de Rosin-Rammler

R: parámetro constante equivalente al 36.7%

A partir de la **Tabla 8**, el tamaño promedio de partícula tomado como referencia para los residuos de café caracterizados serán los resultados provenientes del modelo lineal de Rosin-Rammler, dado que el modelo de Gauss presenta inconsistencia según el estudio realizado por Guevara<sup>93</sup>.

**Tabla 8.** Tamaño promedio de partícula de RDC.

Tipo de Residuo	$\psi$ ( $\mu\text{m}$ )	$\phi$ ( $\mu\text{m}$ )	%Error
<b>CV</b>	5051.89	4931.09	2.39%
<b>PC</b>	4160.56	3638.27	12.55%
<b>CG</b>	590.05	551.85	6.47%
<b>CC</b>	8794.97	7771.94	11.63%

Fuente: elaboración propia.

<sup>93</sup> Ricardo Alonso Guevara-Barreto; José Jaime Castaño-Castrillón. CARACTERIZACIÓN GRANULOMÉTRICA DEL CAFÉ COLOMBIANO TOSTADO Y MOLIDO. [en línea]. pp. 5-18. [Consultado 3 de agosto 2019] Disponible en: <https://www.cenicafe.org/es/publications/arc056%2801%29005-018.pdf>

**2.2.4 Densidad.** La densidad de los residuos de café se estableció según el protocolo modificado establecido por la Norma Técnica Colombiana NTC 4084<sup>94</sup> Método para la determinación de la densidad por compactación especificado en el **Anexo H**, el cual consiste en estimar la densidad por diferencia de volúmenes que ocupa la muestra posterior a una redistribución con ayuda de vibraciones proporcionada volúmetro.

**2.2.4.1 Determinación de densidad.** Para la determinación de la densidad de los RDC se seleccionó por triplicado la cantidad de muestra requerida que se establece en la NTC 4084<sup>95</sup>, donde esta se calculó mediante la **Ecuación 6**.

**Ecuación 6.** Densidad por Compactación.

$$\rho = \frac{m}{V_{DC}}$$

Fuente: INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Café tostado y molido. Método para la determinación de la densidad por compactación. NTC 4084. 1 ed. Bogotá D.C.: El instituto, 2005. 4p.

Donde:

m = masa de la muestra (g)

V<sub>DC</sub> = volumen ocupado por la muestra después de la compactación (mL)

Los resultados de la prueba de densidad se evidencian en la **Tabla 9**. Cabe resaltar que no se determinó la densidad en estado húmedo de la cáscara de cereza, por lo que se presentaron dificultades al remover del grano en el estado posterior a la remoción del mucilago del grano de café.

**Tabla 9.** Densidad de los residuos de café.

Residuo	Densidad*	
	Húmeda	Seca
CC	ND**	0.059 ± 0.0005
PC	0.35 ± 0.02	0.13 ± 0.002
CV	0.57 ± 0.01	0.32 ± 0
CG	0.51 ± 0.007	0.38 ± 0.004

\*valor promedio ± desviación estándar

\*\* No determinado

Fuente: elaboración propia

<sup>94</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Café tostado y molido. Método para la determinación de la densidad por compactación. NTC 4084. 1 ed. Bogotá D.C.: El instituto, 2005. 4p.

<sup>95</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Café tostado y molido. Método para la determinación de la densidad por compactación. NTC 4084. 1 ed. Bogotá D.C.: El instituto, 2005. 4p.

**2.2.5 Polifenoles.** Se empleó el método de Folin Ciocalteu<sup>96</sup> modificado para la cuantificación de los compuestos polifenólicos, el cual consiste en realizar una curva de calibración, por medio de diluciones a distintas concentraciones especificado en el **Anexo I**, a partir de ácido gálico (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>).

Al igual que estimar el contenido de cenizas también es necesario cuantificar el contenido de polifenoles con el objetivo de verificar si este se puede aprovechar como un subproducto deseado de alguna corriente del proceso de extracción de cafeína.

**2.2.5.1 Construcción de la curva de calibración.** Al realizar las diluciones de ácido gálico (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>) correspondiente al método de Folin Ciocalteu<sup>97</sup> modificado, se tomaron las lecturas de las absorbancias con el espectrofotómetro JENWAY 6320D a 765nm. A partir de la **Tabla 10** se muestran las lecturas de las absorbancias respecto a cada dilución preparada.

**Tabla 10.** Diluciones y absorbancias de curva patrón.

Concentración [ppm]	0	200	400	600	800	1000
Absorbancia	0.052	0.196	0.456	0.573	0.754	0.934

Fuente: elaboración propia.

Teniendo en cuenta los resultados reportados en la **Tabla 10**, se construyó la curva de calibración, y mediante el uso de MATLAB R2018b se estimó el coeficiente de determinación (R<sup>2</sup>) que se observa en la y el ajuste lineal de la curva de calibración. Esto se puede apreciar en el **Anexo C**.

- **Interferencia del método:** a pesar de ser sencillo y rápido, en el método Folin Ciocalteu<sup>98</sup> existen varias interferencias que afectan los resultados de la lectura de las absorbancias, tanto de las diluciones para la construcción de la curva de calibración como de la lectura de una muestra. Esto se debe a que los compuestos polifenólicos son altamente fotosensibles. Sumado a esto también se pueden presentar inexactitudes dado al alto contenido de azúcares totales<sup>99</sup> presentes dentro de los RDC, alterando la variable respuesta de la estimación del contenido de compuestos polifenólicos totales.

<sup>96</sup> GARCIA, Eva; FERNANDEZ Isabel y FUENTES Ana, Determinación de polifenoles totales por el método Folin-Ciocalteu. [En Línea 15 de junio 2019], 22 de junio del 2016 Disponible en: <https://riunet.upv.es/handle/10251/52056>.

<sup>97</sup> GARCIA, Eva; FERNANDEZ Isabel y FUENTES Ana, Determinación de polifenoles totales por el método Folin-Ciocalteu. [En Línea 15 de junio 2019], 22 de junio del 2016 Disponible en: <https://riunet.upv.es/handle/10251/52056>.

<sup>98</sup> GARCIA, Eva; FERNANDEZ Isabel y FUENTES Ana, Determinación de polifenoles totales por el método Folin-Ciocalteu [En Línea 15 de junio 2019] , 22 de Junio del 2016 Disponible En: <https://riunet.upv.es/handle/10251/52056>.

<sup>99</sup> MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. Resources, Conservation & Recycling, [en línea]. 2012, 66 pp. 49. [Consultado 17 de febrero 2019] ISSN 0921-3449 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

**2.2.5.2 Extracción de polifenoles totales.** Las muestras de RDC se secaron a 40°C por 72 horas con la finalidad de tener todas las muestras bajo las mismas condiciones para poder comparar los resultados con referentes bibliográficos.

Para la extracción de polifenoles totales se tuvo en cuenta el método de Boyadzhieva<sup>100</sup> modificado, presente en el **Anexo K**.

Tras la extracción, se tomaron muestras como se especifica en el **Anexo I** basado en el método de Folin Ciocalteu<sup>101</sup>, que también se empleó para la construcción de la curva patrón. Las absorbancias de muestras obtenidas de polifenoles totales se pueden detallar en el **Anexo C**.

De acuerdo con las absorbancias leídas de cada muestra se procede a calcular la concentración de polifenoles totales mediante la **Ecuación 7** que permite expresarla en mg de Ácido Gálico.

**Ecuación 7.** mg GAE / g de residuo de café BS.

$$\frac{mg \text{ Ac. Gálico}}{g \text{ de Muestra}} = \frac{\frac{mg \text{ Ac. Gálico}}{L} * FD * V_{extracto}}{g \text{ de Muestra} * (1 - \%Humedad)}$$

Fuente: GARCIA, Eva; FERNANDEZ Isabel y FUENTES Ana, Determinación de polifenoles totales por el método Folin-Ciocalteu. [En Línea 15 de marzo del 2018] ,22 de junio del 2016 Disponible En: <http://hdl.handle.net/10251/52056>.

Donde:

FD: factor de dilución

V<sub>extracto</sub>: volumen de solvente de extracción (L)

En la **Tabla 11** se presentan las concentraciones de GAE por cada gramo de muestra; junto a los valores presentados por referentes bibliográficos sometida al proceso de extracción calculadas basado en el ajuste lineal de la curva de calibración y en la **Ecuación 7**.

---

<sup>100</sup> S. Boyadzhieva; G. ANGELOV, S. Georgieva and D. Yankov. Characterization of polyphenol content and antioxidant capacity of spent coffee grounds. Bulgarian Chemical Communications, [en línea]. 2018, 50(C), pp. 85-89. [Consultado 25 de junio 2019] Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/326440815\\_Characterization\\_of\\_polyphenol\\_content\\_and\\_antioxidant\\_capacity\\_of\\_spent\\_coffee\\_grounds](https://www.researchgate.net/publication/326440815_Characterization_of_polyphenol_content_and_antioxidant_capacity_of_spent_coffee_grounds)

<sup>101</sup> GARCIA, Eva; FERNANDEZ Isabel y FUENTES Ana, Determinación de polifenoles totales por el método Folin-Ciocalteu [En Línea 15 de junio 2019] , 22 de Junio del 2016 Disponible En: <https://riunet.upv.es/handle/10251/52056>.

**Tabla 11.** Concentración de GAE extraído por cada gramo de muestra.

Tipo de Residuo	mg Ac. Gálico / g de Muestra BS	mg Ac. Gálico / g de Muestra BS RB
<b>CV</b>	60.698	54.82 <sup>102</sup>
<b>CG</b>	46.733	35.52 <sup>103</sup>
<b>CC</b>	0.865	9.93 <sup>104</sup>
<b>PC</b>	70.916	13.21 <sup>105</sup>

Fuente: elaboración propia

Según los resultados presentados en la **Tabla 11**, se presentó una concentración superior de polifenoles totales que el valor reportado por Chacua<sup>106</sup>, en el cual se obtuvieron 54.82 mg GAE/g de café en base seca para café verde<sup>107</sup>. Este aumento de la concentración de GAE del 9.68% se pudo haber dado al uso de etanol al 48% que fue la concentración óptima para la extracción de polifenoles totales reportado por Boyadzhieva<sup>108</sup>.

Con base en el estudio de Panusa<sup>109</sup> y Jaisan<sup>110</sup> para el café gastado y pulpa de café, también hubo un incremento en la concentración GAE del 23.99% y 81.37%.

<sup>102</sup> CHACUA M. Daniela y RODRÍGUEZ M. Mónica A. Evaluación de polifenoles extraídos a partir de residuos de *Coffea arabica*, para la producción de un coagulante natural; Ingeniero Químico, Bogotá, Colombia: Fundación Universidad de América, 2017.

<sup>103</sup> PANUSA, Alessia, et al. Recovery of natural antioxidants from spent coffee grounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, [en línea]. 2013, 61(17), pp. 4162-4168. [Consultado 6 de agosto 2019] ISSN 0021-8561 Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23577588>

<sup>104</sup> FRANCO RIBEIRO, Elisa; MORENO LUZIA, Débora Maria and JORGE, Neuza. Antioxidant compounds extraction from coffee husks: the influence of solvent type and ultrasound exposure time. *Acta Scientiarum. Technology*, [en línea]. 2019, 41(1), pp. e36451. [Consultado 6 de agosto de 2019] ISSN 1806-2563 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/2194656125>

<sup>105</sup> JAISAN, Chalalai; CHASE, Sarawut and PUNBUSAYAKUL, Niramol. Antioxidant And Antimicrobial Activities Of Various Solvents Extracts Of Arabica Coffee Pulp. *Journal on Processing and Energy in Agriculture*, [en línea]. 2015, 50(19), pp. 224-227. [Consultado 6 de agosto 2019] ISSN 1821-4487 Disponible en: <http://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=RS2018000398>

<sup>106</sup> CHACUA M. Daniela y RODRÍGUEZ M. Mónica A. Evaluación de polifenoles extraídos a partir de residuos de *Coffea arabica*, para la producción de un coagulante natural; Ingeniero Químico, Bogotá, Colombia: Fundación Universidad de América, 2017.

<sup>107</sup> CHACUA M. Daniela y RODRÍGUEZ M. Mónica A. Evaluación de polifenoles extraídos a partir de residuos de *Coffea arabica*, para la producción de un coagulante natural; Ingeniero Químico, Bogotá, Colombia: Fundación Universidad de América, 2017.

<sup>108</sup> S. Boyadzhieva; G. ANGELOV, S. Georgieva and D. Yankov. Characterization of polyphenol content and antioxidant capacity of spent coffee grounds. *Bulgarian Chemical Communications*, [en línea]. 2018, 50(C), pp. 85-89. [Consultado 25 de junio 2019] Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/326440815\\_Characterization\\_of\\_polyphenol\\_content\\_and\\_antioxidant\\_capacity\\_of\\_spent\\_coffee\\_grounds](https://www.researchgate.net/publication/326440815_Characterization_of_polyphenol_content_and_antioxidant_capacity_of_spent_coffee_grounds)

<sup>109</sup> PANUSA, Alessia, et al. Recovery of natural antioxidants from spent coffee grounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, [en línea]. 2013, 61(17), pp. 4162-4168. [Consultado 6 de agosto 2019] ISSN 0021-8561 Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23577588>

<sup>110</sup> JAISAN, Chalalai; CHASE, Sarawut and PUNBUSAYAKUL, Niramol. Antioxidant And Antimicrobial Activities Of Various Solvents Extracts Of Arabica Coffee Pulp. *Journal on Processing and Energy in Agriculture*, [en línea]. 2015, 50(19), pp. 224-227. [Consultado 6 de agosto 2019] ISSN 1821-4487 Disponible en: <http://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=RS2018000398>

En cuanto a la cáscara de cereza se presentó un valor inferior teniendo en cuenta el estudio de Franco Ribeiro<sup>111</sup> que reportó 9.93 mg GAE/g.

**2.2.6 Cafeína.** La cuantificación de este alcaloide se estimó por el método de espectrofotometría<sup>112,113</sup> principalmente por su fácil disponibilidad, bajo costo, y por ser un método rápido y preciso<sup>114</sup>. Este procedimiento (detallado en el **Anexo J**), consiste en construir una curva de calibración partiendo de disoluciones a distintas concentraciones de cafeína (C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>) anhidrida.

**2.2.6.1 Construcción de curva de calibración.** Luego de preparar las diluciones correspondientes de cafeína anhidrida (C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>) según el método de espectrofotometría<sup>115,116</sup> se tomaron las lecturas de las absorbancias en el laboratorio de instrumentos de la Universidad Jorge Tadeo Lozano (Bogotá D.C) con el espectrofotómetro Thermo Scientific™ Evolution™ 300 UV-Vis a 274 nm. A partir de la **Tabla 12** se detallan los resultados de las absorbancias obtenidas a partir de cada dilución.

**Tabla 12.** Diluciones y absorbancias de curva patrón.

Concentración [ppm]	0	20	40	60	80	100	120
Absorbancia	0.094	0.537	0.830	1.332	1.651	1.963	2.287

Fuente: elaboración propia

Teniendo en cuenta los resultados reportados en la **Tabla 12** se construyó la curva de calibración y mediante el uso de MATLAB R2018b se calculó el coeficiente de determinación (R<sup>2</sup>) que se observa en la y el ajuste lineal de la curva de calibración. Esto se puede apreciar en el **Anexo D**.

- Verificación de Ley de Beer: De acuerdo con el resultado obtenido de la curva de calibración realizada para la cafeína, esta demostró un comportamiento

<sup>111</sup> FRANCO RIBEIRO, Elisa; MORENO LUZIA, Débora Maria and JORGE, Neuza. Antioxidant compounds extraction from coffee husks: the influence of solvent type and ultrasound exposure time. *Acta Scientiarum. Technology*, [en línea]. 2019, 41(1), pp. e36451. [Consultado 6 de agosto de 2019] ISSN 1806-2563 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/2194656125>

<sup>112</sup> ULLAH, Sami. Qualitative and quantitative determination of caffeine by comparing its amount in variety of black and green tea leaves marketed in Quetta city. *Pure and Applied Biology*, [en línea]. 2015, 4(1), pp. 9-14. [Consultado 10 de abril 2019] ISSN 2304-2478 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/1666710650>

<sup>113</sup> H. N. Wanyika, et al. Determination of caffeine content of tea and instant coffee brands found in the Kenyan market. *African Journal of Food Science*, [en línea]. 2010, 4(6), pp. 353-358. [Consultado 10 de abril 2019] ISSN 1996-0794 Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/261012967\\_Determination\\_of\\_caffeine\\_content\\_of\\_tea\\_and\\_instant\\_coffee\\_brands\\_found\\_in\\_the\\_Kenyan\\_market](https://www.researchgate.net/publication/261012967_Determination_of_caffeine_content_of_tea_and_instant_coffee_brands_found_in_the_Kenyan_market)

<sup>114</sup> Aisha, B. M. A Maidon; ATIKAH, Oesman Mansoer and HERMEN, Sulistyarti. Study of Various Solvents for Caffeine Determination Using Uv Spectrophotometric . *Journal of Applied Sciences Research*, [en línea]. 2012, 8(5), pp. 2439-2442. [Consultado 14 de junio 2019] ISSN 1819-544X Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/287767551\\_Study\\_of\\_various\\_solvents\\_for\\_caffeine\\_determination\\_using\\_UV\\_spectrophotometric](https://www.researchgate.net/publication/287767551_Study_of_various_solvents_for_caffeine_determination_using_UV_spectrophotometric)

<sup>115</sup> ULLAH, Sami. Qualitative and quantitative determination of caffeine by comparing its amount in variety of black and green tea leaves marketed in Quetta city. *Pure and Applied Biology*, [en línea]. 2015, 4(1), pp. 9-14. [Consultado 10 de abril 2019] ISSN 2304-2478 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/1666710650>

<sup>116</sup> H. N. Wanyika, et al. Determination of caffeine content of tea and instant coffee brands found in the Kenyan market. *African Journal of Food Science*, [en línea]. 2010, 4(6), pp. 353-358. [Consultado 10 de abril 2019] ISSN 1996-0794 Disponible en:

distinto a la ley de Beer, el cual se cumple dentro de un rango de absorbancia entre [0-1] en donde presenta linealidad. Pero según los resultados obtenidos por Shehata<sup>117</sup> y Ullah<sup>118</sup> estos corroboran que para la cafeína se cumple la ley de Beer tanto a bajas como altas absorbancias.

**2.2.6.2 Extracción total de cafeína.** Para la extracción total de cafeína se tuvo en cuenta el método de Ullah<sup>119</sup> presente en el **Anexo L** utilizando cloroformo, carbonato de calcio de grado analítico (Merck) y las mismas muestras de RDC como se detalló en el **numeral 2.2.5.2** del presente documento.

Posteriormente a la extracción, se tomaron muestras por triplicado para hacer lectura en el espectrofotómetro Thermo Scientific™ Evolution™ 300 UV-Vis a 274 nm. Las absorbancias leídas se encuentran detalladas en el **Anexo D**.

Teniendo en cuenta las absorbancias leídas de cada muestra, se procede a calcular la concentración de cafeína total mediante la **Ecuación 8** que permite expresarla en mg de cafeína.

En la **Tabla 13** se presentan las concentraciones de CAF por cada gramo de muestra junto a los valores reportados por referentes bibliográficos sometida al proceso de extracción calculadas con base en el ajuste lineal de la curva de calibración y en la **Ecuación 8**.

**Ecuación 8.** mg CAF / g de residuo de café BS.

$$\frac{\text{mg CAF}}{\text{g de Muestra}} = \frac{\frac{\text{mg CAF}}{L} * FD * V_{\text{extracto}}}{\text{g de Muestra} * (1 - \% \text{Humedad})}$$

Fuente: elaboración propia con base en GARCIA, Eva; FERNANDEZ Isabel y FUENTES Ana, Determinación de polifenoles totales por el método Folin-Ciocalteu. [En Línea 15 de marzo del 2018] ,22 de junio del 2016 Disponible En: <http://hdl.handle.net/10251/52056>.

Donde:

FD: Factor de dilución

V<sub>extracto</sub>: Volumen de solvente de extracción (L)

<sup>117</sup> SHEHATA, A. B.; RIZK, M. S. and REND, E. A. Certification of caffeine reference material purity by ultraviolet/visible spectrophotometry and high-performance liquid chromatography with diode-array detection as two independent analytical methods. Journal of Food and Drug Analysis, [en línea]. 2016, 24(4), pp. 703-715. [Consultado 2 de septiembre 2019] ISSN 1021-9498 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S102194981630093X>

<sup>118</sup> ULLAH, Sami. Qualitative and quantitative determination of caffeine by comparing its amount in variety of black and green tea leaves marketed in Quetta city. Pure and Applied Biology, [en línea]. 2015, 4(1), pp. 9-14. [Consultado 10 de abril 2019] ISSN 2304-2478 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/1666710650>

<sup>119</sup> ULLAH, Sami. Qualitative and quantitative determination of caffeine by comparing its amount in variety of black and green tea leaves marketed in Quetta city. Pure and Applied Biology, [en línea]. 2015, 4(1), pp. 9-14. [Consultado 10 de abril 2019] ISSN 2304-2478 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/1666710650>

**Tabla 13.** Concentración total de CAF extraído por cada gramo de muestra.

Tipo de Residuo	mg CAF / g de Muestra BS	mg CAF / g de Muestra BS
PC	23.764	9.0 - 17 <sup>120</sup>
CC	3.064	1.3 - 2.2 <sup>121</sup>
CG	8.754	2.81 - 7.88 <sup>122</sup>
CV	10.147	1.3 - 5.2 <sup>123</sup>

Fuente: elaboración propia.

Con respecto a los resultados presentados en la **Tabla 13** y junto con los valores reportados por Peña Aguilar<sup>124</sup>, Mullen<sup>125</sup> y Magalhães<sup>126</sup>, se evidencia que el contenido de cafeína para la pulpa de café y cáscara de café no se encuentra dentro del rango establecido. Esto se debe a factores como el clima y el suelo del cultivo que afectan la variación de acumulación del contenido de cafeína durante su cosecha<sup>127</sup>.

### 2.3 MATRIZ DE SELECCIÓN

Para finalizar el primer objetivo en la selección de los residuos, se realizó una consulta bibliográfica acerca de matrices multicriterio que permiten evaluar distintos factores mediante una calificación por puntos<sup>128</sup>. Este método consiste en desglosar un problema para estructurar un modelo jerárquico que consta de tres niveles: meta, criterio y alternativas, tomando en cuenta componentes tanto cualitativos como cuantitativos. Los pasos a seguir para la construcción y ejecución de la matriz son:

<sup>120</sup> PEÑA AGUILAR, J. M., et al. Extracción y purificación de cafeína y ácido clorogénico de pulpa de beneficio húmedo de café. Investigación Y Desarrollo En Ciencia Y Tecnología De Alimentos, [en línea]. 2017, 2pp. 563-569. [Consultado 2 de septiembre 2019] Disponible en: <http://www.fcb.uanl.mx/IDCyTA/files/volume2/3/10/92.pdf>

<sup>121</sup> MULLEN, W., et al. Polyphenolic and Hydroxycinnamate Contents of Whole Coffee Fruits from China, India, and Mexico. Journal of Agricultural and Food Chemistry, [en línea]. 2013, 61(22), pp. 5298-5309. [Consultado 2 de septiembre 2019] ISSN 0021-8561 Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23650984>

<sup>122</sup> MAGALHÃES, Luís M., et al. Rapid assessment of bioactive phenolics and methylxanthines in spent coffee grounds by FT-NIR spectroscopy. Talanta, [en línea]. 2016, 147pp. 460-467. [Consultado 1 de septiembre 2019] ISSN 0039-9140 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S003991401530388X>

<sup>123</sup> MULLEN, W., et al. Polyphenolic and Hydroxycinnamate Contents of Whole Coffee Fruits from China, India, and Mexico. Journal of Agricultural and Food Chemistry, [en línea]. 2013, 61(22), pp. 5298-5309. [Consultado 2 de septiembre 2019] ISSN 0021-8561 Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23650984>

<sup>124</sup> PEÑA AGUILAR, J. M., et al. Extracción y purificación de cafeína y ácido clorogénico de pulpa de beneficio húmedo de café. Investigación Y Desarrollo En Ciencia Y Tecnología De Alimentos, [en línea]. 2017, 2pp. 563-569. [Consultado 2 de septiembre 2019] Disponible en: <http://www.fcb.uanl.mx/IDCyTA/files/volume2/3/10/92.pdf>

<sup>125</sup> MULLEN, W., et al. Polyphenolic and Hydroxycinnamate Contents of Whole Coffee Fruits from China, India, and Mexico. Journal of Agricultural and Food Chemistry, [en línea]. 2013, 61(22), pp. 5298-5309. [Consultado 2 de septiembre 2019] ISSN 0021-8561 Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23650984>

<sup>126</sup> MAGALHÃES, Luís M., et al. Rapid assessment of bioactive phenolics and methylxanthines in spent coffee grounds by FT-NIR spectroscopy. Talanta, [en línea]. 2016, 147pp. 460-467. [Consultado 1 de septiembre 2019] ISSN 0039-9140 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S003991401530388X>

<sup>127</sup> CLIFFORD, M. N. and KAZI, T. The influence of coffee bean maturity on the content of chlorogenic acids, caffeine and trigonelline. Food Chemistry, [en línea]. 1987, Periodicidad 26(1), pp. 59-69. [Consultado 2 de septiembre 2019] ISSN 0308-8146 Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0308814687901671>

<sup>128</sup> Slideshare. [sitio web]. [Consulta: 2 de agosto 2019]. Disponible en: <https://es.slideshare.net/cursowebzas/metodo-ponderado-toma-de-decisiones>

- I. Definición y estructuración del problema.
- II. Descripción de alternativas potenciales: Los RDC que se analizarán.
- III. Definir los criterios a evaluar.
- IV. Identificación de un sistema de preferencia para la toma de decisiones<sup>129</sup>.

Para la selección de los residuos de café del presente estudio se tuvieron en cuenta los residuos caracterizados y los siguientes factores:

- **Concentración total de polifenoles:** la concentración de polifenoles tomó un peso de 4 en la matriz, por lo que posiblemente puede ser recuperado dentro del proceso de extracción de cafeína.
- **Concentración de cafeína:** la concentración de cafeína vendría siendo el factor más importante dentro de la matriz, dado que la finalidad de este proyecto es extraerla. Sumado a esto, este alcaloide proporciona un potencial económico por sus diversas aplicaciones a nivel industrial, por consiguiente, en la matriz se tomó un peso de 10.
- **Valorización de los subproductos de café:** en la actualidad los RDC en Colombia no son aprovechados a pesar de sus diversas aplicaciones (mencionadas en el capítulo 2 del presente documento). Por tal motivo se le asignó un peso de 5 dentro de la matriz de selección.
- **Disponibilidad de materia prima:** considerando lo anterior y los niveles de producción junto a su área de cultivo descrito en el Capítulo 2, se puede establecer que Colombia presenta una alta disponibilidad de los RDC, evitando la importación de estos de otros países productores de café como Brasil y Vietnam. Por esta razón, este factor toma un peso de 6.
- **Facilidad de extracción:** a través de estudios bibliográficos sobre los diversos métodos de extracción, se tuvieron en cuenta los parámetros de extracción y pretratamientos sometidos a la materia prima para lograr una extracción con alto rendimiento. Este factor tomó un peso de 3 en la matriz.

Una vez construida la matriz con todos los criterios mencionados y aplicando el método de la ponderación; este modelo consiste en multiplicar el peso designado en cada criterio por el valor que se le dio a cada residuo para posteriormente sumar la puntuación de cada columna y así tomar la decisión sobre los residuos a seleccionar. El resultado final de la matriz se detalla en la **Tabla 14**.

---

<sup>129</sup> MUNDA, Giuseppe. Métodos Y Procesos Multicriterio Para La Evaluación Social De Las Políticas Públicas. Red Iberoamericana de Economía Ecológica, REDIBEC, 2004. p. 31-451390-2776

**Tabla 14.** Matriz de selección de los RDC.

Factores		Alternativas			
Descripción	Peso	CV	PC	CG	CC
Concentración de Polifenoles	4	6	3	5	2
Concentración de Cafeína	10	8	10	6	2
Valorización	5	4	5	8	6
Disponibilidad de MP	6	6	8	9	5
Facilidad de Extracción	3	8	8	8	4
Puntuación Total		184	209	198	100
Porcentaje Alcanzado		88.04%	100.00%	94.74%	47.85%

Fuente: elaboración propia.

Con base en los resultados obtenidos de la matriz se evidenció que el café verde, la pulpa de café y el café gastado se destacaron por tener una puntuación total por encima de 180, indicando que poseen las mejores características de acuerdo con los factores evaluados descritos anteriormente. A pesar de que el café verde presenta un contenido de cafeína superior al café gastado, este residuo se descarta dado que presenta baja disponibilidad y dificultades de recolección. Por esta razón, se seleccionaron como residuos a evaluar en el desarrollo experimental la pulpa de café y el café gastado.

### 3. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE EXTRACCIÓN

En el presente capítulo se establecen las condiciones de operación para la obtención de cafeína teniendo en cuenta una selección del método y preselección de agentes de extracción bajo distintos criterios de evaluación con el objetivo de realizar un barrido. Con base en los resultados obtenidos de la pre-experimentación, se ejecutó un diseño de experimentos central compuesto (CCD) para finalmente encontrar las mejores condiciones de extracción de cafeína.

#### 3.1 SELECCIÓN DE SOLVENTE

Dado que la cafeína es soluble en varios solventes orgánicos, fue necesario hacer un barrido para posteriormente evaluarlos mediante una extracción a temperatura ambiente con el propósito de seleccionar uno o varios con base en su rendimiento de obtención de cafeína.

**3.1.1 Preselección de solventes.** Para realizar la preselección de los solventes de extracción se tuvieron en cuenta los estudios de solubilidad de cafeína desarrollados por Edwards<sup>130</sup>, Shalmashi<sup>131</sup> y Vuong<sup>132</sup> y otros factores como los costos asociados, disponibilidad de reactivo y peligrosidad, para así continuar con la siguiente etapa que consiste en seleccionar los solventes basado en una extracción a temperatura ambiente.

Mediante la información recopilada de los compuestos químicos más usados para la extracción de cafeína, se elaboró una matriz pugh<sup>133</sup> (**Tabla 15**) con el propósito de preseleccionar los solventes a utilizar para la extracción a temperatura ambiente.

Los criterios utilizados para la preselección de los reactivos de extracción fueron: solubilidad, disponibilidad de reactivo, peligrosidad y costos.

---

<sup>130</sup> EDWARDS A. Quincy, et al. DISTRIBUTION OF CAFFEINE BETWEEN SELECTED WATER-ORGANIC SOLVENT MEDIA. International Journal of Chemical Science, [en línea]. 2015, 3(13), pp. 1218-1226. [Consultado 16 de agosto 2019] ISSN 0972-768X Disponible en: <https://www.tsijournals.com/articles/distribution-of-caffeine-between-selected-waterorganic-solvent-media.pdf>

<sup>131</sup> SHALMASHI, A. and GOLMOHAMMAD, F. Solubility of caffeine in water, ethyl acetate, ethanol, carbon tetrachloride, methanol, chloroform, dichloromethane, and acetone between 298 and 323 K. [en línea]. 2010, 40 pp. 283-285. [Consultado 16 de agosto 2019] Disponible en: <http://bibliotecadigital.uns.edu.ar/pdf/laar/v40n3/v40n3a12.pdf>

<sup>132</sup> VUONG, Quan V. and ROACH, Paul D. Caffeine in Green Tea: Its Removal and Isolation. Separation & Purification Reviews, [en línea]. 2014, 43(2), pp. 155-174. [Consultado 16 de Agosto 2019] ISSN 1542-2119 Disponible en: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/15422119.2013.771127>

<sup>133</sup> CERVONE, H. Frank. Applied digital library project management. OCLC Systems & Services: International Digital Library Perspectives, [en línea]. 2009, 25(4), pp. 228-232. [Consultado 16 de agosto 2019] ISSN 1065-075X Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/209782708>

**Tabla 15. Matriz de preselección de solventes de extracción.**

Solvente	AA	MtOH	EtOH	TC	AC	CH	DCM	AE	LE	BZ	ER	SA	DCE	TCE	
Criterio	Peso	Importancia													
Disponibilidad de Reactivos	3	+	+	+	+	+	-	-	-	+	-	+	+	-	-
Peligrosidad	4	+	-	-	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-	-
Costos	2	+	+	+	-	+	+	+	-	-	-	-	+	-	-
Solubilidad	5	+	+	+	-	+	+	+	+	+	-	-	+	+	+
Total, Positivos (+)		14	10	14	3	14	7	7	9	12	0	3	14	5	5
Total, Negativos (-)		0	-4	-4	-14	-4	-7	-7	-5	-2	-14	-11	-4	-9	-9
Suma General		14	6	10	-11	10	0	0	4	10	-14	-8	10	-4	-4

Fuente: elaboración propia.

De acuerdo con los resultados de la suma general de la matriz, se preseleccionaron los siguientes solventes:

- ✓ Agua (AA)
- ✓ Metanol (MtOH)
- ✓ Etanol (EtOH)
- ✓ Diclorometano (DCM)
- ✓ Acetato de Etilo (AE)
- ✓ Lactato de Etilo (LE)

Dado que el cloroformo y el diclorometano presentaron un valor de cero, se preseleccionó únicamente el diclorometano, por lo que el cloroformo se utilizó como solvente estándar para la determinación del contenido total de cafeína descrito en el **numeral 2.2.6.2**, y porque este agente es de gran peligro a nivel ambiental. Además, no se preseleccionaron ni la acetona ni soluciones alcalinas por lo que no se poseían estos insumos.

**3.1.2 Evaluación de solventes preseleccionados.** El objetivo de esta etapa consiste en realizar una extracción a temperatura ambiente a diferentes tiempos a una relación sólido/solvente de 1:20 g/mL; que según el estudio realizado por Wentao<sup>134</sup> presenta el mayor porcentaje de rendimiento de extracción, con el propósito de seleccionar cuál de los reactivos preseleccionados presentan mayor selectividad hacia la cafeína.

**3.1.2.1 Extracción a temperatura ambiente.** A través de la metodología de Wentao<sup>135</sup> se realizó la extracción de cafeína a temperatura ambiente (20°C) siguiendo los pasos como se describen en el **Anexo M** utilizando una cámara climática WiseCube® para mantener la temperatura constante durante todo el proceso.

El rendimiento de extracción se estimó mediante la **Ecuación 9**, y los resultados de este proceso se detallan en la **Gráfica 1**.

**Ecuación 9.** Porcentaje de rendimiento de extracción.

$$\%RE = \frac{[CAF]}{[CAF]_0} * 100$$

Fuente: BI, Wentao; ZHOU, Jun and ROW, Kyung. Decaffeination of coffee bean waste by solid-liquid extraction. Korean Journal of Chemical Engineering, [en línea]. 2011, 28(1), pp. 221-224. [Consultado 26 de agosto 2019] ISSN 0256-1115 Disponible en: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11814-010-0264-x>

Donde:

[CAF]: concentración de cafeína en la solución extraída [mg/L]

[CAF]<sub>0</sub>: concentración total de cafeína del residuo (ver **Tabla 13**) [mg/L]

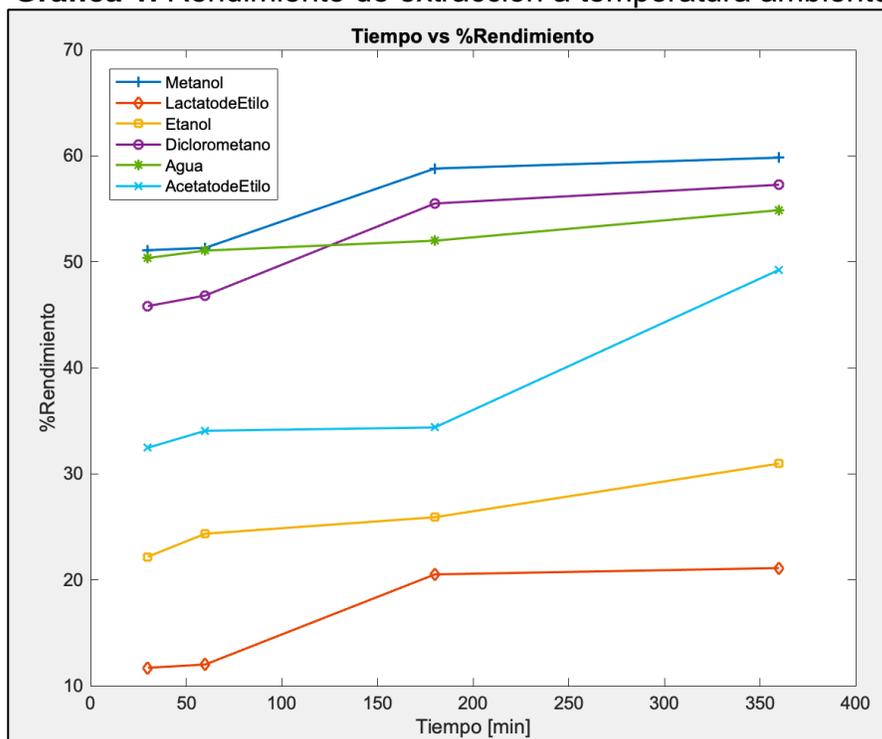
%RE: rendimiento de extracción

---

<sup>134</sup> BI, Wentao; ZHOU, Jun and ROW, Kyung. Decaffeination of coffee bean waste by solid-liquid extraction. Korean Journal of Chemical Engineering, [en línea]. 2011, 28(1), pp. 221-224. [Consultado 26 de agosto 2019] ISSN 0256-1115 Disponible en: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11814-010-0264-x>

<sup>135</sup> BI, Wentao; ZHOU, Jun and ROW, Kyung. Decaffeination of coffee bean waste by solid-liquid extraction. Korean Journal of Chemical Engineering, [en línea]. 2011, 28(1), pp. 221-224. [Consultado 26 de agosto 2019] ISSN 0256-1115 Disponible en: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11814-010-0264-x>

**Gráfica 1. Rendimiento de extracción a temperatura ambiente**



Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

De acuerdo con los resultados presentados en la **Gráfica 1**, el metanol, agua y diclorometano presentaron un rendimiento de extracción por encima del 50%. El acetato de etilo presentó un rendimiento considerable del 49.24%, y por último el etanol y lactato de etilo demostraron los rendimientos de extracción más bajos con 30.96% y 21.11% respectivamente.

Con respecto a los rendimientos de extracción obtenidos para cada solvente se elaboró una matriz pugh<sup>136</sup> (**Tabla 16**) con el propósito de seleccionar uno o varios solventes para así posteriormente ejecutar el CCD variando la temperatura y tiempo de extracción.

Para ello se evaluaron como criterios de selección la disponibilidad de reactivos, peligrosidad, costos, solubilidad y su rendimiento de extracción descritos a continuación:

- **Disponibilidad de reactivos:** dentro del mercado de sustancias químicas se pueden presentar restricciones de venta, por tal razón este criterio tuvo un peso de 3 en la matriz.

<sup>136</sup> CERVONE, H. Frank. Applied digital library project management. OCLC Systems & Services: International Digital Library Perspectives, [en línea]. 2009, 25(4), pp. 228-232. [Consultado 16 de agosto 2019] ISSN 1065-075X Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/209782708>

- **Peligrosidad:** no todos los solventes orgánicos son amigables al ambiente o aplican una química verde, además a nivel industrial el uso de sustancias que presentan alta peligrosidad está restringido, por este motivo se tuvo un peso de 4 en la matriz.
- **Costos:** los costos representan un costo fijo, el cual es uno de los principales factores que disminuye la utilidad neta dentro de un proceso, por consiguiente, tuvo un peso de 2.
- **Solubilidad:** la solubilidad dentro de la matriz es uno de los factores más importantes, por lo que si el solvente presenta baja solubilidad, el rendimiento de extracción va a ser bajo. Este criterio tuvo un peso de 5 dentro de la matriz.
- **Rendimiento de extracción:** el rendimiento es el factor más importante dentro la matriz porque está ligado a la cantidad de cafeína que se extrae. Por ende, este criterio tuvo un peso de 7.

**Tabla 16.** Matriz de selección de solvente de extracción.

Solvente	AA	Mt	OH	Et	OH	DC	MA	E	LE
Criterio	Peso	Importancia							
Disponibilidad de Reactivos	3	+	+	+	-	-	+		
Peligrosidad	4	+	-	-	-	+	+		
Costos	2	+	+	+	+	-	-		
Solubilidad	5	+	+	+	+	+	+		
Rendimiento de Extracción	7	+	+	-	+	+	-		
Total, Positivos (+)		21	17	10	14	16	12		
Total, Negativos (-)		0	-4	-11	-1	-5	-9		
Suma General		21	13	-1	13	11	3		

Fuente: elaboración propia.

Según la suma general de la matriz, se debe seleccionar el agua como solvente de extracción. Sin embargo, también se seleccionó el lactato de etilo porque es un solvente verde de baja toxicidad<sup>137</sup> y miscible, por lo que al mezclarse con agua a una proporción másica del 39% presenta una solubilidad en la cafeína del 8.04% ±

<sup>137</sup> BERMEJO, David Villanueva, et al. Pressurized liquid extraction of caffeine and catechins from green tea leaves using ethyl lactate, water and ethyl lactate+water mixtures. Food and Bioproducts Processing, [en línea]. 2015, 96pp. 106-112. [Consultado 11 de septiembre 2019] ISSN 0960-3085 Disponible en <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960308515000966>

0.08, siendo este valor de solubilidad aproximadamente 2.7 veces mayor que la solubilidad en lactato de etilo puro y 4.0 veces mayor que en agua<sup>138</sup>.

### 3.2 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN

En la actualidad hay diversos métodos de obtención de cafeína tanto convencionales como no convencionales. En esta etapa se seleccionó un método de obtención de cafeína mediante referentes bibliográficos con el fin de extraer la cafeína a la mayor concentración posible.

**3.2.1 Selección del método.** Para iniciar la extracción de cafeína mediante un CCD se seleccionó el método de extracción mediante una matriz pugh<sup>139</sup> (**Tabla 17**) con base en la búsqueda bibliográfica descrita en las **Tablas 3 y 4**.

Con el objetivo de seleccionar un método de extracción, los criterios evaluados fueron los siguientes: condiciones de operación, rendimiento de extracción, costo y disponibilidad de equipos.

**Tabla 17.** Matriz de selección de método de extracción.

Método de extracción	ASE	MFH	HPE	OIFSC	FSCCS	FSC	VMAE	MUAE	SL	UAE	
Criterio	Peso	Importancia									
Condiciones de Operación	3	-	+	-	-	-	-	+	+	+	+
Rendimiento de Extracción	5	-	+	-	+	-	+	+	+	+	+
Costo de Equipos	3	-	-	-	-	-	-	+	+	+	+
Disponibilidad de Equipo	4	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Total, Positivos (+)		0	8	0	5	0	5	11	15	15	15
Total, Negativos (-)		-15	-7	-15	-10	-15	-10	-4	-4	0	0
Suma General		-15	1	-15	-5	-15	-5	7	11	15	15

Fuente: elaboración propia.

Según los resultados obtenidos de la matriz, los métodos de extracción que dieron mayor puntaje fueron por extracción asistida por ultrasonido y por sólido/líquido. Sin embargo, se seleccionó el método de extracción asistido por ultrasonido, porque presenta rendimientos superiores a la extracción sólido/líquido y también porque disminuye la cantidad de solvente de extracción a utilizar.

<sup>138</sup> BERMEJO, David Villanueva, et al. Pressurized liquid extraction of caffeine and catechins from green tea leaves using ethyl lactate, water and ethyl lactate+water mixtures. Food and Bioproducts Processing, [en línea]. 2015, 96pp. 106-112. [Consultado 11 de septiembre 2019] ISSN 0960-3085 Disponible en <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960308515000966>

<sup>139</sup> CERVONE, H. Frank. Applied digital library project management. OCLC Systems & Services: International Digital Library Perspectives, [en línea]. 2009, 25(4), pp. 228-232. [Consultado 16 de agosto 2019] ISSN 1065-075X Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/209782708>

### 3.3 OBTENCIÓN DEL EXTRACTO

Teniendo en cuenta los solventes y el método seleccionado, se procedió a extraer la cafeína mediante un diseño de experimentos central compuesto para establecer los parámetros óptimos de extracción de este alcaloide.

**3.3.1 Diseño de experimentos.** Para determinar las condiciones de operación adecuadas para la obtención de cafeína, se realizó un diseño de experimentos central compuesto CCD (**Tabla 18**) por duplicado utilizando MATLAB R2018b bajo la licencia #40687015.

Los rangos de tiempos y temperaturas que se trabajaron se definieron según la metodología de Wentao<sup>140</sup> y por el punto de ebullición del lactato de etilo y agua a una presión atmosférica de 560 mmHg. Estas combinaciones se pueden detallar en la **Tabla 18**.

**Tabla 18.** Diseño de experimentos para la obtención de cafeína.

Run	Tiempo [min]	Tiempo [min]	Temperatura [°C]	Temperatura [°C]
1	-1	78	-1	37
2	-1	78	1	73
3	1	312	-1	37
4	1	312	1	73
5	-1.414213562	30	0	55
6	1.414213562	360	0	55
7	0	195	-1.414213562	30
8	0	195	1.414213562	80
9	0	195	0	55
10	0	195	0	55
11	0	195	0	55
12	0	195	0	55
13	0	195	0	55

Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

**3.3.1.1 Extracción por baño de ultrasonido.** El procedimiento que se siguió para la extracción asistida por ultrasonido se muestra en el **Anexo N**, el cual describe las condiciones a las que opera el ultrasonido, la filtración del extracto y la separación del solvente mediante una destilación al vacío. Tras la extracción se cuantificó el

<sup>140</sup> BI, Wentao; ZHOU, Jun and ROW, Kyung. Decaffeination of coffee bean waste by solid-liquid extraction. Korean Journal of Chemical Engineering, [en línea]. 2011, 28(1), pp. 221-224. [Consultado 26 de agosto 2019] ISSN 0256-1115 Disponible en: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11814-010-0264-x>

contenido de cafeína por espectrofotometría<sup>141,142</sup> como se describe en el **Anexo J**. Los datos obtenidos de la concentración de cafeína y rendimiento de extracción para cada corrida del diseño de experimentos ejecutado se pueden detallar en las **Tablas 19 y 20**.

**Tabla 19.** Resultados de concentración de cafeína y porcentaje de remoción del método ultrasonido para CG.

Run	Tiempo [min]	Temperatura [°C]	ABS*	CAF mg/L	% RE
1	78	37	2.92 ± 0.107	151.70	73.42
2	78	73	2.81 ± 0.146	145.76	70.54
3	312	37	3.55 ± 0.455	186.05	90.04
4	312	73	3.44 ± 0.495	180.34	87.28
5	30	55	2.93 ± 0.027	152.25	73.68
6	360	55	2.83 ± 0.013	146.95	71.12
7	195	30	3.46 ± 0.497	180.93	87.56
8	195	80	3.39 ± 0.527	177.33	85.82
9-13	195	55	3.34 ± 0.166	174.79	84.59

\*valor promedio ± desviación estándar

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 20.** Resultados de concentración de cafeína y porcentaje de remoción del método ultrasonido para PC.

Run	Tiempo [min]	Temperatura [°C]	ABS*	CAF mg/L	% RE
1	78	37	3.47 ± 0.023	181.48	74.74
2	78	73	3.37 ± 0.052	176.28	72.60
3	312	37	3.85 ± 0.200	202.25	83.30
4	312	73	3.51 ± 0.170	183.99	75.78
5	30	55	3.30 ± 0.040	172.23	70.93
6	360	55	3.22 ± 0.025	168.02	69.20
7	195	30	3.35 ± 0.339	175.2	72.17
8	195	80	3.29 ± 0.299	171.72	70.72
9-13	195	55	3.21 ± 0.196	167.67	69.06

\*valor promedio ± desviación estándar

Fuente: elaboración propia.

Teniendo en cuenta los resultados presentados en las **Tablas 19 y 20**, se puede evidenciar que el porcentaje de remoción de la cafeína, tanto para el café gastado como para la pulpa de café, dieron mejor rendimiento de extracción en la corrida 3 del diseño de experimentos central compuesto con un valor del 90.04% y 83.30%

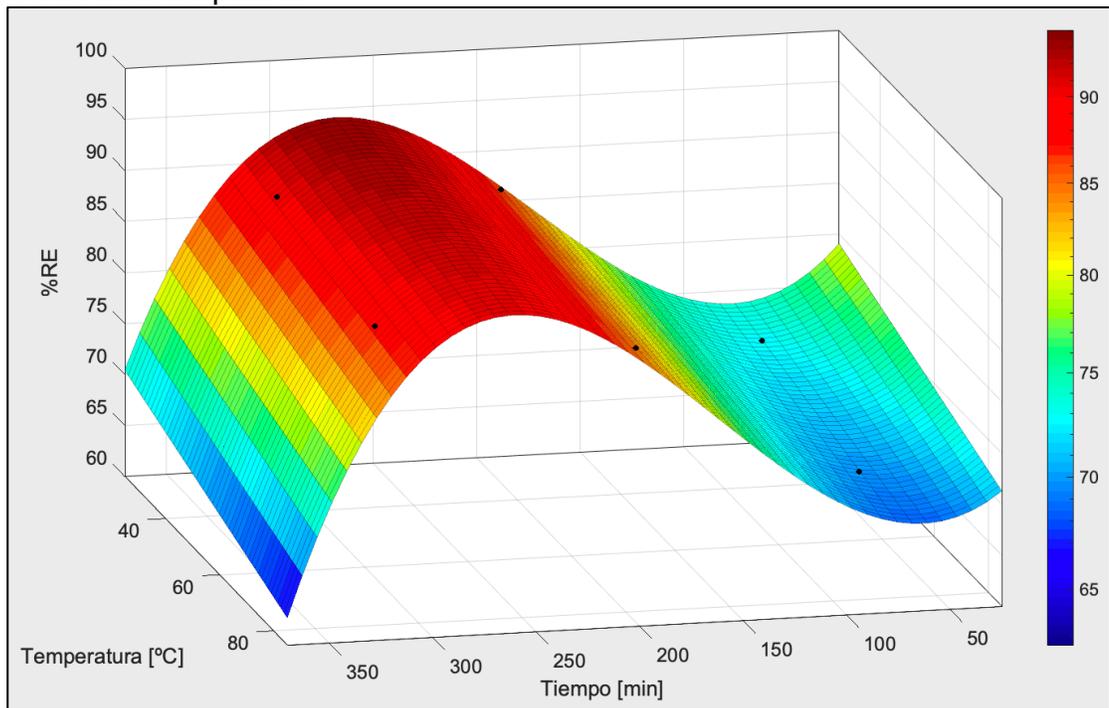
<sup>141</sup> ULLAH, Sami. Qualitative and quantitative determination of caffeine by comparing its amount in variety of black and green tea leaves marketed in Quetta city. *Pure and Applied Biology*, [en línea]. 2015, 4(1), pp. 9-14. [Consultado 10 de abril 2019] ISSN 2304-2478 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/1666710650>

<sup>142</sup> H. N. Wanyika, et al. Determination of caffeine content of tea and instant coffee brands found in the Kenyan market. *African Journal of Food Science*, [en línea]. 2010, 4(6), pp. 353-358. [Consultado 10 de abril 2019] ISSN 1996-0794 Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/261012967\\_Determination\\_of\\_caffeine\\_content\\_of\\_tea\\_and\\_instant\\_coffee\\_brands\\_found\\_in\\_the\\_Kenyan\\_market](https://www.researchgate.net/publication/261012967_Determination_of_caffeine_content_of_tea_and_instant_coffee_brands_found_in_the_Kenyan_market)

respectivamente. Además, se puede detallar que los porcentajes de rendimientos de extracción siempre serán mayores para el café gastado que para la pulpa de café, por lo que el tamaño promedio de partícula del café gastado es mucho menor que el de la pulpa de café ( $\phi_{CG} \ll \phi_{PC}$ ).

Con base en las **Tablas 19 y 20**, se construyó una gráfica de superficie de respuesta (**Gráficas 2 y 3**) para cada residuo usado en la extracción de cafeína asistida por ultrasonido utilizando la herramienta “Ajuste de Modelo” en MATLAB R2018b.

**Gráfica 2.** Superficie de respuesta para la extracción de cafeína utilizando CG como materia prima.



Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

Al aplicar la herramienta “Ajuste de Modelo” en MATLAB, la **Gráfica 2** se ajusta a un modelo polinómico (**Ecuación 10**) con un  $R^2$  de 0.9886.

**Ecuación 10.** Modelo polinómico para la extracción de cafeína utilizando CG

$$f(t, T) = \beta_{00} + \beta_{10} \cdot t + \beta_{01} \cdot T + \beta_{20} \cdot t^2 + \beta_{11} \cdot t \cdot T + \beta_{30} \cdot t^3 + \beta_{21} \cdot t^2 \cdot T$$

Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

Donde:

$$\beta_{00} = 90.24$$

$$\beta_{10} = -0.3921$$

$$\beta_{01} = -0.1581$$

$$\beta_{20} = 0.003099$$

$$\beta_{11} = 0.00125$$

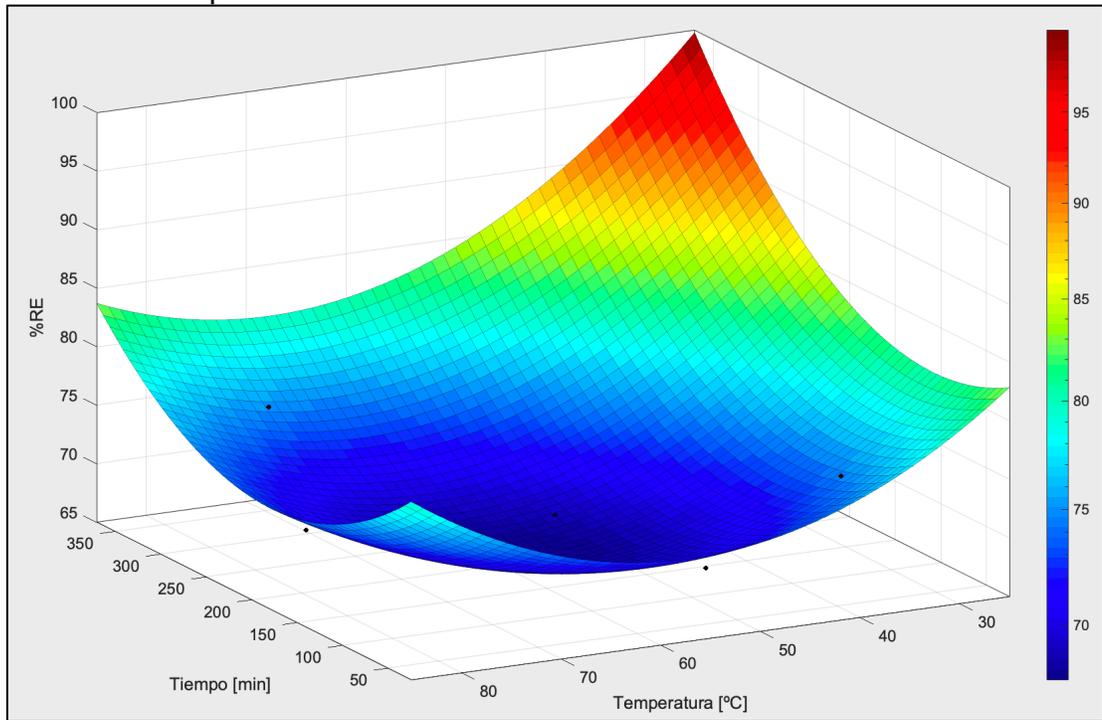
$$\beta_{30} = -5.84e^{-06}$$

$$\beta_{21} = -3.171e^{-06}$$

T: Temperatura [°C]

t: Tiempo [min]

**Gráfica 3.** Superficie de respuesta para la extracción de cafeína utilizando PC como materia prima



Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

Aplicando la herramienta “Ajuste de Modelo” en MATLAB para la **Gráfica 3**, esta se ajusta también a un modelo polinómico (**Ecuación 11**) con un  $R^2$  de 0.9737.

**Ecuación 11.** Modelo polinómico para la extracción de cafeína utilizando PC.

$$f(t, T) = \beta_{00} + \beta_{10} \cdot t + \beta_{01} \cdot T + \beta_{20} \cdot t^2 + \beta_{11} \cdot t \cdot T + \beta_{02} \cdot T^2$$

Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

Donde:

$$\beta_{00} = 107.37$$

$$\beta_{10} = -0.04385$$

$$\beta_{01} = -1.172$$

$$\beta_{20} = 0.0002741$$

$$\beta_{11} = -0.0006389$$

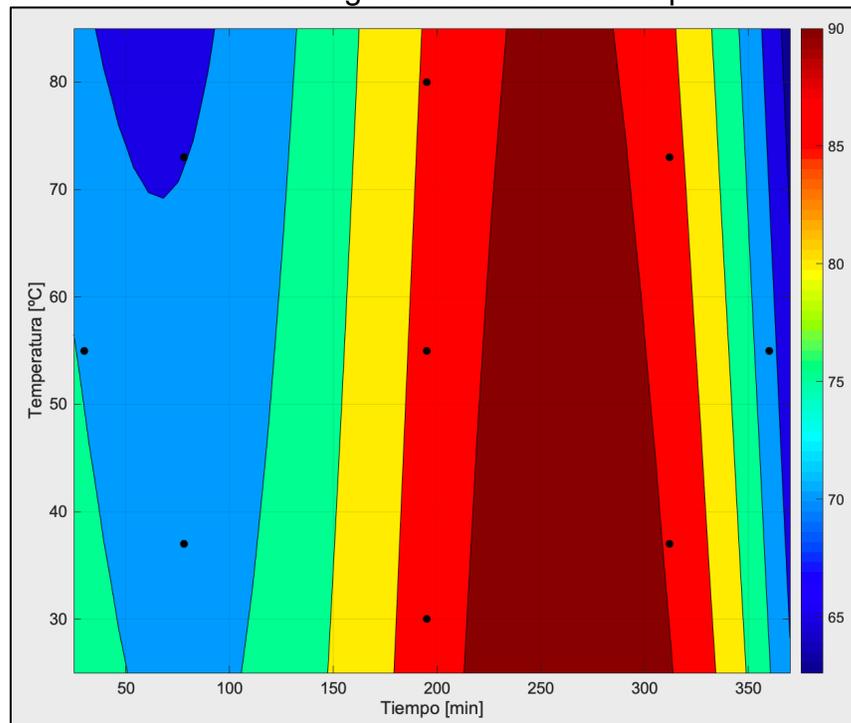
$$\beta_{02} = 0.0104$$

T: Temperatura [°C]

t: Tiempo [min]

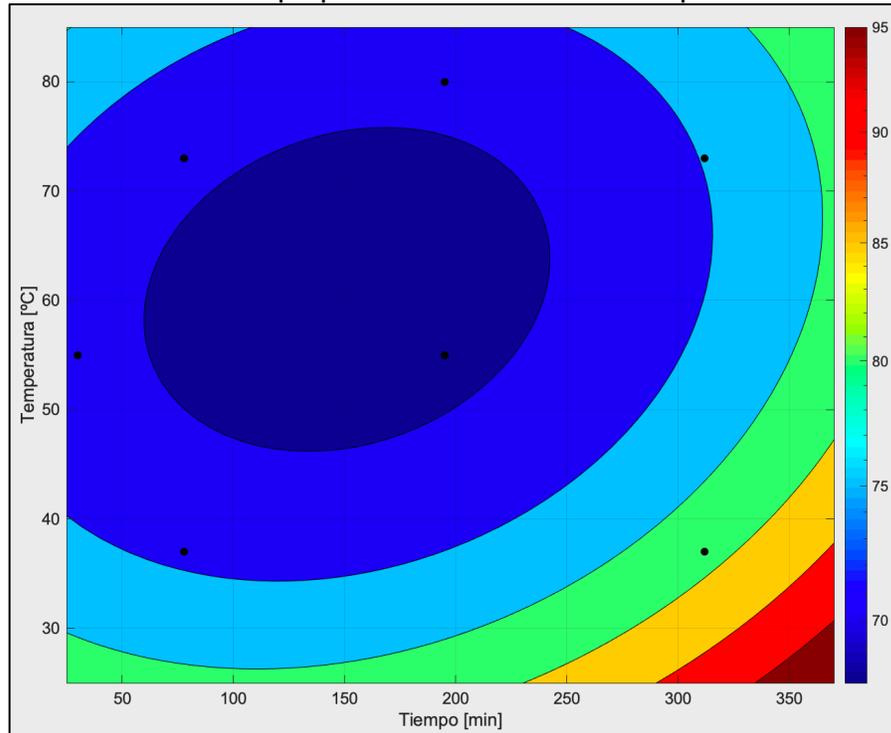
Mediante los modelos polinómicos establecidos tanto para la extracción de cafeína con pulpa de café y café gastado se construyeron las **gráficas** de contorno **4 y 5** con la finalidad de establecer el rango de operación para extraer la cafeína a una alta concentración.

**Gráfica 4.** Diagrama de contorno para la extracción de cafeína utilizando café gastado como materia prima.



Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

**Gráfica 5.** Diagrama de contorno para la extracción de cafeína utilizando pulpa de café como materia prima.



Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b

Con respecto a las **Gráficas 4 y 5**, los rangos óptimos para extraer la mayor concentración de cafeína tanto para el café gastado como la pulpa de café son a tiempos entre [160 – 320 min] y [250 – 360 min] a temperaturas relativamente bajas entre [30 – 40 °C].

### 3.4 PURIFICACIÓN DE CAFEÍNA

La refinación de la cafeína cruda es una etapa importante para su uso como materia prima en sus diversas aplicaciones de la industria alimenticia, cosmética, farmacéutica y de biomateriales. Por consiguiente, la cafeína obtenida de las mejores condiciones del proceso de extracción mencionado anteriormente se refinará mediante uno de los diversos métodos de purificación que actualmente se están llevando a cabo dentro de la industria química.

**3.4.1 Selección del método de purificación.** Para la selección del método de purificación se tomaron en cuenta los estudios de Feldman<sup>143</sup>, Weish<sup>144</sup>, Khan Academy<sup>145</sup>, Shehata<sup>146</sup> y Wang<sup>147</sup>. Teniendo en cuenta la información recopilada por los estudios mencionados se construyó una matriz pugh<sup>148</sup> (**Tabla 21**) evaluando los siguientes criterios para la selección del método de purificación: Facilidad de separación, costos, uso de equipos y rendimiento, que se describirán a continuación:

- **Facilidad de separación:** la facilidad de separación hace referencia a la complejidad de poder separar la cafeína pura de otros compuestos. Por lo tanto, este criterio tuvo un peso de 5 dentro de la matriz.
- **Costos:** los costos representan un costo fijo, siendo uno de los principales factores que disminuye la utilidad neta dentro de un proceso. Por consiguiente, tuvo un peso de 4.
- **Uso de equipos:** la cantidad de operaciones o procesos unitarios para lograr una purificación aumentaría tanto los costos fijos como variables. Por tal motivo este criterio tuvo un peso de 3.
- **Rendimiento:** el rendimiento es el factor más importante dentro la matriz porque está ligado a la cantidad de cafeína purificada por ende este criterio tuvo un peso de 5.

<sup>143</sup> FELDMAN, J. R. and KATZ, N. S. *Caffeine*. [en línea] En: MCKETTA, J.J. ed. Encyclopedia of Chemical Processing and Design. 1st ed. USA: Marcel Dekker, 1977. pp.424-439 [Consulta: 25 de septiembre 2019] ISBN 0824724550 Disponible en: [https://books.google.com.co/books?id=FROUJE1JJYwC&pg=PA434&lpg=PA434&dq=caffeine+refining&source=bl&ots=PPHlI\\_Mi0&sig=ACfU3U2WdXSDkfSEFMtR2d8oQImBlf0K5A&hl=es&sa=X&ved=2ahUKEwiwq-zYs-XkAhUKP6wKHRROBnIQ6AEwEHoECAgQAQ#v=onepage&q&f=false](https://books.google.com.co/books?id=FROUJE1JJYwC&pg=PA434&lpg=PA434&dq=caffeine+refining&source=bl&ots=PPHlI_Mi0&sig=ACfU3U2WdXSDkfSEFMtR2d8oQImBlf0K5A&hl=es&sa=X&ved=2ahUKEwiwq-zYs-XkAhUKP6wKHRROBnIQ6AEwEHoECAgQAQ#v=onepage&q&f=false)

<sup>144</sup> European patent application. Caffeine adsorption on amorphous silica gel. Inventor: Weish, William Alan. Int. CL.: A 23F 5/22. Fecha de solicitud: 27, agosto, 1985. USA, patente de investigación. EP 0173297 A2. 5, marzo, 1986. Disponible en: <https://patentimages.storage.googleapis.com/a3/15/c2/e3d1f745c551f6/EP0173297A2.pdf>

<sup>145</sup> Khan Academy. [sitio web]. Purification of Caffeine. [Consulta: 2 de octubre 2019]. Disponible en: <https://www.khanacademy.org/test-prep/mcat/physical-sciences-practice/physical-sciences-practice-tut/e/purification-of-caffeine>

<sup>146</sup> SHEHATA, A. B.; RIZK, M. S. and REND, E. A. Certification of caffeine reference material purity by ultraviolet/visible spectrophotometry and high-performance liquid chromatography with diode-array detection as two independent analytical methods. Journal of Food and Drug Analysis, [en línea]. 2016, 24(4), pp. 703-715. [Consultado 2 de septiembre 2019] ISSN 1021-9498 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S102194981630093X>

<sup>147</sup> WANG, Li, et al. Column-chromatographic extraction and separation of polyphenols, caffeine and theanine from green tea. Food Chemistry, [en línea]. 2012, 131(4), pp. 1539-1545. [Consultado 25 de septiembre 2019] ISSN 0308-8146 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814611014063>

<sup>148</sup> CERVONE, H. Frank. Applied digital library project management. OCLC Systems & Services: International Digital Library Perspectives, [en línea]. 2009, 25(4), pp. 228-232. [Consultado 16 de agosto 2019] ISSN 1065-075X Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/209782708>

**Tabla 21.** Matriz de selección de método de purificación.

Solvente	CPS	ADC	AD	CGL	
Criterio	Peso	Importancia			
Facilidad de Separación	5	+	-	+	+
Costos	4	-	-	+	+
Uso de Equipos	3	+	-	-	+
Rendimiento	5	-	+	-	+
Total, Positivos (+)		8	5	9	17
Total, Negativos (-)		-9	-12	-8	0
Suma General		-1	-7	1	17

Fuente: elaboración propia.

Teniendo en cuenta los resultados de la matriz, se seleccionó la tecnología de cromatografía líquida (CGL) para la refinación de la cafeína principalmente por que las otras tecnologías de purificación requieren una alta inversión y el uso de muchos procesos unitarios, lo cual incrementaría aún más la inversión de capital del proyecto.

**3.4.2 Refinación por cromatografía en columna.** La refinación de la cafeína es la etapa más importante tras la extracción, dado que para ser utilizada en sus diversas aplicaciones industriales debe de cumplir con un cierto grado de pureza.

Previo a correr por la columna la cafeína cruda extraída se llevaron a cabo varias pruebas de cromatografía de capa fina, la cual es una técnica altamente versátil y económica para ensayos analíticos y preparativos, y ampliamente utilizada en numerosos campos científicos. La cromatografía de capa fina es particularmente popular para el monitoreo de reacciones, la purificación de muestras y la identificación de compuestos y contaminantes en mezclas<sup>149</sup>, especificado en el **Anexo P** con la finalidad de verificar si la fase móvil según el estudio de Shehata<sup>150</sup> separa la cafeína pura del extracto obtenido. Estas pruebas se pueden evidenciar mediante la **Figura 33** en el **Anexo P**.

Teniendo en cuenta el resultado obtenido de la CCF utilizando como fase móvil acetonitrilo - agua (95:5) se detalla claramente que esta mezcla de solvente no separa la cafeína pura del extracto obtenido. Por esta razón se realizó una búsqueda bibliográfica y se efectuaron otras pruebas de CCF con metanol – ácido

<sup>149</sup> SiliCycle. [sitio web]. [Consulta 22 de agosto 2019]. Disponible en: <https://www.silicycle.com/es/cromatografia-en-capafina-tlc>

<sup>150</sup> SHEHATA, A. B.; RIZK, M. S. and REND, E. A. Certification of caffeine reference material purity by ultraviolet/visible spectrophotometry and high-performance liquid chromatography with diode-array detection as two independent analytical methods. *Journal of Food and Drug Analysis*, [en línea]. 2016, 24(4), pp. 703-715. [Consultado 2 de septiembre 2019] ISSN 1021-9498 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S102194981630093X>

acético (95:5) de acuerdo con el estudio de la Universidad Nacional Autónoma de México<sup>151</sup>.

Según los resultados de la CCF ubicadas en el **Anexo P**, se detalla claramente que la mezcla de metanol – ácido acético (95:5) logra una mejor separación de la cafeína. Por consiguiente, se construyó una columna utilizando como fase estacionaria silicagel 60 (230-450 mesh) y como fase móvil metanol – ácido acético (95:5).

Tras la elaboración de la columna con dimensiones (24cm x 1 cm), se procedió a purificar la cafeína cruda extraída en donde se inyectaron y drenaron inicialmente 10 ml de metanol – ácido acético (95:5) asegurando su acondicionamiento para adicionar la cafeína impura disuelta en 10 ml de la fase móvil. Este ensayo se realizó por duplicado. Tras tomar las muestras purificadas, fueron secadas a una temperatura de 40°C para obtener un extracto sólido cristalino.

El porcentaje de pureza de la cafeína previa y posterior a la etapa de purificación se estimó mediante la **Ecuación 12 y 13**.

**Ecuación 12.** Porcentaje de pureza de CAF previo a la purificación.

$$\%Pureza = \frac{m_{CAF\ UV-vis}}{m_{Extracto}} * 100\%$$

Fuente: elaboración propia.

Donde:

$m_{CAF\ UV-Vis}$  = masa de CAF estimada por espectrofotometría del extracto

$m_{Extracto}$  = masa del extracto

**Ecuación 13.** Porcentaje de pureza de CAF posterior a la purificación.

$$\%Pureza = \frac{m_{CAF\ UV-vis}}{m_{ER}} * 100\%$$

Fuente: elaboración propia.

Donde:

$m_{CAF\ UV-Vis}$  = masa de CAF estimada por espectrofotometría del extracto

$m_{ER}$  = masa del extracto refinado

En la **Tabla 22** se pueden detallar los porcentajes de puridades obtenidos, tanto para el café gastado como la pulpa de café.

<sup>151</sup> Scribd. [sitio web]. [Consulta: 25 de septiembre 2019]. Disponible en: <https://www.scribd.com/document/393639940/informe-cafeina-1>

**Tabla 22.** Porcentaje de pureza de cafeína previo y posterior a la purificación.

Tipo de Residuo	%Pureza inicial	%Pureza* final
PC	76.92 ± 0.095	98.43 ± 0.045
CG	78.74 ± 0.087	98.76 ± 0.037

\*valor promedio ± desviación estándar

Fuente: elaboración propia

Como resultado al proceso de purificación se obtuvo una pureza final por encima del 98% para ambos residuos evaluados lo cual es un porcentaje bastante significativo mas no lo suficiente para poder clasificar la cafeína obtenida de grado anhídrido. Sin embargo, para el porcentaje de pureza obtenido clasificado según la *American Chemical Society (ACS)* como grado ACS, esta cafeína puede ser utilizada en la industria de alimentos y bebidas, porque presenta una pureza mayor al 98% (>98%)<sup>152</sup>.

<sup>152</sup> The seven most common grades for chemicals and reagents. [sitio web]. [Consulta 17 de octubre 2019]. Disponible en: <https://www.labmanager.com/business-management/2017/11/the-seven-most-common-grades-for-chemicals-and-reagents#.XceC8i2ZN0s>

## 4. ESPECIFICACIONES TÉCNICAS DEL DISEÑO DE PROCESO

La finalidad de establecer las especificaciones técnicas del diseño de proceso es plasmar gráficamente mediante un diagrama de flujo de proceso la secuencia de operaciones unitarias junto a sus condiciones de operación y balances de materia. Teniendo en cuenta lo anterior y los resultados obtenidos del desarrollo experimental, se establecieron las especificaciones técnicas del proceso de extracción y purificación de cafeína a escala banco.

### 4.1 DEFINICIÓN DEL TAMAÑO DE LOTE DE PROCESAMIENTO

Establecer la cantidad de materia prima a procesar y producto a obtener es crucial para el diseño de un proceso. Para ello se deben tener en cuenta la cantidad de residuo disponible y el balance de materia para aplicar un factor de escalamiento con el objetivo de escalar el proceso sea a banco, piloto o industrial, y posteriormente determinar los costos asociados del proceso.

**4.1.1 Balance de materia.** De acuerdo con los diagramas de flujo híbrido para la obtención de cafeína utilizando la pulpa de café (**Figura 24**) y el café gastado (**Figura 25**) como materia prima, se realizaron los balances de materia teniendo en cuenta la **Ecuación 14 y 15**.

**Ecuación 14.** Fracción másica por componente.

$$x_s = \frac{m_s}{m_T}$$

Fuente: elaboración propia.

Donde:

$m_s$ : masa de la sustancia en una determinada corriente

$m_T$ : masa total de la corriente

**Ecuación 15.** Balance de materia general.

$$\sum_{j=1}^S x_j m_j - \sum_{i=1}^S x_i m_i = 0$$

Fuente: elaboración propia.

Donde:

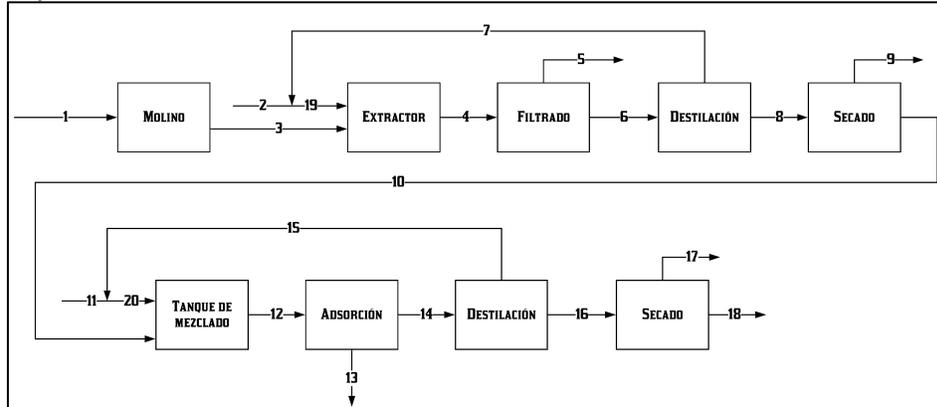
$x_j$ : fracción másica de la sustancia de entrada

$x_i$ : fracción másica de la sustancia de salida

$m_j$ : masa de la sustancia a la entrada

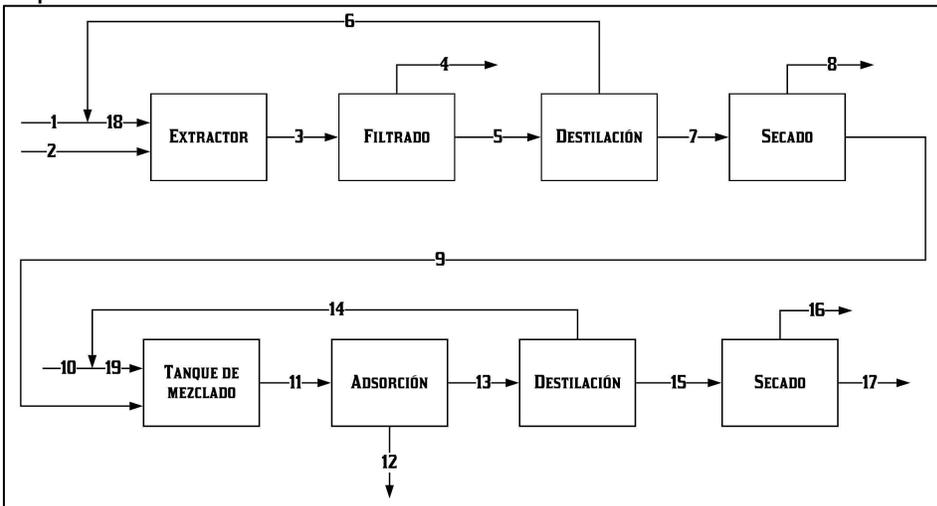
$m_i$ : masa de la sustancia a la salida

**Figura 23.** Diagrama de flujo híbrido para la obtención de cafeína a partir de PC.



Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE Ludichart.

**Figura 24.** Diagrama de flujo híbrido para la obtención de cafeína a partir de CG.



Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE Ludichart.

Con base en las **Ecuaciones 14 y 15**, los resultados del desarrollo experimental y los diagramas de flujo híbridos se construyeron las tablas de balance de materia para el proceso de extracción y purificación de cafeína a partir de la pulpa de café (**Tabla 23**) y café gastado (**Tabla 24**). Cabe aclarar que las corrientes de recirculación que se presentan dentro de los diagramas se tomaron como corrientes de salidas, por lo que para evaluar estas recirculaciones se requiere reevaluar el rendimiento de la extracción, lo cual afectaría completamente el balance materia del proceso

**Tabla 23.** Balance de materia para la extracción de cafeína a partir de PC a escala laboratorio.

Corriente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	
Temperatura (°C)	20	20	20	37	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	
Presión (mmHg)	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	
Flujo másico (g)	1	20.6448	1	21.6448	0.9956	20.649167	15.54031	5.1088	5.1044	0.0043	8.0772	8.0816	0.0009	8.0807	7.0186	1.0621	1.0586	0.0034	
Fracción másica de Componente																			
MtOH + ACA	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0.9994	0	0.9995	1	0.9967	1	0	
LE + AA	0	1	0	0.9537	0	0.9997	1	0.9991	1	0	0	1	0	0	0	0	0	0	
CAF	0	0	0	0.0002	0	0.0002	0	0.0008	0	1	0	0.0005	0	0.0004	0	0.0032	0	1	
PC	1	0	1	0.0459	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 24.** Balance de materia para la extracción de cafeína a partir de CG a escala laboratorio.

Corriente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
Temperatura (°C)	20	20	37	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Presión (mmHg)	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560
Flujo másico (g)	20.6448	1	21.6448	0.9958	20.6489	15.5403	5.1086	5.1044	0.0041	8.0772	8.0813	0.0009	8.0804	7.0186	1.0618	1.0586	0.0031
Fracción másica de Componente																	
MtOH + ACA	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0.9994	0	0.9996	1	0.9970	1	0
LE + AA	1	0	0.9537	0	0.9998	1	0.9991	1	0	0	1	0	0	0	0	0	0
CAF	0	0	0.00018	0	0.0001	0	0.0008	0	1	0	0.0005	0	0.0003	0	0.0029	0	1
CG	0	1	0.0460	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Fuente: elaboración propia.

## 4.2 SELECCIÓN DE OPERACIONES UNITARIAS

La selección de las operaciones unitarias es la etapa fundamental para realizar cualquier diseño de procesos para la obtención de un producto de interés. Por tal motivo en esta sección serán descritas las diferentes operaciones unitarias (**Anexo Q**) requeridas para el cumplimiento de la obtención de cafeína.

**4.2.1 Molino de disco.** Para poder llevar a cabo el proceso de extracción de cafeína se debe reducir el tamaño de partícula de la pulpa de café mediante un proceso mecánico, con el propósito de aumentar la transferencia de masa y, por consiguiente, también el rendimiento de extracción. Para ello se seleccionó un molino de discos dado que este residuo es altamente húmedo y por tal motivo un molino de bolas o martillo no lograría la reducción del tamaño de partícula.

**4.2.2 Extractor asistido por ultrasonido.** Con base en la selección del método de extracción descrito en el capítulo anterior, la siguiente etapa del proceso tras la disminución del tamaño de partícula es extraer la cafeína a partir del residuo de café utilizando un extractor asistido por ultrasonido, por lo que este aumenta considerablemente el rendimiento de extracción y disminuye el consumo de energía<sup>153</sup>.

**4.2.3 Filtrador de membranas.** Teniendo la cafeína ya disuelta en el extracto es importante separar las partículas sólidas finas que quedan tanto suspendidas como sedimentadas dentro de la muestra. De acuerdo con lo evidenciado en el laboratorio, la filtración se debe realizar por medio de un filtro de membrana dado que este proporciona un filtrado libre de partículas y aumenta el porcentaje de recuperación del solvente por medio de una destilación.

**4.2.4 Destilación al vacío.** La destilación al vacío es una de las operaciones unitarias más importantes dentro del proceso, porque permite recuperar una fracción del solvente fresco que se alimenta al extractor reduciendo en una parte los costos de solvente fresco. Otra razón por la que se seleccionó este tipo de destilación fue por motivos de seguridad ya que el lactato de etilo es inflamable<sup>154</sup>.

Para el presente trabajo se realizó una destilación al vacío para recuperar el agente de extracción y la fase móvil que se utilizó en la etapa de purificación de cafeína.

---

<sup>153</sup> BI, Wentao; ZHOU, Jun and ROW, Kyung. Decaffeination of coffee bean waste by solid-liquid extraction. Korean Journal of Chemical Engineering, [en línea]. 2011, 28(1), pp. 221-224. [Consultado 26 de agosto 2019] ISSN 0256-1115 Disponible en: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11814-010-0264-x>

<sup>154</sup> Chemical Book. [sitio web]. [Consulta: 21 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty\\_EN\\_CB5292231.htm](https://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty_EN_CB5292231.htm)

**4.2.5 Rotaevaporador.** Según lo mencionado en el **numeral 4.2.4**, se debe de utilizar un rotaevaporador con el objetivo de recuperar la fracción faltante de solvente.

**4.2.6 Horno de secado.** Tras recuperar el agente de extracción, se obtiene la cafeína cruda que aun contiene humedad, por lo tanto, se debe secar en un horno para así evitar la disolución en el mezclado con la fase móvil que se utilizó para purificar la cafeína, como se describió en el **numeral 3.4.2**.

**4.2.7 Tanque de mezclado.** Previamente a la purificación de la cafeína por medio de una adsorción, se debe disolver el extracto de cafeína impura dentro de la fase móvil en un tanque con agitación con la finalidad de disolver completamente la cafeína cruda, evitando la formación de una torta en la superficie del lecho empacado de la torre de adsorción.

**4.2.8 Adsorción de lecho fijo empacada.** Finalmente, la operación unitaria que aumenta el valor de la cafeína es la adsorción. Según los resultados proporcionados en el **numeral 3.4.2** se escogió una adsorción de lecho empacado con silicagel porque este adsorbente retiene gran parte de las impurezas con las que sale el extracto de cafeína cruda.

**4.2.9 Mezcladores y divisores.** La recirculación y divisiones de corrientes se puede llevar a cabo mediante el control de apertura de válvulas de tres pasos dado que este instrumento permite disminuir costos, a cambio de utilizar tanques de almacenamientos que actúen como mezcladores.

### 4.3 ESCALAMIENTO DEL PROCESO

Con respecto a los flujos de másicos obtenidos de los balances de materia para cada operación unitaria seleccionada se aplicó la técnica de escalamiento **“Up-scaling”**<sup>155</sup>, la cual consiste en multiplicar las ecuaciones de balance de materia por un factor de escala de acuerdo con la cantidad de materia prima disponible y producto a producir. Dentro del presente diseño de proceso se utilizó un factor de escala para la producción de 0.5 kg de cafeína pura.

Al aplicar el factor de escalamiento a todas las ecuaciones de balance de materia de tal forma que se satisfaga la producción de 0.5kg de cafeína pura y la cantidad de materia prima disponible, se obtiene una nueva tabla de balance de materia para el café gastado (**Tabla 25**) y pulpa de café (**Tabla 26**).

---

<sup>155</sup> Roberto A. Gonzalez-Castellanos. Principios Básicos De Escalado. [en línea]. 1ª ed. Cuba, 2018. 139 pp. [Consulta: 14 de octubre de 2019] ISBN 959-16-0112-3 Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/325908683\\_Principios\\_Basicos\\_de\\_Escalado](https://www.researchgate.net/publication/325908683_Principios_Basicos_de_Escalado)

Teniendo en cuenta las operaciones unitarias seleccionadas y los balances de materia a escala laboratorio (**Tablas 23 y 24**) y escala banco (**Tablas 25 y 26**) se puede inferir que la cantidad de materia prima requerida para la obtención de cafeína a partir de la pulpa de café siempre será inferior que para el café gastado, dado que el contenido de cafeína total en la pulpa es mucho mayor que en la borra de café.

**4.3.1 Estimación de tamaño de equipos.** La estimación de los tamaños de equipos es el penúltimo paso previo a la distribución en planta de las operaciones unitarias, puesto que se podrían realizar ajustes del diagrama de flujo debido a la capacidad tanto en volumen como masa de los equipos seleccionados.

De acuerdo con el balance de materia de la escala banco presentadas en las **Tablas 25 y 26**, se estimó los tamaños de los equipos junto a sus especificaciones técnicas (**Anexo R**) requeridas para cumplir con el objetivo de producir 0.5kg de cafeína pura.

**4.3.2 Balance de capacidad instalada.** A partir de los tamaños de los equipos especificados en el **Anexo R**, la **Ecuación 16**, el diagrama de flujo híbrido de cada residuo procesado y un factor de servicio de 365 días/año, se determinó mediante un balance del uso de la capacidad instalada que la cantidad de cafeína a producir es de 2000 g/día. Estos resultados se pueden observar en el **Anexo S**.

**Ecuación 16.** Producción diaria de CAF.

$$PD = \frac{CAF_P}{t_{OU}} * FS$$

Fuente: elaboración propia.

Donde:

PD: producción diaria

CAF<sub>P</sub>: cantidad de cafeína procesada (g)

t<sub>OP</sub>: tiempo de operación de cada operación unitaria (h)

**Tabla 25.** Balance de materia para la extracción de cafeína a partir de PC escala banco.

Corriente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Temperatura (°C)	20	20	20	37	20	20	20	20	20	20	20	20	2	20	20	20	20	20
Presión (mmHg)	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560
Flujo másico (Kg)	145.42	3002.19	145.42	3147.61	144.78	3002.82	2259.89	742.93	742.30	0.6350	1174.60	1175.24	0.1350	1175.10	1020.65	154.453	153.95	0.5
Fracción másica de Componente																		
MtOH + ACA	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0.9994	0	0.9995	1	0.9967	1	0
LE + W	0	1	0	0.9537	0	0.9997	1	0.9991	1	0	0	1	0	0	0	0	0	0
CAF	0	0	0	0.0002	0	0.0002	0	0.0008	0	1	0	0.0005	0	0.0004	0	0.0032	0	1
PC	1	0	1	0.0459	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 26.** Balance de materia para la extracción de cafeína a partir de CG escala banco.

Corriente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
Temperatura (°C)	20	20	37	20	20	20	20	20	20	20	20	2	20	20	20	20	20
Presión (mmHg)	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560	560
Flujo másico (Kg)	3263.58	158.08	3421.66	157.43	3264.23	2456.65	807.58	806.93	0.65	1276.87	1277.52	0.15	1277.37	1109.52	167.85	167.35	0.5
Fracción másica de Componente																	
MtOH + ACA	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0.9994	0	0.9996	1	0.9970	1	0
LE + AA	1	0	0.9537	0	0.9998	1	0.9991	1	0	0	1	0	0	0	0	0	0
CAF	0	0	0.0001	0	0.0001	0	0.0008	0	1	0	0.0005	0	0.0003	0	0.0029	0	1
PC	0	1	0.0460	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Fuente: elaboración propia.

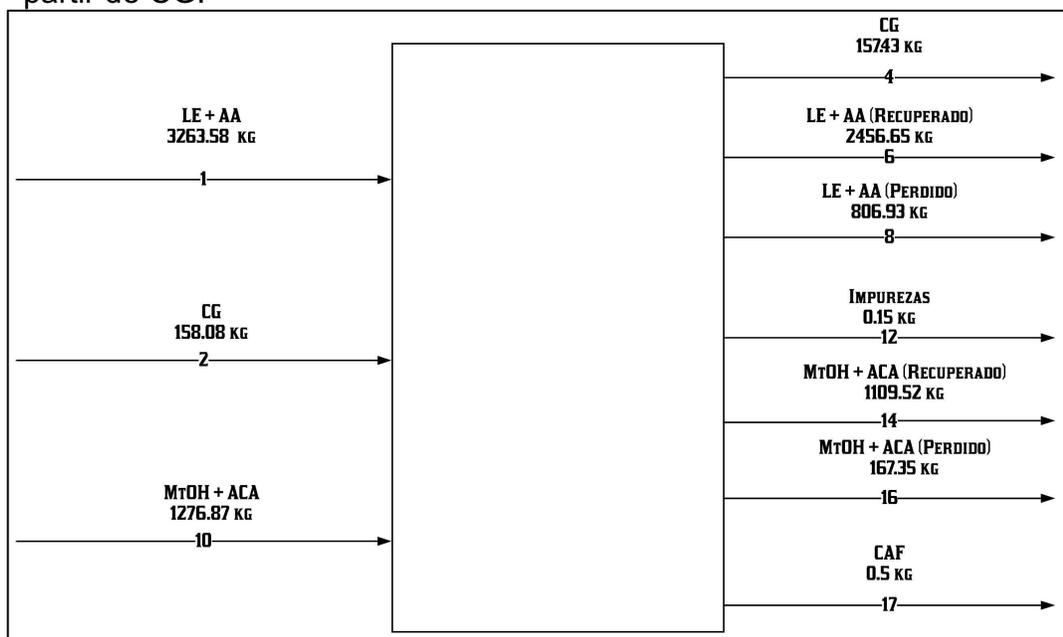
#### 4.4 DISTRIBUCIÓN EN PLANTA

Para culminar con la distribución en planta del presente proceso a escala banco, se tomaron en cuenta los balances de materia de la extracción de cafeína a partir de café gastado y pulpa de café (**Tablas 25 y 26**) teniendo en cuenta las capacidades de los equipos seleccionados que se pueden detallar en el **Anexo R**.

A continuación, se presenta el diagrama de entrada y salida, y diagrama de bloques para cada residuo utilizado que servirá como boceto base para plasmar el diagrama de flujo de procesos.

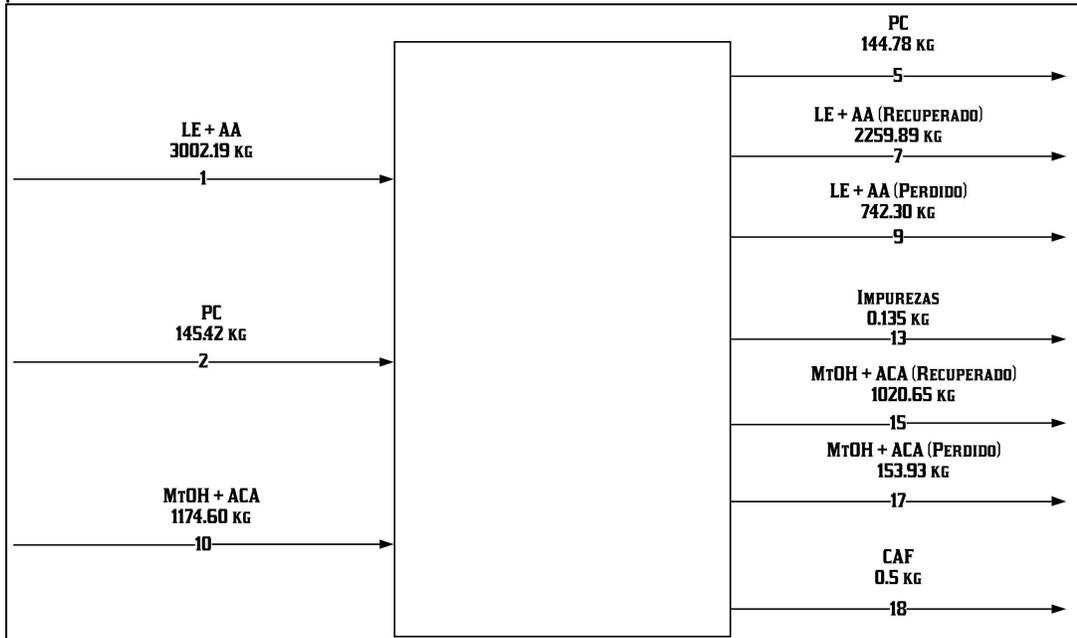
**4.4.1 Diagrama de entrada y salida.** Teniendo en cuenta el diagrama de flujo híbrido para la extracción y purificación de cafeína partiendo de los residuos seleccionados descrito en el **numeral 4.1.1** del presente trabajo, se elaboraron los diagramas de entradas y salidas (**Figuras 26 y 27**) para estos residuos agroindustriales.

**Figura 25.** Diagrama de entradas y salidas para la obtención de cafeína a partir de CG.



Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE Ludichart.

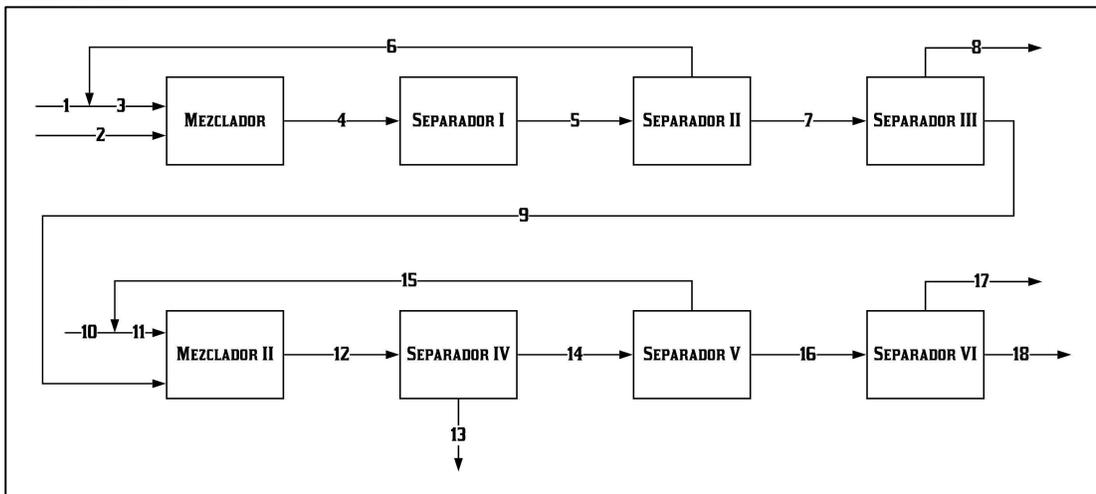
**Figura 26.** Diagrama de entradas y salidas para la obtención de cafeína a partir de PC.



Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE Ludichart.

**4.4.2 Diagrama de bloques.** Mediante los diagramas de flujos híbridos que se detallan en las **Figura 24 y 25**, se construyó únicamente un diagrama de bloques (**Figura 28**) para el proceso de obtención de cafeína a partir de pulpa de café y café gastado, por lo que estos residuos presentaron las mismas unidades de procesos.

**Figura 27.** Diagrama de bloques para la extracción y purificación de cafeína.



Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE Ludichart.

**4.4.3 Diagrama de flujo de proceso (PFD).** Para finalizar con el diseño conceptual del proceso se construyó un diagrama de flujo de procesos para cada residuo evaluado (**Figuras 29 y 30**) con sus respectivas operaciones unitarias seleccionadas bajo las indicaciones de la norma ISO 10628.

De acuerdo con la norma ISO 10628 se codificaron las operaciones unitarias que se presentaron dentro de los diagramas de flujo de proceso. Esta codificación, además de poder ser apreciada dentro de los diagramas de flujo de proceso, también se puede detallar mediante las **Tablas 27, 28 y 29**.

**Tabla 27.** Codificación de operaciones unitarias zona adecuación de MP y extracción.

Codificación (XX-YYY)	Equipo
A-101	Divisor
A-102	
AU-101	Extractor de Ultrasonido
AU-102	
F-101	Filtrador de Membranas
R-101	Mezclador
R-102	
Z-101	Trituradora de Discos

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 28.** Codificación de operaciones unitarias zona adecuación recuperación de solvente de extracción.

Codificación (XX-YYY)	Equipo
A-201	Divisor
A-202	
AA-201	Rotaevaporador
D-201	Horno
K-201	Columna de Destilación al Vacío
R-201	Mezclador
R-202	

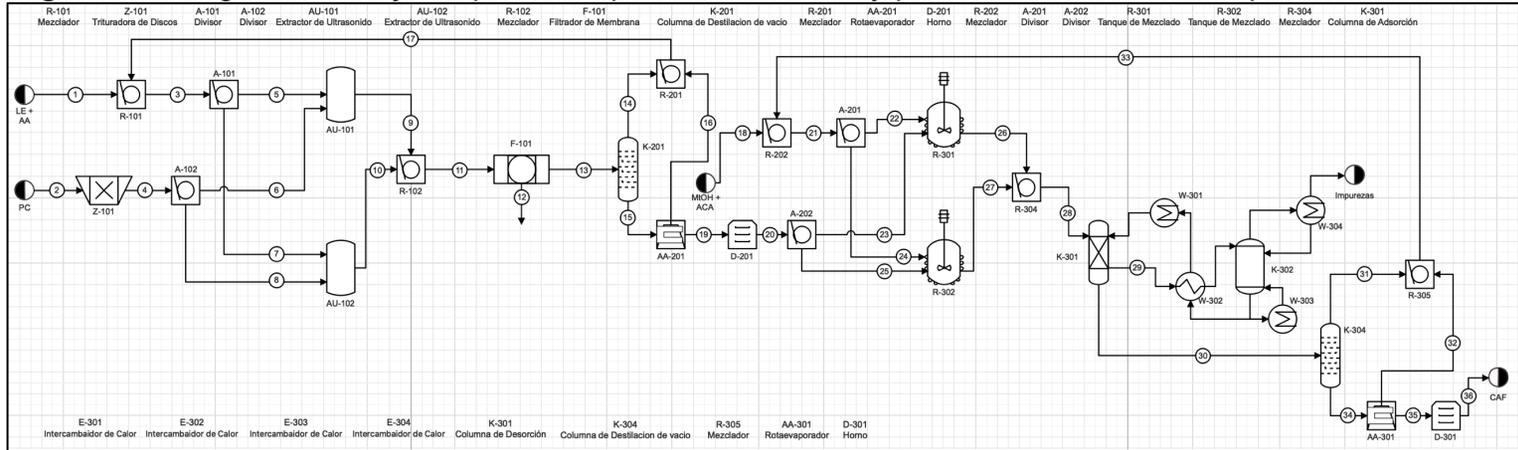
Fuente: elaboración propia.

**Tabla 29.** Codificación de operaciones unitarias zona adecuación recuperación de solvente de extracción.

Codificación (XX-YYY)	Equipo
AA-301	Rotaevaporador
D-301	Horno
K-303	Columna de Destilación al Vacío
K-301	Torre de Adsorción
K-302	
R-303	Mezclador
R-304	Mezclador
R-301	Tanque de Mezclado
R-302	Tanque de Mezclado
W-301	Intercambiador de Calor
W-302	Intercambiador de Calor
W-303	Intercambiador de Calor
W-304	Intercambiador de Calor

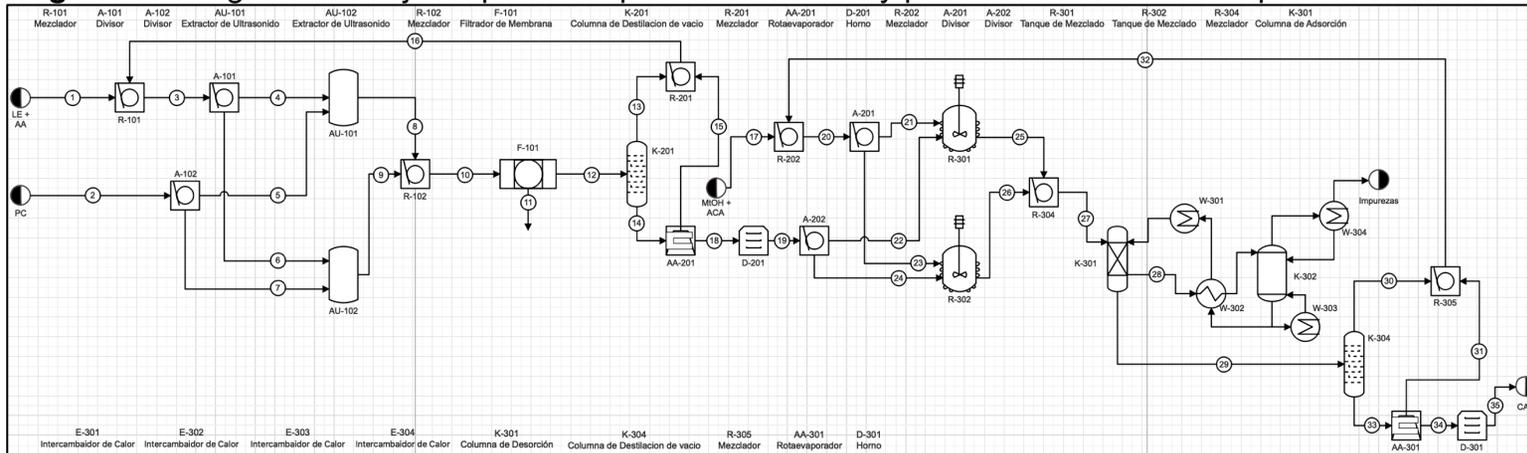
Fuente: elaboración propia.

**Figura 28.** Diagrama de flujo de procesos para la extracción y purificación de cafeína a partir de PC.



Fuente: elaboración propia con base en: SOFTWARE EdrawMax.

**Figura 29.** Diagrama de flujo de procesos para la extracción y purificación de cafeína a partir de CG.



Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE EdrawMax

## 5. ANÁLISIS DE COSTOS

Finalmente, luego de tener el diseño conceptual escalado y las especificaciones técnicas de los equipos requeridos, se debe estimar el costo asociado al proceso con la finalidad de conocer la inversión requerida para una futura implementación de la planta del proceso. Por esta razón, en este último capítulo se estimaron los costos de las materias primas, operaciones unitarias, transportes de los equipos y del producto a fabricar, a partir de la producción diaria de cafeína y el factor de servicio que se pueden apreciar en el **numeral 4.3.2**.

### 5.1 COSTOS DE MATERIAS PRIMAS

Los costos de las materias primas requeridas para la obtención de cafeína se estimaron por medio de un motor de búsqueda de productos químicos<sup>156</sup> y el acueducto<sup>157</sup>; empresa de prestación de servicio de agua. Algunos de estos costos se estimaron en dólares americanos (USD) y otros en pesos colombianos (COP). Por tal motivo se convirtieron los USD a COP de acuerdo con la tasa actual de cambio (1 USD = 3450 COP). Los costos totales de las materias primas se pueden detallar en las **Tablas 30 y 31** teniendo en cuenta el tiempo de producción por lote de cafeína y el factor de servicio.

**Tabla 30.** Costo total de materias primas utilizando la PC como MP.

Reactivo	Cantidad Requerida (kg)	Valor por Unidad (USD/Ton)	Valor Total (USD)
Lactato de Etilo	1137	1000	1137
Metanol	1116	349	389.48
Ácido Acético	59	300	17.70
Silicagel	730	5000	3650
Pulpa de Café	146	N/A	N/A
<b>Total</b>			<b>5194.18</b>

Reactivo	Cantidad Requerida (m <sup>3</sup> )	Precio por Unidad (COP/m <sup>3</sup> )	Costo (COP)
Agua	1.872	3878.51	7260.57
<b>Total</b>			<b>7260.57</b>

Costo Total de MP por lote (COP)	17,928,065.87
Costo Total de MP Anual (COP)	3,227,051,856.78

Fuente: elaboración propia con base en Chembid. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: <https://www.chembid.com/en/>

<sup>156</sup> Chembid. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: <https://www.chembid.com/en/>

<sup>157</sup> Acueducto. [sitio web]. Bogotá, tarifas acueducto y alcantarillado Bogotá año 2019. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: <https://www.acueducto.com.co/wps/portal/EAB>

**Tabla 31. Costo total de materias primas utilizando la CG como MP.**

Reactivo	Cantidad Requerida (kg)	Valor por Unidad (USD/Ton)	Valor Total (USD)
Lactato de Etilo	1236	1000	1,236.00
Metanol	1214	349	423.69
Ácido Acético	64	300	19.20
Silicagel	791	5000	3955
Café Gastado	159	N/A	N/A
<b>Total</b>			<b>5,633.89</b>

Reactivo	Cantidad Requerida (m <sup>3</sup> )	Precio por Unidad (COP/m <sup>3</sup> )	Costo (COP)
Agua	2.1	3878.51	8,144.87
<b>Total</b>			<b>8,144.87</b>

Costo Total de MP por lote (COP)	19,445,065.4
Costo Total de MP Anual (COP)	3,500,111,766.60

Fuente: elaboración propia con base en Acueducto. [sitio web]. Bogotá, tarifas acueducto y alcantarillado Bogotá año 2019. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: <https://www.acueducto.com.co/wps/portal/EAB>

## 5.2 COSTO DE OPERACIONES UNITARIAS

De acuerdo con las especificaciones técnicas de los equipos que se establecieron bajo el escalado del proceso, teniendo en cuenta los balances de materia, se estimaron los costos de los equipos requeridos (**Tabla 32**).

**Tabla 32. Costos totales de equipos.**

Tipo de Equipo	Unidades Requeridas	Precio por Unidad (USD)	Valor Total (USD)
Trituradora de Discos	1	10,000.00	10,000.00
Extractor de Ultrasonido	2	470,000.00	940,000.00
Filtrador de Membranas	1	50,000.00	50,000.00
Destilador al Vacío	2	150,000.00	300,000.00
Horno de Secado	2	5,000.00	10,000.00
Tanque con Agitación	2	20,000.00	40,000.00
Rotaevaporador	2	6,000.00	12,000.00
Columna de Adsorción	1	4,500.00	4,500.00
Mezclador/Divisor	10	3,930.00	39,300.00
<b>Costo Total (USD)</b>			<b>1,393,800.00</b>
<b>Costo Total (COP)</b>			<b>4,850,010,000.00</b>

Fuente: elaboración propia con base en Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: <https://www.alibaba.com>

**5.2.1 Costos de transporte de equipos.** Dado que todos los equipos requeridos para poner en funcionamiento la planta de producción de cafeína son de origen chino y americano, se estimaron los costos de transporte (**Tabla 33**) de ellos a Colombia con destino final a Bogotá D.C.

**Tabla 33.** Costos de transporte de equipos.

Tipo de Equipo	Peso por Equipo (Ton)	Peso Total de Equipo (Ton)	Tipo de Transporte	Primera Escala	Costo de Primera Escala (USD)	Segunda Escala	Costo de Segunda Escala (USD)
Trituradora de Discos	1	1					
Extractor de Ultrasonido	4	8					
Filtrador de Membranas	8	8					
Destilador al Vacío	2	4	Marítimo-Terrestre	Shanghái, China - Cartagena, Colombia	3,214.00	Cartagena, Colombia - Bogotá D.C	992.00
Horno de Secado	4	8					
Tanque con Agitación	4	8					
Rotaevaporador	0.18	0.36					
Columna de Adsorción	4	4					
Mezclador/Divisor	0.44	4.44	Marítimo-Terrestre	Newark, Estados Unidos - Cartagena, Colombia	1,577.00	Cartagena, Colombia - Bogotá D.C	145.00
Peso Total (Ton)	45.80						
Costo Total sin Arancel	5,928.00						
Costo Total con Arancel (USD)	215,887.20						
Costo Total con Arancel (COP)	744,810,840.00						

Fuente: elaboración propia con base en World Freight Rates. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: <https://worldfreightrates.com/freight>

### 5.3 INGRESOS POR VENTA DEL PRODUCTO

Con base en los rangos de precios establecidos dentro del mercado<sup>158</sup> de la cafeína según su grado de pureza y aplicación, se fijó un precio de venta de la cafeína a 31 UDS/gramo. A partir del precio de venta fijado se estimaron las ganancias anuales con base en la cantidad de cafeína producida mensualmente (**Tabla 34**).

**Tabla 34.** Ingreso anual de cafeína producida.

Producto	Precio por Unidad (USD/g)	Cantidad Producida diaria (g)	Precio por Lote (USD)
Cafeína	31	2000	62,000.00 (USD)
Total, Producido Mensual (kg)	60		
Ganancia Anual (USD)	22,320,000.00		
Ganancia Anual (COP)	77,004,000,000.00 (COP)		

Fuente: elaboración propia con base en Chembid. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: <https://www.chembid.com/en/>

<sup>158</sup> Chembid. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: <https://www.chembid.com/en/>

## 5.4 COSTO TOTAL DEL PROCESO

A partir de todos los costos estimados anteriormente para iniciar el proceso de extracción y purificación de cafeína, se estimó el costo total neto del proceso utilizando como materia prima la pulpa de café y el café gastado (**Tablas 35 y 36**).

**Tabla 35.** Costo total de inversión utilizando PC como materia prima.

Costo Total de Transporte de Operaciones Unitarias	744,810,840.00 (COP)
Costo Total de Operaciones Unitarias	4,850,010,000.00 (COP)
Costo Total de MP Anual	3,227,051,856.78 (COP)
Costo Total Neto	8,821,872,697.78 (COP)

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 36.** Costo total de inversión utilizando CG como materia prima.

Costo Total de Transporte de Operaciones Unitarias	744,810,840.00 (COP)
Costo Total de Operaciones Unitarias	4,850,000,000.00 (COP)
Costo Total de MP Anual	3,500,111,766.60 (COP)
Costo Total Neto	9,094,922,606.60 (COP)

Fuente: elaboración propia.

Como resultado general se obtuvo que el costo total de inversión para extraer y purificar la cafeína utilizando la pulpa de café o café gastado como materia prima es de aproximadamente 8.8 - 9.1 mil millones de pesos colombianos (COP), lo cual es una inversión bastante elevada. A pesar de ser una alta inversión, los ingresos anuales de acuerdo con el precio de venta de la cafeína son aproximadamente de 77 mil millones de pesos colombianos (COP), por esta razón la ejecución de este proyecto a escala banco resultaría prometedor, pero habría otros factores económicos (costos energéticos, personal, etc.) que se deben de tener en cuenta para su futura implementación.

## 6. CONCLUSIONES

- Se analizó el contenido de cafeína de la cáscara de cereza, del café gastado, del café verde y de la pulpa de café, obteniendo los siguientes valores: 3.064 mgCAF/gBS, 8.754 mgCAF/gBS, 10.147 mgCAF/gBS y 23.764 mgCAF/gBS respectivamente, por lo que se encontró que los valores obtenidos están por encima de los rangos de los autores consultados. Por esta razón se seleccionó la pulpa de café y el café gastado empleando una matriz multicriterio, teniendo en cuenta la concentración de polifenoles, valorización, disponibilidad, facilidad de extracción y su concentración de cafeína.
- Se seleccionó el método de extracción asistida por ultrasonido utilizando una matriz Pugh con base en las condiciones de operación, rendimiento de extracción, costos y disponibilidad de equipos. Empleando un diseño central compuesto, se evaluó el efecto de la temperatura y del tiempo de extracción manteniendo la relación sólido/solvente constante en una proporción de 1/20 g/ml sobre los contenidos de cafeína de los extractos, encontrando que los valores óptimos estaban a 37°C y 312 minutos, logrando un rendimiento de extracción para el café gastado y la pulpa de café de 90.04% y 83.30% respectivamente. Sumado a esto se seleccionó el método de purificación de cromatografía líquida en columna por medio de una matriz Pugh teniendo en cuenta la facilidad de separación, costos, uso de equipo y rendimiento obteniendo una pureza para la pulpa de café y el café gastado de 98.43% y 98.76% respectivamente.
- A partir de los balances de materia, se realizó un diseño conceptual del proceso de extracción y purificación de cafeína a escala banco mediante la técnica *up-scaling*, en donde se evidenció que utilizando la pulpa de café como materia prima se requiere de una operación unitaria adicional que al utilizar el café gastado como fuente principal para la obtención de cafeína debido a que la reducción del tamaño de partícula aumenta el proceso de transferencia de masa.
- Se estimó el costo de una planta química con una capacidad de producción de 60kg/mes con unos costos fijos utilizando como materia prima pulpa de café y café gastado aproximadamente de \$8.9 mil millones (COP) y \$9.1 mil millones (COP) respectivamente, en donde se detalló que el costo fijo total utilizando café gastado es más alto que al utilizar la pulpa de café debido a que se requieren mayores cantidades de reactivos para cumplir con la capacidad de producción.

## 7. RECOMENDACIONES

- Evaluar el rendimiento de extracción a diferentes proporciones de solvente fresco con solvente recirculado.
- Realizar la extracción de cafeína en contracorriente para optimizar la operación con el fin de reducir la cantidad de solvente, mejorando la concentración de la cafeína y, por consiguiente, reduciendo los costos de los equipos de extracción y separación subsecuentes.
- Realizar los balances de energía para una propuesta industrial y así poder determinar los costos variables del proceso.
- Identificar y cuantificar los compuestos que quedan atrapados en la matriz y también los residuos generados tras la extracción con el propósito de aprovecharlos dentro de un sistema de biorrefinería que integre el uso de toda la masa en diferentes subprocesos.

## BIBLIOGRAFÍA

Aisha, B. M. A Maidon; ATIKAH, Oesman Mansoer and HERMEN, Sulistyarti. Study Of Various Solvents For Caffeine Determination Using Uv Spectrophotometric . Journal of Applied Sciences Research, [en línea]. 2012, Periodicidad 8(5), pp. 2439-2442. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1819-544X Disponible en:[https://www.researchgate.net/publication/287767551\\_Study\\_of\\_various\\_solvents\\_for\\_caffeine\\_determination\\_using\\_UV\\_spectrophotometric](https://www.researchgate.net/publication/287767551_Study_of_various_solvents_for_caffeine_determination_using_UV_spectrophotometric)

Algerian market. Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, [en línea]. 2014, Periodicidad [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1876-1070 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1876107014000972>

ANDRADE, Kátia S., et al. Supercritical fluid extraction from spent coffee grounds and coffee husks: Antioxidant activity and effect of operational variables on extract composition. Talanta, [en línea]. 2012, Periodicidad 88pp. 544-552. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0039-9140 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0039914011010137>

ARIZA, Rafael R., et al. Study of the causes of direct-acting mutagenicity in coffee and tea using the Ara test in Salmonella typhimurium. Mutation Research - Fundamental and Molecular Mechanisms of Mutagenesis, [en línea]. 1988, Periodicidad 201(1), pp. 89-96. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0027-5107 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0027510788901145>

ARULRAJAH, Arul, et al. Spent coffee grounds as a non-structural embankment fill material: engineering and environmental considerations. Journal of Cleaner Production, [en línea]. 2014, Periodicidad 72pp. 181-186. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0959-6526 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652614002315>

ASHIHARA, Hiroshi and CROZIER, Alan. Caffeine: a well known but little mentioned compound in plant science. Trends in Plant Science, [en línea]. 2001, Periodicidad 6(9), pp. 407-413. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1360-1385 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1360138501020556>

AZEVEDO, A. B. A. de, et al. Extraction of caffeine, chlorogenic acids and lipids from green coffee beans using supercritical carbon dioxide and co-solvents. Brazilian Journal of Chemical Engineering, [en línea]. 2008, Periodicidad 25(3), pp. 543-552. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0104-6632 Disponible en:[https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=dedup\\_wf\\_001::ef855d60db900a75cb54c787d0823bd5](https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=dedup_wf_001::ef855d60db900a75cb54c787d0823bd5)

BELAY, Abebe, et al. Measurement of caffeine in coffee beans with UV/vis spectrometer. Food Chemistry, [en línea]. 2008a, Periodicidad 108(1), pp. 310-315.

[Consultado dd/mm/aa] ISSN 0308-8146 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814607010308>

BELAY, Abebe, et al. Measurement of caffeine in coffee beans with UV/vis spectrometer. Food Chemistry, [en línea]. 2008b, Periodicidad 108(1), pp. 310-315. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0308-8146 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814607010308>

BERMEJO, David Villanueva, et al. Extraction of caffeine from natural matter using a bio-renewable agrochemical solvent. Food and Bioproducts Processing, [en línea]. 2013, Periodicidad 91(4), pp. 303-309. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0960-3085 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960308512001034>

BI, Wentao; ZHOU, Jun and ROW, Kyung. Decaffeination of coffee bean waste by solid-liquid extraction. Korean Journal of Chemical Engineering, [en línea]. 2011, Periodicidad 28(1), pp. 221-224. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0256-1115 Disponible en:<https://link.springer.com/article/10.1007/s11814-010-0264-x>

BRAVO, Jimena, et al. Influence of extraction process on antioxidant capacity of spent coffee. Food Research International, [en línea]. 2013, Periodicidad 50(2), pp. 610-616. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0963-9969 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0963996911002560>

CAETANO, N., et al. Valorisation of Spent Coffee Grounds: Production of Biodiesel via Enzymatic Catalysis with Ethanol and a Co-solvent. Waste and Biomass Valorization, [en línea]. 2017, Periodicidad 8(6), pp. 1981-1994. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1877-2641 Disponible en:<https://search.proquest.com/docview/1944820703>

CAMPA, C., et al. Trigonelline and sucrose diversity in wild Coffea species. Food Chemistry, [en línea]. 2004, Periodicidad 88(1), pp. 39-43. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0308-8146 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814604000585>

CAMPA, C., et al. Qualitative relationship between caffeine and chlorogenic acid contents among wild Coffea species. Food Chemistry, [en línea]. 2005, Periodicidad 93(1), pp. 135-139. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0308-8146 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814604007277>

CERVONE, H. Frank. Applied digital library project management. OCLC Systems & Services: International Digital Library Perspectives, [en línea]. 2009, Periodicidad 25(4), pp. 228-232. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1065-075X Disponible en:<https://search.proquest.com/docview/209782708>

CICCO, Nunzia, et al. A reproducible, rapid and inexpensive Folin–Ciocalteu micro-method in determining phenolics of plant methanol extracts. *Microchemical Journal*, [en línea]. 2009, Periodicidad 91(1), pp. 107-110. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0026-265X Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0026265X08001070>

CLIFFORD, M. N. and KAZI, T. The influence of coffee bean maturity on the content of chlorogenic acids, caffeine and trigonelline. *Food Chemistry*, [en línea]. 1987, Periodicidad 26(1), pp. 59-69. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0308-8146 Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0308814687901671>

CORRÊA, J. L. G., et al. Drying of spent coffee grounds in a cyclonic dryer. *Coffee Science*, [en línea]. 2013, Periodicidad 9(1), pp. 65-74. [Consultado dd/mm/aa] Disponible en: [https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=od\\_3056::1048532a\\_cbf559eeb900114ac60aab27](https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=od_3056::1048532a_cbf559eeb900114ac60aab27)

CRUZ, Rebeca, et al. Espresso Coffee Residues: A Valuable Source of Unextracted Compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, [en línea]. 2012, Periodicidad 60(32), pp. 7777-7784. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0021-8561 Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22812683>

DAWIDOWICZ, Andrzej L. and WIANOWSKA, Dorota. PLE in the analysis of plant compounds. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, [en línea]. 2005, Periodicidad 37(5), pp. 1161-1165. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0731-7085 Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15862700>

DE ARAUJO SAMPAIO, Daniela, et al. Aqueous two-phase (polyethylene glycol+sodium sulfate) system for caffeine extraction: Equilibrium diagrams and partitioning study. *The Journal of Chemical Thermodynamics*, [en línea]. 2016, Periodicidad 98pp. 86-94. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0021-9614 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021961416000811>

DE SENA, Amanda Reges; DE ASSIS, Sandra Aparecida and BRANCO, Alexandro. Analysis of theobromine and related compounds by reversed phase high-performance liquid chromatography with ultraviolet detection: an update. *Food Technology and Biotechnology*, [en línea]. 2011, Periodicidad 49(4), pp. 413-423. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1330-9862 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/929258969>

DICICCIO, Angela M., et al. Caffeine-catalyzed gels. *Biomaterials*, [en línea]. 2018, Periodicidad 170pp. 127-135. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0142-9612 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142961218302576>

DOBRINAS, S., et al. OPTIMIZATION OF A UV-VIS SPECTROMETRIC METHOD FOR CAFFEINE ANALYSIS IN TEA, COFFEE AND OTHER BEVERAGES. Scientific Study & Research: Chemistry & Chemical Engineering, [en línea]. 2014, Periodicidad 17(2), pp. 109-123. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1582-540X Disponible

en:<https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=doajarticles::fae10e604150cfd71424425821ff5d2b>

EDWARDS A., Quincy, et al. DISTRIBUTION OF CAFFEINE BETWEEN SELECTED WATER-ORGANIC SOLVENT MEDIA. International Journal of Chemical Science, [en línea]. 2015, Periodicidad 3(13), pp. 1218-1226. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0972-768X Disponible

en:<https://www.tsijournals.com/articles/distribution-of-caffeine-between-selected-waterorganic-solvent-media.pdf>

EPHREM G. DEMISSIE; GIRMA W. WOYESSA and ARAYASELASSIE ABEBE. UV/VIS SPECTROMETER DETERMINATION OF CAFFEINE IN GREEN COFFEE BEANS FROM HARARGHE, ETHIOPIA, USING BEER-LAMBERT'S LAW AND INTEGRATED ABSORPTION COEFFICIENT TECHNIQUES. Scientific Study & Research: Chemistry & Chemical Engineering, Biotechnology, Food Industry, [en línea]. 2016, Periodicidad 17(2), pp. 109-123. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1582-540X Disponible en: <https://doaj.org/article/d8c2132258714dbc8f60e85bcdbc3f93>

F Leifa; A Pandey and C R Soccol. Solid state cultivation--an efficient method to use toxic agro-industrial residues. Journal of Basic Microbiology, [en línea]. 2000, Periodicidad 40(3), pp. 187-197. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0233-111X Disponible en:<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/10957960>

F. Acevedo, et al. Bioactive Compounds of spent coffee grounds, a coffee industrial residue. Iii Symposium on Agricultural and Agroindustrial Waste Management, [en línea]. 2013, Periodicidad pp. 1-4. [Consultado dd/mm/aa] Disponible en:[http://www.sbera.org.br/3sigera/obras/in\\_sis\\_02\\_FranciscaAcevedo.PDF](http://www.sbera.org.br/3sigera/obras/in_sis_02_FranciscaAcevedo.PDF)

FERNANDES, A. S., et al. Impacts of discarded coffee waste on human and environmental health. Ecotoxicology and Environmental Safety, [en línea]. 2017, Periodicidad 141pp. 30-36. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0147-6513 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0147651317301446>

FERNÁNDEZ, P. L., et al. HPLC determination of catechins and caffeine in tea. Differentiation of green, black and instant teas. The Analyst, [en línea]. 2000, Periodicidad 125(3), pp. 421-425. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0003-2654 Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/10829341>

FOLMER, Britta. *Decaffeination-Process and Quality*. [en línea] En: PIETSCH, A. ed. The craft and science of coffee. 1st ed. Amsterdam:

Elsevier, 2017. pp.1-529 [Consulta: dd/mm/aa] ISBN 9780128035207 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128035207000104>

FRANCO RIBEIRO, Elisa; MORENO LUZIA, Débora Maria and JORGE, Neuza. Antioxidant compounds extraction from coffee husks: the influence of solvent type and ultrasound exposure time. *Acta Scientiarum. Technology*, [en línea]. 2019, Periodicidad 41(1), pp. e36451. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1806-2563 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/2194656125>

GALANAKIS, Charis M. *Extraction and Formulation of Bioactive Compounds*. [en línea] En: BELŠČAK-CVITANOVIC´, A. and KOMES, Draženka eds. *Handbook of Coffee Processing By-Products*. 1st ed. US: Academic Press, 2017. pp.106-107 [Consulta: dd/mm/aa] ISBN 0128112905 Disponible en: <https://www.elsevier.com/books/handbook-of-coffee-processing-by-products/galanakis/978-0-12-811290-8>

GEREMU, Melkayo; TOLA, Yetenayet and SUALEH, Abrar. Extraction and determination of total polyphenols and antioxidant capacity of red coffee (*Coffea arabica* L.) pulp of wet processing plants. *Chemical and Biological Technologies in Agriculture*, [en línea]. 2016, Periodicidad 3(1), pp. 1-6. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 2196-5641 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/1865240192>

GRAHAM, Michael and BRESSANI, Ricardo. *The by-Products of Coffee Berries*. [en línea] En: BRESSANI, R. ed. *Coffee Pulp Composition, Technology and Utilization*. Canada: The International Development Research Centre, 1979. pp.7-8 [Consulta: dd/mm/aa] Disponible en: <https://idl-bnc-idrc.dspacedirect.org/handle/10625/6006>  
GUPTA, Ashok and YAN, Denis S. *Mineral Processing Design and Operations*. San Diego, CA, USA: Elsevier Science, 2016. 57-58 p.

H. N. Wanyika, *et al.* Determination of caffeine content of tea and instant coffee brands found in the Kenyan market.

İÇEN, Hacer and GÜRÜ, Metin. Extraction of caffeine from tea stalk and fiber wastes using supercritical carbon dioxide. *The Journal of Supercritical Fluids*, [en línea]. 2009, Periodicidad 50(3), pp. 225-228. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0896-8446 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0896844609002095>

İÇEN, Hacer and GÜRÜ, Metin. Effect of ethanol content on supercritical carbon dioxide extraction of caffeine from tea stalk and fiber wastes. *The Journal of Supercritical Fluids*, [en línea]. 2010, Periodicidad 55(1), pp. 156-160. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0896-8446 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0896844610002536>

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Compendio de normas para trabajos escritos NTC-1486-6166. Bogotá D.C.: El instituto, 2018. ISBN 9789588585673 153p.

JAISAN, Chalalai; CHASE, Sarawut and PUNBUSAYAKUL, Niramol. ANTIOXIDANT AND ANTIMICROBIAL ACTIVITIES OF VARIOUS SOLVENTS EXTRACTS OF ARABICA COFFEE PULP . Journal on Processing and Energy in Agriculture, [en línea]. 2015, Periodicidad 50(19), pp. 224-227. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1821-4487 Disponible en:<http://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=RS2018000398>

JUN, Xi. Caffeine extraction from green tea leaves assisted by high pressure processing. Journal of Food Engineering, [en línea]. 2009, Periodicidad 94(1), pp. 105-109. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0260-8774 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0260877409001228>

K. Belguidoum, et al. HPLC coupled to UV–vis detection for quantitative determination of phenolic compounds and caffeine in different brands of coffee in the

KARMEE, Sanjib Kumar. A spent coffee grounds based biorefinery for the production of biofuels, biopolymers, antioxidants and biocomposites. Waste Management, [en línea]. 2018, Periodicidad 72pp. 240-254. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0956-053X Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X17307882>

LEE, Kyueun and SHIN, Han-Seung. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in commercial roasted coffee beans. Food Science and Biotechnology, [en línea]. 2010, Periodicidad 19(6), pp. 1435-1440. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1226-7708 Disponible en:[https://www.researchgate.net/publication/225799090\\_Determination\\_of\\_Polycyclic\\_Aromatic\\_Hydrocarbons\\_in\\_Commercial\\_Roasted\\_Coffee\\_Beans](https://www.researchgate.net/publication/225799090_Determination_of_Polycyclic_Aromatic_Hydrocarbons_in_Commercial_Roasted_Coffee_Beans)

LIU, Yongfeng, et al. Simultaneous purification of tea polyphenols and caffeine from discarded green tea by macroporous adsorption resins. European Food Research and Technology, [en línea]. 2014, Periodicidad 238(1), pp. 59-69. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1438-2377 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/1474531778>

LIU, Yongfeng, et al. Adsorption Characteristics of (-)-Epigallocatechin Gallate and Caffeine in the Extract of Waste Tea on Macroporous Adsorption Resins Functionalized with Chloromethyl, Amino, and Phenylamino Groups. Journal of Agricultural and Food Chemistry, [en línea]. 2012, Periodicidad 60(6), pp. 1555-1566. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0021-8561 Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22243478>

LOU, Zaixiang, et al. Removal of caffeine from green tea by microwave-enhanced vacuum ice water extraction. *Analytica Chimica Acta*, [en línea]. 2012, Periodicidad 716pp. 49-53. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0003-2670 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0003267011010385>

MAGALHÃES, Luís M., et al. Rapid assessment of bioactive phenolics and methylxanthines in spent coffee grounds by FT-NIR spectroscopy. *Talanta*, [en línea]. 2016, Periodicidad 147pp. 460-467. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0039-9140 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S003991401530388X>

MANALS-CUTIÑO, Enma M.; SALAS-TORT, Dolores and PENEDO-MEDINA, Margarita. Caracterización de la biomasa vegetal “cascarilla de café. *Tecnología Química*, [en línea]. 2018, Periodicidad pp. 169-181. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 2224-6185 Disponible en: [http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2224-61852018000100013&lng=en&tlng=en](http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2224-61852018000100013&lng=en&tlng=en)

MANIC, Marina S., et al. Solubility of high-value compounds in ethyl lactate: Measurements and modeling. *The Journal of Chemical Thermodynamics*, [en línea]. 2012, Periodicidad 48pp. 93-100. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0021-9614 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021961411004381>

MATA, Teresa M.; MARTINS, António A. and CAETANO, Nídia S. Bio-refinery approach for spent coffee grounds valorization. *Bioresource Technology*, [en línea]. 2018, Periodicidad 247pp. 1077-1084. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0960-8524 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852417316711>

MD M, Hossain and WEI E, Chong. A New Approach for Removal of Caffeine from Coffee using Sunflower Oil. *Proceedings of the World Congress on Engineering*, [en línea]. 2011, Periodicidad 3[Consultado dd/mm/aa] ISSN 2078-0958 Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/236680800\\_A\\_new\\_approach\\_for\\_removal\\_of\\_caffeine\\_from\\_coffee\\_using\\_sunflower\\_oil](https://www.researchgate.net/publication/236680800_A_new_approach_for_removal_of_caffeine_from_coffee_using_sunflower_oil)

MEINHART, Adriana Dillenburg, et al. Optimisation of a CE method for caffeine analysis in decaffeinated coffee. *Food Chemistry*, [en línea]. 2010, Periodicidad 120(4), pp. 1155-1161. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0308-8146 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814609013582>

MEYER, Veronika R. *Introduction*. [en línea] En: MEYER, V.R. ed. *Practical high performance liquid chromatography*. 3rd ed. Chichester: Wiley, 1999. pp.9-10 [Consulta: dd/mm/aa] ISBN 047198373X Disponible en: <https://www.wiley.com/en->

[co/Practical+High+Performance+Liquid+Chromatography,+5th+Edition-p-9780470682180](https://doi.org/10.1002/9780470682180)

MULLEN, W., et al. Polyphenolic and Hydroxycinnamate Contents of Whole Coffee Fruits from China, India, and Mexico. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, [en línea]. 2013, Periodicidad 61(22), pp. 5298-5309. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0021-8561 Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23650984>

MURTHY, Pushpa S. and MADHAVA NAIDU, M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review. *Resources, Conservation & Recycling*, [en línea]. 2012, Periodicidad 66pp. 45-58. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0921-3449 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921344912000894>

MUSSATTO, Solange I., et al. Extraction of antioxidant phenolic compounds from spent coffee grounds. *Separation and Purification Technology*, [en línea]. 2011, Periodicidad 83pp. 173-179. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1383-5866 Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1383586611005570>

MUSSATTO, Solange I., et al. Extraction of antioxidant phenolic compounds from spent coffee grounds. *Separation and Purification Technology*, [en línea]. 2011a, Periodicidad 83pp. 173-179. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1383-5866 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1383586611005570>

MUSSATTO, Solange I., et al. Extraction of antioxidant phenolic compounds from spent coffee grounds. *Separation and Purification Technology*, [en línea]. 2011b, Periodicidad 83pp. 173-179. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1383-5866 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1383586611005570>

MUSSATTO, Solange, et al. Production, Composition, and Application of Coffee and Its Industrial Residues. *Food and Bioprocess Technology*, [en línea]. 2011, Periodicidad 4(5), pp. 661-672. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1935-5130 Disponible en: <https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=od307::6ff743b392bf843f0d444f7cb77aa4f8>

NABAIS, Joao M. Valente, et al. Production of activated carbons from coffee endocarp by CO<sub>2</sub> and steam activation. *Fuel Processing Technology*, [en línea]. 2008, Periodicidad 89(3), pp. 262-268. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0378-3820 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0378382007002500>

NAIK, J. Pura and NAGALAKSHMI, S. Determination of Caffeine in Tea Products by an Improved High-Performance Liquid Chromatography Method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, [en línea]. 1997, Periodicidad 45(10), pp. 3973-

3975. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0021-8561 Disponible en:  
<https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/jf970147i>

Narasimharao Kondamudi; Susanta K Mohapatra and Mano Misra. Spent Coffee Grounds as a Versatile Source of Green Energy. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, [en línea]. 2008, Periodicidad 56(24), pp. 11757-11760. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0021-8561 Disponible en:  
<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/19053356>

OBRUCA, Stanislav, et al. Biotechnological conversion of spent coffee grounds into polyhydroxyalkanoates and carotenoids. *New BIOTECHNOLOGY*, [en línea]. 2015, Periodicidad 32(6), pp. 569-574. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1871-6784 Disponible en:  
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1871678415000333>

OESTREICH-JANZEN, S. Caffeine: Characterization and Properties. 2015. 556-572 p.

Olga Lucía Ocampo López and Lina María Álvarez Herrera. Tendencia de la producción y el consumo del café en Colombia. *Apuntes Del CENES*, [en línea]. 2017, Periodicidad 36(64), pp. 139-165. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0120-3053 Disponible en:  
<https://www.openaire.eu/search/publication?articleId=doajarticles::03cc9dcf367f2db0157efd9db06161ab>

ORTEGA-BARRALES, P.; PADILLA-WEIGAND,R. and MOLINA-DÍAZ,A. Simultaneous Determination of Paracetamol and Caffeine by Flow Injection-Solid Phase Spectrometry Using C18 Silica Gel as a Sensing Support. *Analytical Sciences*, [en línea]. 2002, Periodicidad 18(11), pp. 1241-1246. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0910-6340 Disponible en:  
<https://jlc.jst.go.jp/DN/JALC/00160316508?from=SUMMON>

OTSUKA, Yuta, et al. Quantification of Pharmaceutical Compounds Based on Powder X-Ray Diffraction with Chemometrics. *Chemical and Pharmaceutical Bulletin*, [en línea]. 2016, Periodicidad 64(8), pp. 1129-1135. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0009-2363 Disponible en:  
<https://jlc.jst.go.jp/DN/JLC/20023401967?from=SUMMON>

PANUSA, Alessia, et al. Recovery of natural antioxidants from spent coffee grounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, [en línea]. 2013, Periodicidad 61(17), pp. 4162-4168. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0021-8561 Disponible en:  
<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23577588>

PARK, H yong Seok, et al. Effect of mass transfer on the removal of caffeine from green tea by supercritical carbon dioxide. *The Journal of Supercritical Fluids*, [en

linea]. 2007, Periodicidad 42(2), pp. 205-211. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0896-8446 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S089684460700085X>

PEÑA AGUILAR, J. M., et al. Extracción y purificación de cafeína y ácido clorogénico de pulpa de beneficio húmedo de café. Investigación Y Desarrollo En Ciencia Y Tecnología De Alimentos, [en línea]. 2017, Periodicidad 2pp. 563-569. [Consultado dd/mm/aa] Disponible en: <http://www.fcb.uanl.mx/IDCyTA/files/volume2/3/10/92.pdf>

PERVA-UZUNALIĆ, Amra, et al. Extraction of active ingredients from green tea (Camellia sinensis): Extraction efficiency of major catechins and caffeine. Food Chemistry, [en línea]. 2006, Periodicidad 96(4), pp. 597-605. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0308-8146 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S030881460500261X>

Pham Thanh Quan, et al. Microwave-Assisted Extraction of polyphenols from fresh tea shoot. Tạp Chí Phát Triển Khoa Học, Tập, [en línea]. 2006, Periodicidad [Consultado dd/mm/aa] Disponible en: <http://catalog.hathitrust.org/Record/003824567>

PIETSCH, A., et al. Basic investigation of integrating a membrane unit into high-pressure decaffeination processing. Separation and Purification Technology, [en línea]. 1998, Periodicidad 14(1), pp. 107-115. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1383-5866 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1383586698000653>

PREEDY, Victor R. *The Coffee Plant and Beans: An Introduction*. [en línea] En: FARAH, A. and FERREIRA DOS SANTOS, Thiago eds. Coffee in Health and Disease Prevention. 1st ed. Amsterdam: Elsevier Acad. Press, 2010. pp.1-1046 [Consulta: dd/mm/aa] ISBN 0123744202 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/book/9780124095175/coffee-in-health-and-disease-prevention>

Anonymous PROCESS FOR PREPARATION OF CAFFEINE EXTRACT. Inventor(es): Anonymous Australia, WO 2015/184494 A1. 1-31.

Qais A. Nogaim, et al. The CHEMICAL COMPOSITION OF YEMENI GREEN COFFEE. Journal of Food Chemistry and Nutrition, [en línea]. 2013, Periodicidad 20(1), pp. 42-48. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 2307-4124 Disponible en: <http://www.bibliothek.uni-regensburg.de/ezeit/?2725616>

RAHIM, A. A.; NOFRIZAL, S. and SAAD, Bahruddin. Rapid tea catechins and caffeine determination by HPLC using microwave-assisted extraction and silica monolithic column. Food Chemistry, [en línea]. 2014, Periodicidad 147pp. 262-268.

[Consultado dd/mm/aa] ISSN 0308-8146 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814613013964>

RAMALAKSHMI, K. and RAGHAVAN, B. Caffeine in Coffee: Its Removal. Why and How? *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, [en línea]. 1999, Periodicidad 39(5), pp. 441-456. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1040-8398 Disponible en: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/10408699991279231>

Ricardo Alonso Guevara-Barreto; José Jaime Castaño-Castrillón. CARACTERIZACIÓN GRANULOMÉTRICA DEL CAFÉ COLOMBIANO TOSTADO Y MOLIDO. [en línea]. *Periodicidad* pp. 5-18. [Consultado dd/mm/aa] Disponible en: <https://www.cenicafe.org/es/publications/arc056%2801%29005-018.pdf>

S. Boyadzhieva; G. ANGELOV, S. Georgieva and D. Yankov. Characterization of polyphenol content and antioxidant capacity of spent coffee grounds. *Bulgarian Chemical Communications*, [en línea]. 2018, Periodicidad 50(C), pp. 85-89. [Consultado dd/mm/aa] Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/326440815\\_Characterization\\_of\\_polyphenol\\_content\\_and\\_antioxidant\\_capacity\\_of\\_spent\\_coffee\\_grounds](https://www.researchgate.net/publication/326440815_Characterization_of_polyphenol_content_and_antioxidant_capacity_of_spent_coffee_grounds)

SALINAS-VARGAS, María E. and CAÑIZARES-MACÍAS, María P. On-line solid-phase extraction using a C18 minicolumn coupled to a flow injection system for determination of caffeine in green and roasted coffee beans. *Food Chemistry*, [en línea]. 2014, Periodicidad 147pp. 182-188. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0308-8146 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S030881461301399X>

SANTOS, Samuel B., et al. Selective partition of caffeine from coffee bean and guaraná seed extracts using alcohol-salt aqueous two-phase systems. *Separation Science and Technology*, [en línea]. 2016, Periodicidad 51(12), pp. 2008-2019. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0149-6395 Disponible en: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/01496395.2016.1199569>

SENOL, Aynur and AYDIN, Ahmet. Solid-liquid extraction of caffeine from tea waste using battery type extractor: Process optimization. *Journal of Food Engineering*, [en línea]. 2006, Periodicidad 75(4), pp. 565-573. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0260-8774 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0260877405003055>

SHALMASHI, A. and GOLMOHAMMAD, F. Solubility of caffeine in water, ethyl acetate, ethanol, carbon tetrachloride, methanol, chloroform, dichloromethane, and acetone between 298 and 323 K. [en línea]. 2010, Periodicidad 40pp. 283-285. [Consultado dd/mm/aa] Disponible en: <http://bibliotecadigital.uns.edu.ar/pdf/laar/v40n3/v40n3a12.pdf>

SHEHATA, A. B.; RIZK, M. S. and REND, E. A. Certification of caffeine reference material purity by ultraviolet/visible spectrophotometry and high-performance liquid chromatography with diode-array detection as two independent analytical methods. *Journal of Food and Drug Analysis*, [en línea]. 2016, Periodicidad 24(4), pp. 703-715. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1021-9498 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S102194981630093X>

Showkat Ahmad Bhawani; Sim Siong Fong and Mohamad Nasir Mohamad Ibrahim. Spectrophotometric Analysis of Caffeine. *International Journal of Analytical Chemistry*, [en línea]. 2015a, Periodicidad 2015pp. 1-7. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1687-8760 Disponible en: <https://www.hindawi.com/journals/ijac/2015/170239/>

Showkat Ahmad Bhawani; Sim Siong Fong and Mohamad Nasir Mohamad Ibrahim. Spectrophotometric Analysis of Caffeine. *International Journal of Analytical Chemistry*, [en línea]. 2015b, Periodicidad 2015pp. 170239-7. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1687-8760 Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1155/2015/170239/>

Silvia Barbero and Eleonora Fiore. THE FLAVOURS OF COFFEE GROUNDS: THE COFFEE WASTE AS ACCELERATOR OF NEW LOCAL BUSINESSES. *Annals of the Faculty of Engineering Hunedoara*, [en línea]. 2015, Periodicidad 13(1), pp. 57. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1584-2665 Disponible en: <https://search.proquest.com/docview/1655118064>

SINGH, PREM C., et al. THERMOPHYSICAL PROPERTIES OF FRESH AND ROASTED COFFEE POWDERS. En: *JOURNAL OF FOOD PROCESS ENGINEERING*. Feb.vol. 20, no. 1, p. 31-50

SOMNUK, Krit; EAWLEX, Pichai and PRATEEPCHAIKUL, Gumpon. Optimization of coffee oil extraction from spent coffee grounds using four solvents and prototype-scale extraction using circulation process. *Agriculture and Natural Resources*, [en línea]. 2017, Periodicidad 51(3), pp. 181-189. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 2452-316X Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2452316X17303393>

Anonymous Spectrophotometric Determination of Caffeine in Selected Pakistani Beverages. *Journal of Food Processing & Beverages*, [en línea]. 2017, Periodicidad 5(1), pp. 1-4. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 2332-4104

STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER- PART 1000 INTRODUCTION - SECTION 1010 INTRODUCTION. 2005.

SYAKFANAYA, Adisya Miftah; SAPUTRI, Fadlina Chany and MUNIM, Abdul. Simultaneously Extraction of Caffeine and Chlorogenic Acid from *Coffea canephora*

Bean using Natural Deep Eutectic Solvent-Based Ultrasonic Assisted Extraction. Pharmacognosy Journal, [en línea]. 2019, Periodicidad 11(2), pp. 267-271. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0975-3575 Disponible en:[https://www.researchgate.net/publication/330926950\\_Simultaneously\\_Extraction\\_of\\_Caffeine\\_and\\_Chlorogenic\\_Acid\\_from\\_Coffea\\_canephora\\_Bean\\_using\\_Natural\\_Deep\\_Eutectic\\_Solvent-Based\\_Ultrasonic\\_Assisted\\_Extraction](https://www.researchgate.net/publication/330926950_Simultaneously_Extraction_of_Caffeine_and_Chlorogenic_Acid_from_Coffea_canephora_Bean_using_Natural_Deep_Eutectic_Solvent-Based_Ultrasonic_Assisted_Extraction)

Tadelech Atomssa and A.V. Gholap. Characterization of caffeine and determination of caffeine in tea leaves using uv-visible spectrometer.

Tadelech Atomssa and A.V. Gholap. Characterization of caffeine and determination of caffeine in tea leaves using uv-visible spectrometer. African Journal of Pure and Applied Chemistry, [en línea]. 2011, Periodicidad 5(1), pp. 1-8. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1996-0840 Disponible en:[http://www.academicjournals.org/app/webroot/article/article1379502966\\_Atomsa%20and%20Gholap.pdf](http://www.academicjournals.org/app/webroot/article/article1379502966_Atomsa%20and%20Gholap.pdf)

TELLO, J.; VIGUERA, M. and CALVO, L. Extraction of caffeine from Robusta coffee (Coffea canephora var. Robusta) husks using supercritical carbon dioxide. The Journal of Supercritical Fluids, [en línea]. 2011, Periodicidad 59pp. 53-60. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0896-8446 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0896844611003032>

TOKIMOTO, Toshimitsu, et al. Removal of lead ions in drinking water by coffee grounds as vegetable biomass. Journal of Colloid and Interface Science, [en línea]. 2005, Periodicidad 281(1), pp. 56-61. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0021-9797 Disponible en:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021979704007969>

ULLAH, Sami. Qualitative and quantitative determination of caffeine by comparing its amount in variety of black and green tea leaves marketed in Quetta city. Pure and Applied Biology, [en línea]. 2015, Periodicidad 4(1), pp. 9-14. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 2304-2478 Disponible en:<https://search.proquest.com/docview/1666710650>

VARDON, Derek R., et al. Complete Utilization of Spent Coffee Grounds To Produce Biodiesel, Bio-Oil, and Biochar. ACS Sustainable Chemistry & Engineering, [en línea]. 2013, Periodicidad 1(10), pp. 1286-1294. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 2168-0485 Disponible en: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/sc400145w>

VINIEGRA-GONZ LEZ, G., et al. Biotechnological management of coffee pulp - isolation, screening, characterization, selection of caffeine-degrading fungi and natural microflora present in coffee pulp and husk. Applied Microbiology and Biotechnology, [en línea]. 1995, Periodicidad 42(5), pp. 756-762. [Consultado

dd/mm/aa] ISSN 0175-7598 Disponible en:  
<https://pubag.nal.usda.gov/catalog/1416959>

VITZTHUM, O. G. and CLARKE, R. J. *Technology II: Decaffeination of Coffee*. [en línea] En: HEILMANN, W. ed. *Coffee*. Oxford, UK: Blackwell Science Ltd, 2008. pp.108-124 [Consulta: dd/mm/aa] ISBN 9780632055531 Disponible en: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/9780470690499.ch5>

VUONG, Quan V. and ROACH, Paul D. Caffeine in Green Tea: Its Removal and Isolation. *Separation & Purification Reviews*, [en línea]. 2014, Periodicidad 43(2), pp. 155-174. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1542-2119 Disponible en: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/15422119.2013.771127>

WANG, Li, et al. Column-chromatographic extraction and separation of polyphenols, caffeine and theanine from green tea. *Food Chemistry*, [en línea]. 2012, Periodicidad 131(4), pp. 1539-1545. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0308-8146 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814611014063>

WELDEGEBREAL, Blen; REDI-ABSHIRO, Mesfin and CHANDRAVANSI, Bhagwan. Development of new analytical methods for the determination of caffeine content in aqueous solution of green coffee beans. *Chemistry Central Journal*, [en línea]. 2017, Periodicidad 11(1), pp. 1-9. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 1752-153X Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/29209861>

WITTIG, Ulrich. *Die Unternehmensentwicklung von Kraft Foods in Deutschland unter besonderer Berücksichtigung internationaler Akquisitionen zwischen 1978 und 1998*. Bielefeld University, 2007.

YISAK, Hagos; REDI-ABSHIRO, Mesfin and CHANDRAVANSI, Bhagwan Singh. Selective determination of caffeine and trigonelline in aqueous extract of green coffee beans by FT-MIR-ATR spectroscopy. *Vibrational Spectroscopy*, [en línea]. 2018, Periodicidad 97pp. 33-38. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0924-2031 Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924203118300936>

ZHANG, Xin, et al. Simultaneous Separation and Purification of Tea Bioactives from summer Green Tea by Column Chromatography. *Journal of the Chemical Society of Pakistan*, [en línea]. 2013, Periodicidad 35(5), pp. 1258-1267. [Consultado dd/mm/aa] ISSN 0253-5106 Disponible en: <https://www.jcsp.org.pk/PublishedVersion/9d202507-1b2e-4692-80b5-094149632e9eManuscript%20no%203%20Final%20gally%20proof%20of%209614%20XIAO%20XIONG.pdf>

# **ANEXOS**

## ANEXO A. TABLAS Y GRÁFICAS DE CARACTERIZACIÓN DE HUMEDAD DE LOS RESIDUOS DE CAFÉ

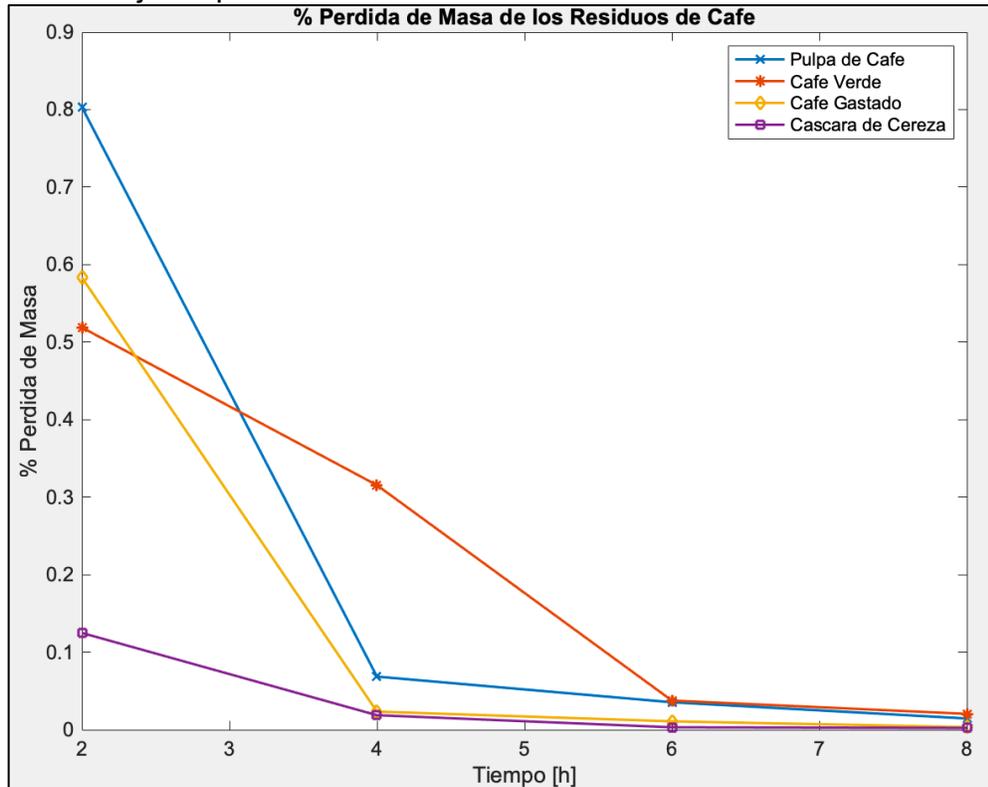
Porcentaje de pérdida de masa.

Tipo de Residuo	Repetición*			
	1	2	3	4
<b>CC</b>	12.48 ± 1.94%	1.87 ± 1.03%	0.31 ± 0.19%	0.23 ± 0.19%
<b>PC</b>	80.31 ± 2.18%	6.86 ± 5.45%	3.54 ± 0.69%	1.45 ± 1.02%
<b>CV</b>	51.88 ± 3.4%	31.55 ± 2.8%	3.76 ± 0.95%	2.05 ± 0.37%
<b>CG</b>	58.32 ± 0.99%	2.34 ± 0.1%	1.08 ± 0.54%	0.34 ± 0.24%

\*valor promedio ± desviación estándar.

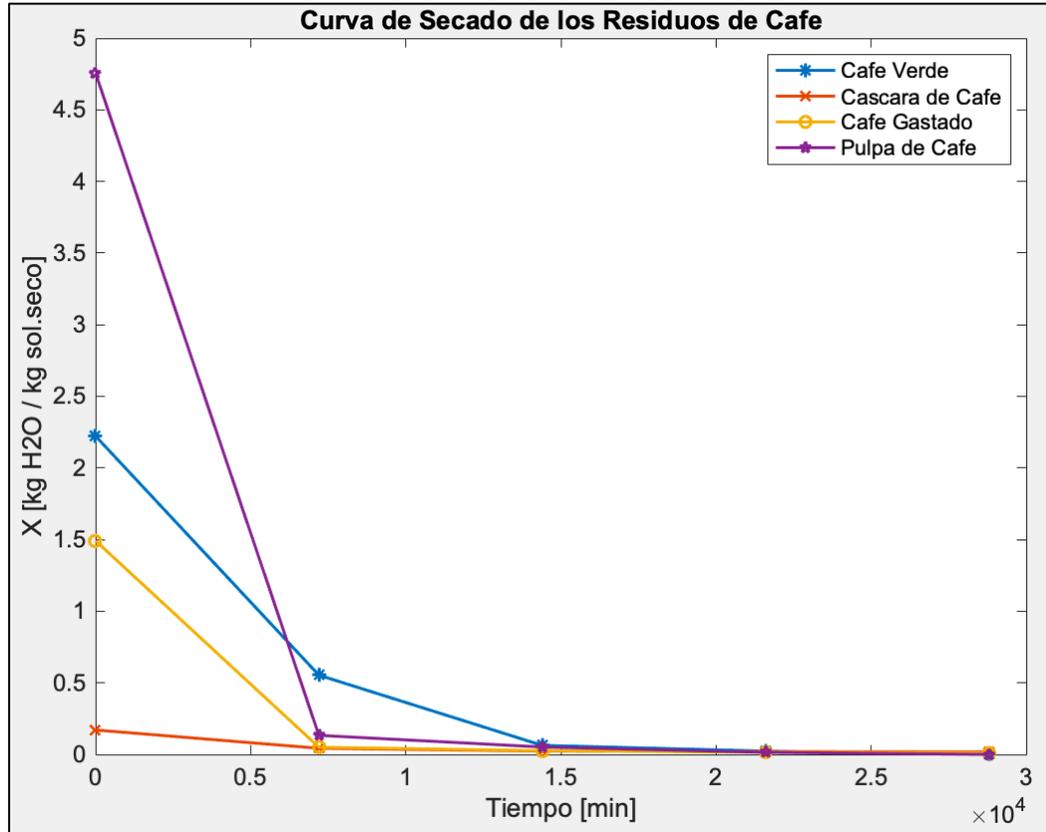
Fuente: Elaboración propia.

Porcentaje de pérdida de masa de los residuos de café.



Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

Curva de secado de los residuos de café.



Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

**ANEXO B.**  
**TABLAS Y GRÁFICAS DE CARACTERIZACIÓN DE TAMAÑO DE PARTICULA**

**Distribución granulométrica del café verde.**

No. Tamiz	Diámetro de Tamiz (µm)	% Acumulado	Peso de Tamiz Inicial (g)	Peso de Tamiz Final (g)	Diferencia	Acumulado	% Retenido
4	4750	29.74	525.00	583.20	58.20	58.20	29.74
10	2000	81.36	445.50	546.56	101.06	159.26	51.63
20	850	94.58	458.00	483.87	25.87	185.13	13.21
40	425	97.84	414.00	420.38	6.38	191.50	3.26
60	250	98.62	403.50	405.03	1.53	193.04	0.78
Fondos	0	100.00	307.00	309.70	2.70	195.74	1.38

Fuente: Elaboración propia.

**Distribución granulométrica de la pulpa de café.**

No. Tamiz	Diámetro de Tamiz (µm)	% Acumulado	Peso de Tamiz Inicial (g)	Peso de Tamiz Final (g)	Diferencia	Acumulado	% Retenido
4	4750	16.37	525.00	542.50	17.50	17.50	16.37
10	2000	73.41	445.50	506.50	61.00	78.50	57.05
20	850	93.98	458.00	480.00	22.00	100.50	20.57
40	425	98.19	414.00	418.50	4.50	105.00	4.21
60	250	99.19	403.50	404.56	1.06	106.06	1.00
Fondos	0	100.00	307.00	307.87	0.87	106.93	0.81

Fuente: Elaboración propia.

**Distribución granulométrica de café gastado**

No. Tamiz	Diámetro de Tamiz (µm)	% Acumulado	Peso de Tamiz Inicial (g)	Peso de Tamiz Final (g)	Diferencia	Acumulado	% Retenido
20	850	2.06	458.00	462.19	4.19	4.19	2.06
40	425	59.48	414.00	530.50	116.50	120.69	57.42
60	250	93.49	403.50	472.50	69.00	189.69	34.01
100	150	99.65	383.50	396.00	12.50	202.19	6.16
Fondos	0	100.00	307.00	307.70	0.70	202.89	0.35

Fuente: Elaboración propia.

Distribución granulométrica de cáscara de cereza

No. Tamiz	Diámetro de Tamiz (µm)	% Acumulado	Peso de Tamiz Inicial (g)	Peso de Tamiz Final (g)	Diferencia	Acumulado	% Retenido
4	4750	71.42	525.00	559.00	34.00	34.00	71.42
10	2000	96.63	445.50	457.50	12.00	46.00	25.21
20	850	99.43	458.00	459.34	1.34	47.34	2.80
Fondos	0	100.00	307.00	307.27	0.27	47.61	0.57

Fuente: Elaboración propia.

Parámetros de Gauss para los residuos de café.

Modelo de Ajuste de Gauss: $f(x) = a \cdot \exp(-((x-b)/c)^2)$				
Tipo de Residuo	Parámetros	Estimado	R <sup>2</sup>	R <sup>2</sup> Ajustado
CV	a	98.25	0.9996	0.9993
	b	131.8		
	c	4233		
PC	a	99.21	0.9999	0.9999
	b	71.47		
	c	3493		
CG	a	99.55	0.9998	0.9995
	b	161.7		
	c	365		
CC	a	99.43	1	N/A
	b	854.5		
	c	6772		

Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

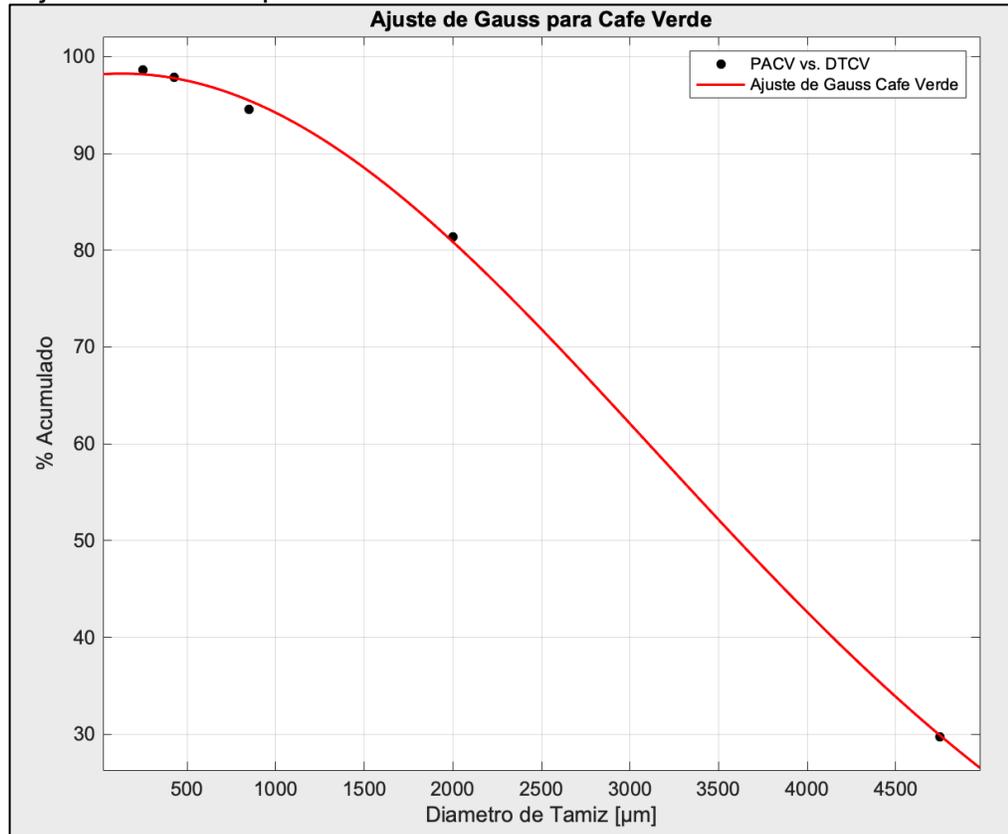
## Parámetros de Rosin-Rammler para los residuos de café.

Modelo de Ajuste Lineal:  $y \sim 1 + x_1$

Tipo de Residuo	Parámetros	Coeficientes Estimados				Coeficientes de Determinación	
		Estimado	SE	tStat	pValue	R <sup>2</sup>	R <sup>2</sup> Ajustado
CV	B	-12.94	0.81	-15.99	5.32E-04	0.983	0.977
	n	1.52	0.12	13.08	9.65E-04		
PC	B	-15.10	0.35	-42.62	2.88E-05	0.998	0.997
	n	1.84	0.05	36.16	4.65E-05		
CG	B	-21.16	2.73	-9.21	1.16E-02	0.973	0.96
	n	3.99	0.47	8.56	1.34E-02		
CC	B	-21.22	1.20	-17.70	3.59E-02	0.996	0.991
	n	2.37	0.16	15.09	4.21E-02		

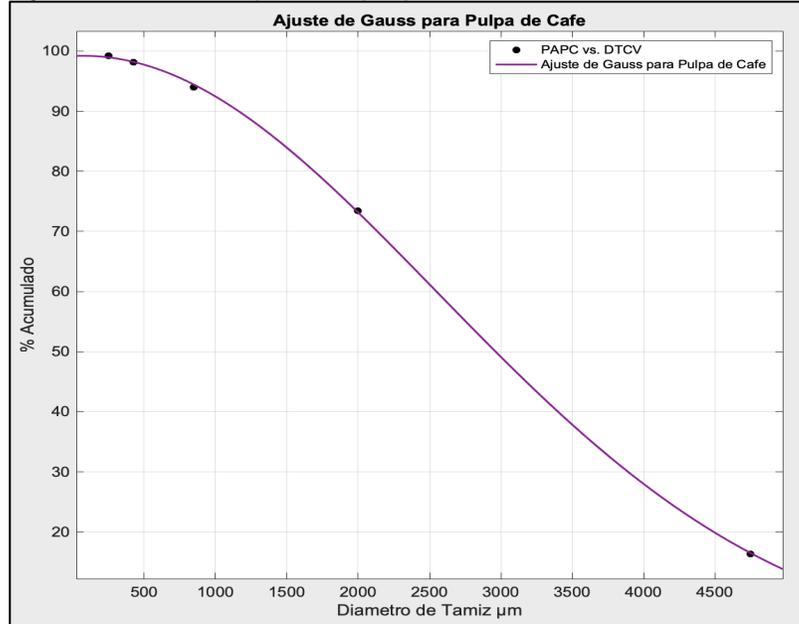
Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

## Ajuste de Gauss para el café verde.



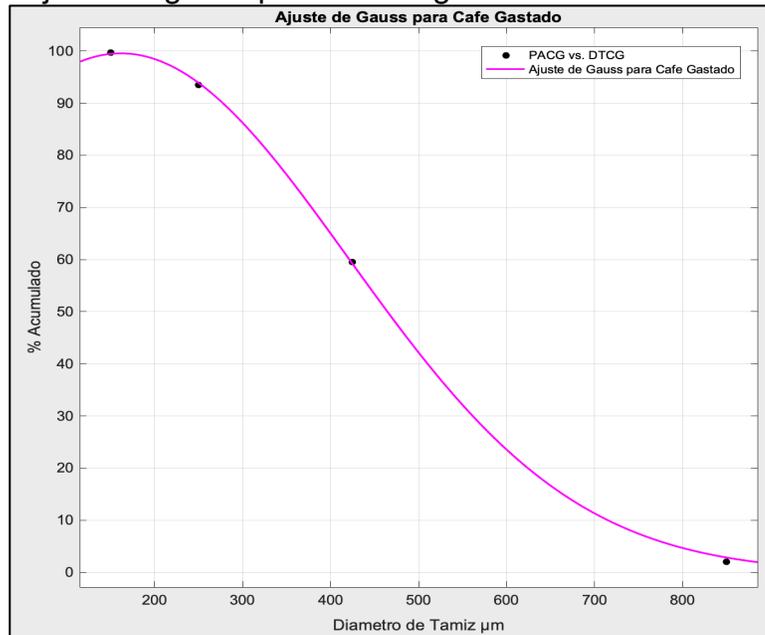
Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

### Ajuste de Gauss para la pulpa de café.



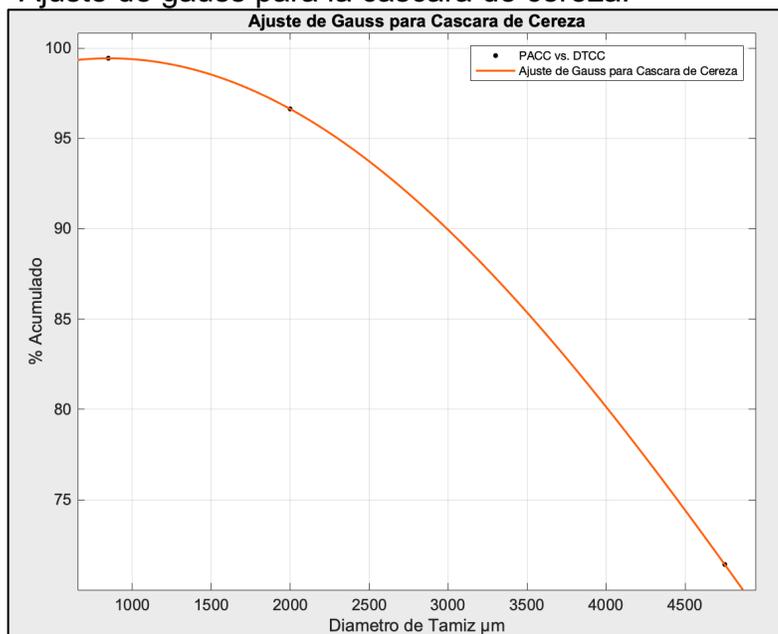
Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

### Ajuste de gauss para el café gastado.



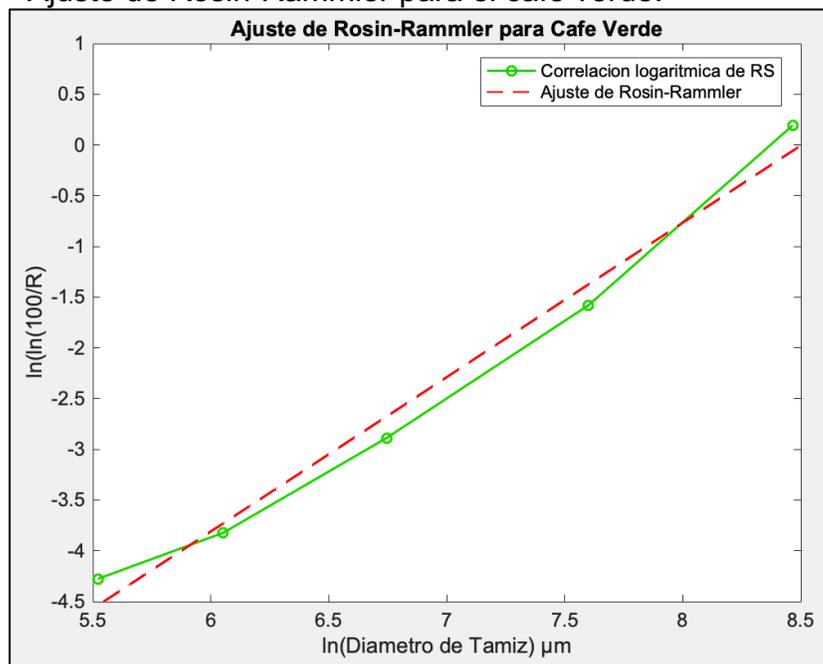
Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

### Ajuste de gauss para la cáscara de cereza.



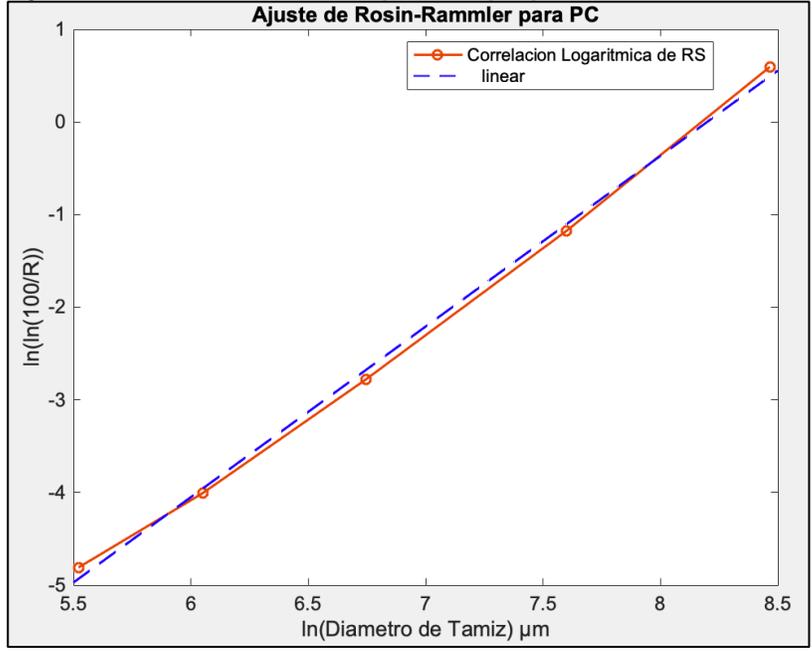
Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

### Ajuste de Rosin-Rammler para el café verde.



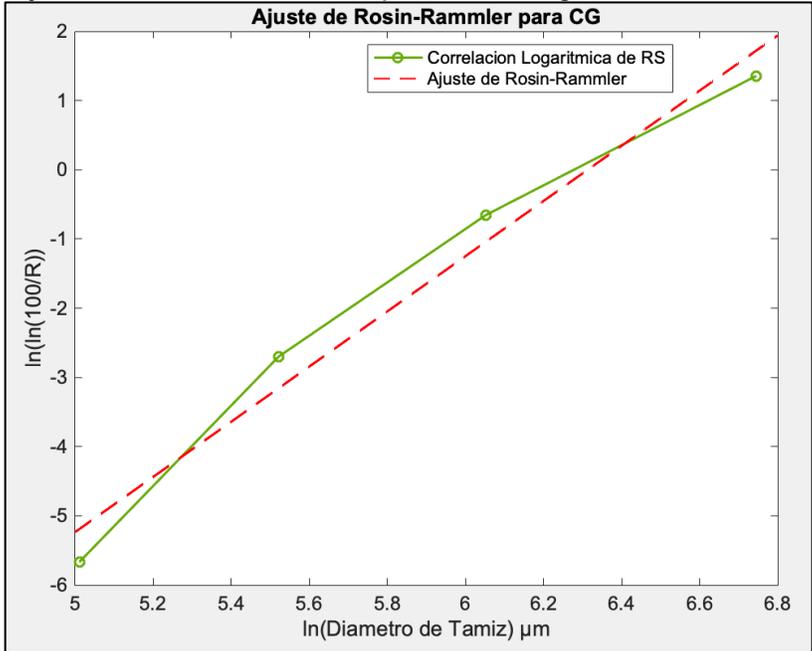
Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

### Ajuste de Rosin-Rammler para la pulpa de café.



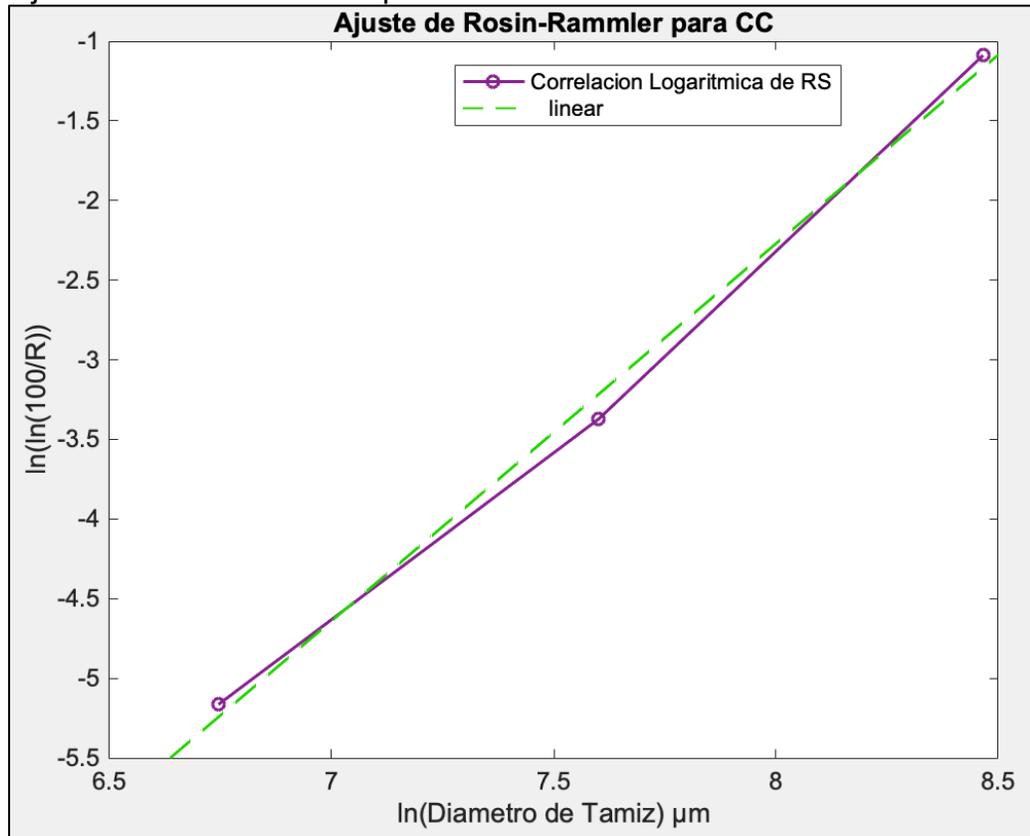
Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

### Ajuste de Rosin-Rammler para el café gastado.



Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b

Ajuste de Rosin-Rammler para la cáscara de cereza.



Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

**ANEXO C.  
RESULTADOS DEL CONTENIDO DE POLIFENOLES TOTALES POR FOLÍN  
CIOCALTEU**

Ajuste lineal de curva de calibración de polifenoles totales.

$$y = 88.586 * 10^{-05}x - 0.051238$$

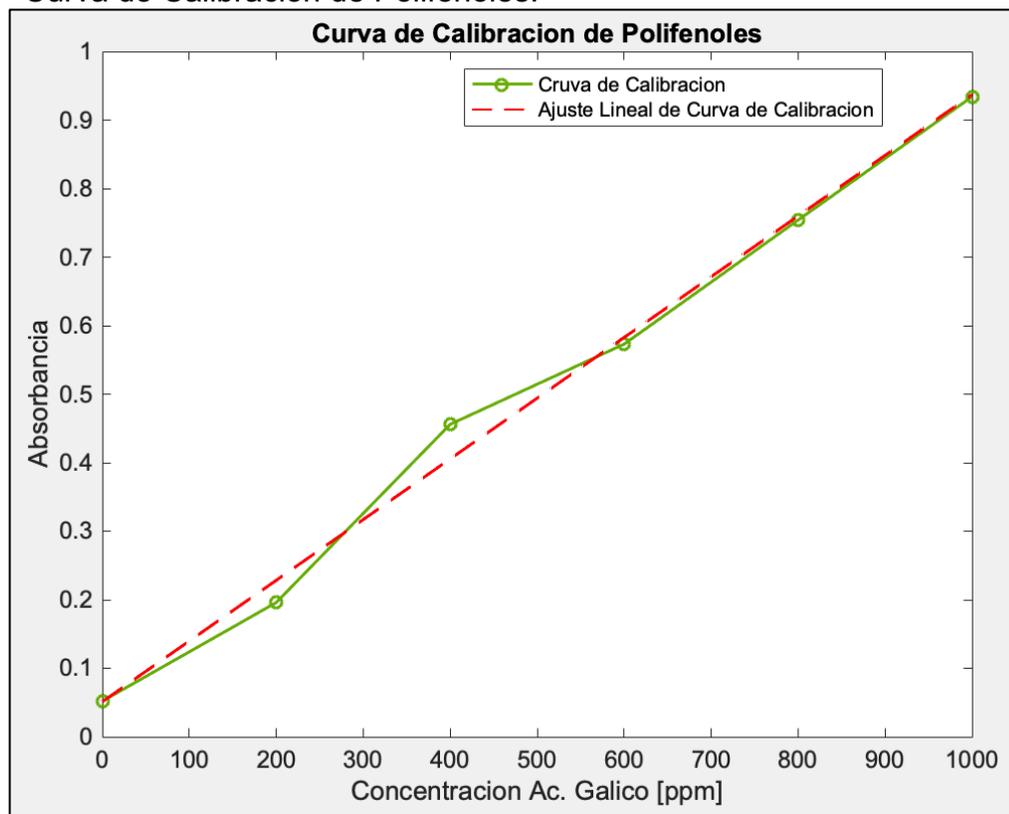
Fuente: Elaboración propia con base en:  
SOFTWARE MATLAB R2018b.

Coeficiente de determinación ( $R^2$ ) de la curva de calibración de polifenoles

Linear regression model:				
$y \sim 1 + x1$				
Estimated Coefficients:				
	Estimate	SE	tStat	pValue
	-----	-----	-----	-----
<b>(Intercept)</b>	0.051238	0.022109	2.3175	0.08136
<b>x1</b>	0.00088586	3.6512e-05	24.262	1.7122e-05
Number of observations: 6, Error degrees of freedom: 4				
Root Mean Squared Error: 0.0305				
R-squared: 0.993, Adjusted R-Squared 0.992				
F-statistic vs. constant model: 589, p-value = 1.71e-05				

Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

### Curva de Calibración de Polifenoles.



Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

### Absorbancias de muestras obtenidas de polifenoles totales.

Tipo de Residuo	Absorbancia			ABS*
	Replica			
	1	2	3	
CV	0.913	0.857	0.891	0.887 ± 0.028
CG	0.835	0.878	0.948	0.887 ± 0.057
CC	0.083	0.081	0.088	0.084 ± 0.004
PC	0.711	0.543	0.544	0.599 ± 0.097

\*valor promedio ± desviación estándar

Fuente: Elaboración propia.

## ANEXO D. RESULTADOS DEL CONTENIDO DE CAFEÍNA TOTAL

Ajuste lineal de curva de calibración de cafeína

$$y = 0.018303x + 0.14396$$

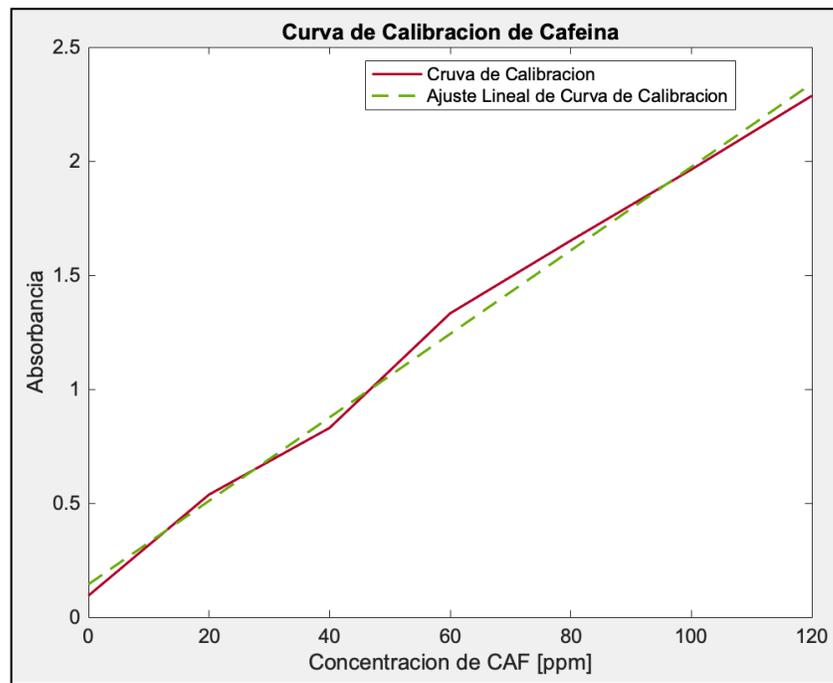
Fuente: Elaboración propia con  
base en: SOFTWARE MATLAB  
R2018b.

Coeficiente de determinación ( $R^2$ ) de la curva de calibración de Cafeína.

Linear regression model: $y \sim 1 + x1$				
Estimated Coefficients:				
	<b>Estimate</b>	<b>SE</b>	<b>tStat</b>	<b>pValue</b>
<b>(Intercept)</b>	0.14396	0.04126	3.4892	0.017485
<b>x1</b>	0.018303	0.00057217	31.989	5.6075e-07
Number of observations: 7, Error degrees of freedom: 5				
Root Mean Squared Error: 0.0606				
R-squared: 0.995, Adjusted R-Squared 0.994				
F-statistic vs. constant model: 1.02e+03, p-value = 5.61e-07				

Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

Curva de Calibración de Cafeína.



Fuente: Elaboración propia con base en: SOFTWARE MATLAB R2018b.

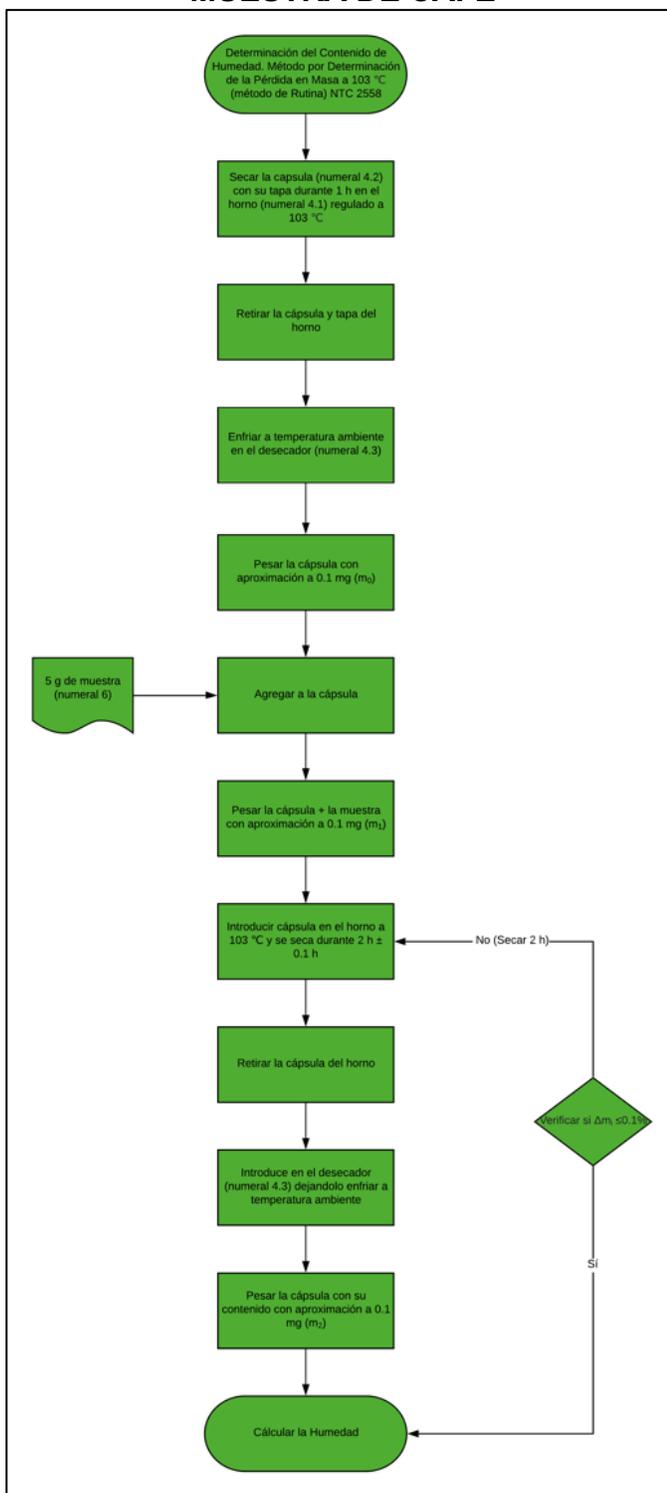
Absorbancias de muestras obtenidas de extracción total de cafeína.

Tipo de Residuo	Absorbancia			
	Replica			ABS*
	1	2	3	
PC	3.559	3.563	3.564	3.562 ± 0.002
CC	2.958	2.961	2.962	2.961 ± 0.002
CG	3.917	3.929	3.930	3.925 ± 0.007
CV	3.532	3.535	3.533	3.534 ± 0.001

\*valor promedio ± desviación estándar

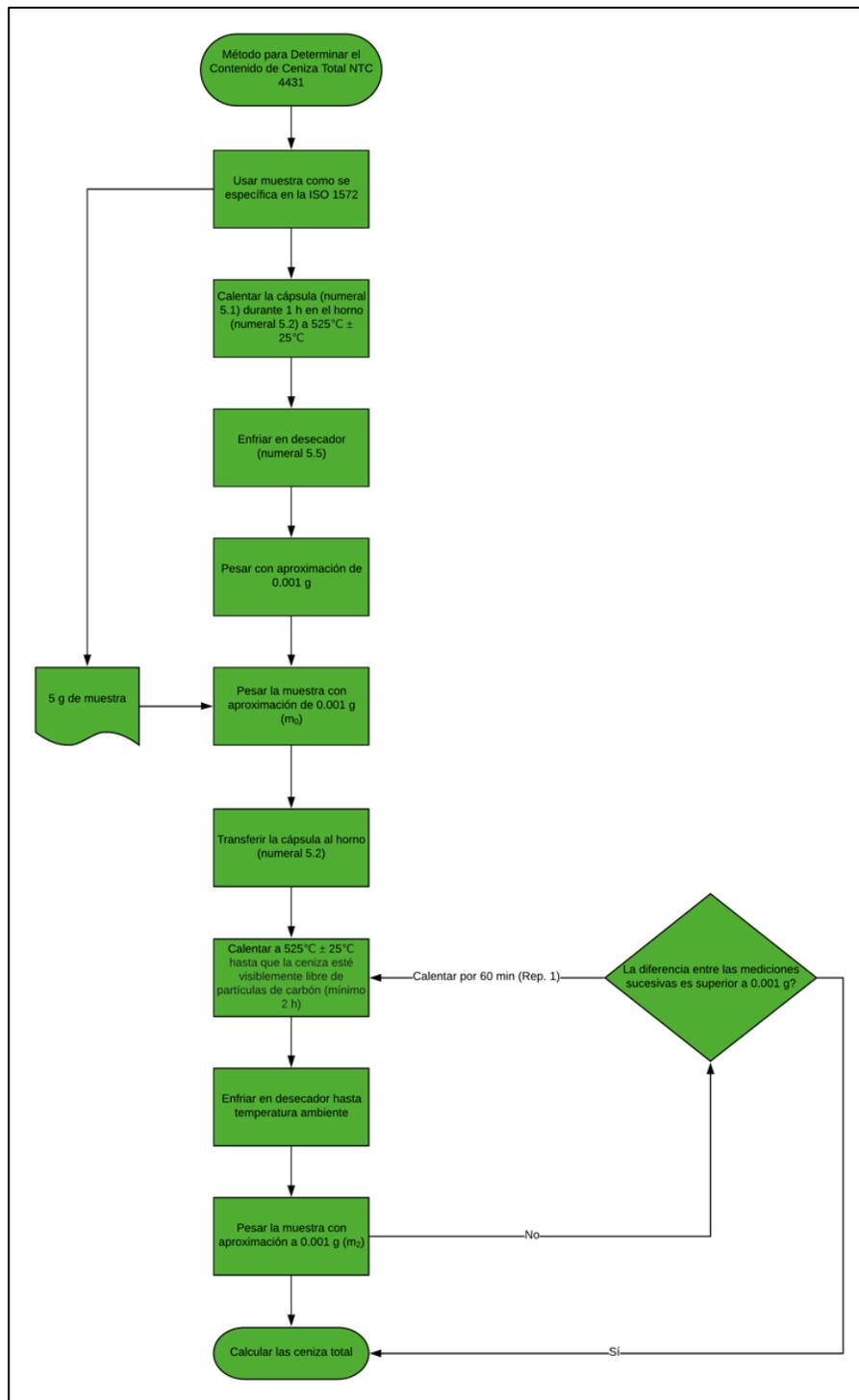
Fuente: Elaboración propia.

## ANEXO E. PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD DE LA MUESTRA DE CAFÉ



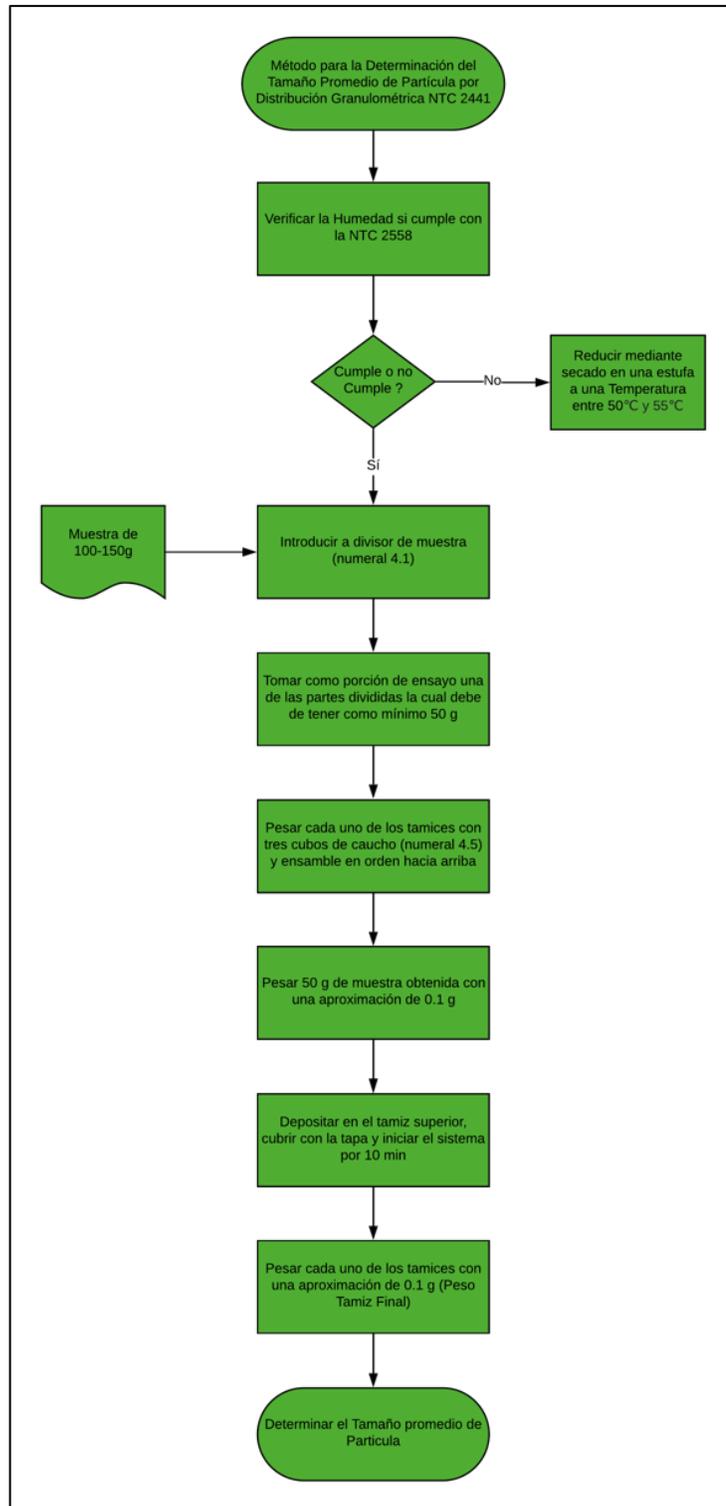
Fuente: Elaboración propia.

**ANEXO F.  
PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CENIZA  
TOTAL DE LA MUESTRA DE RESIDUO DE CAFÉ**



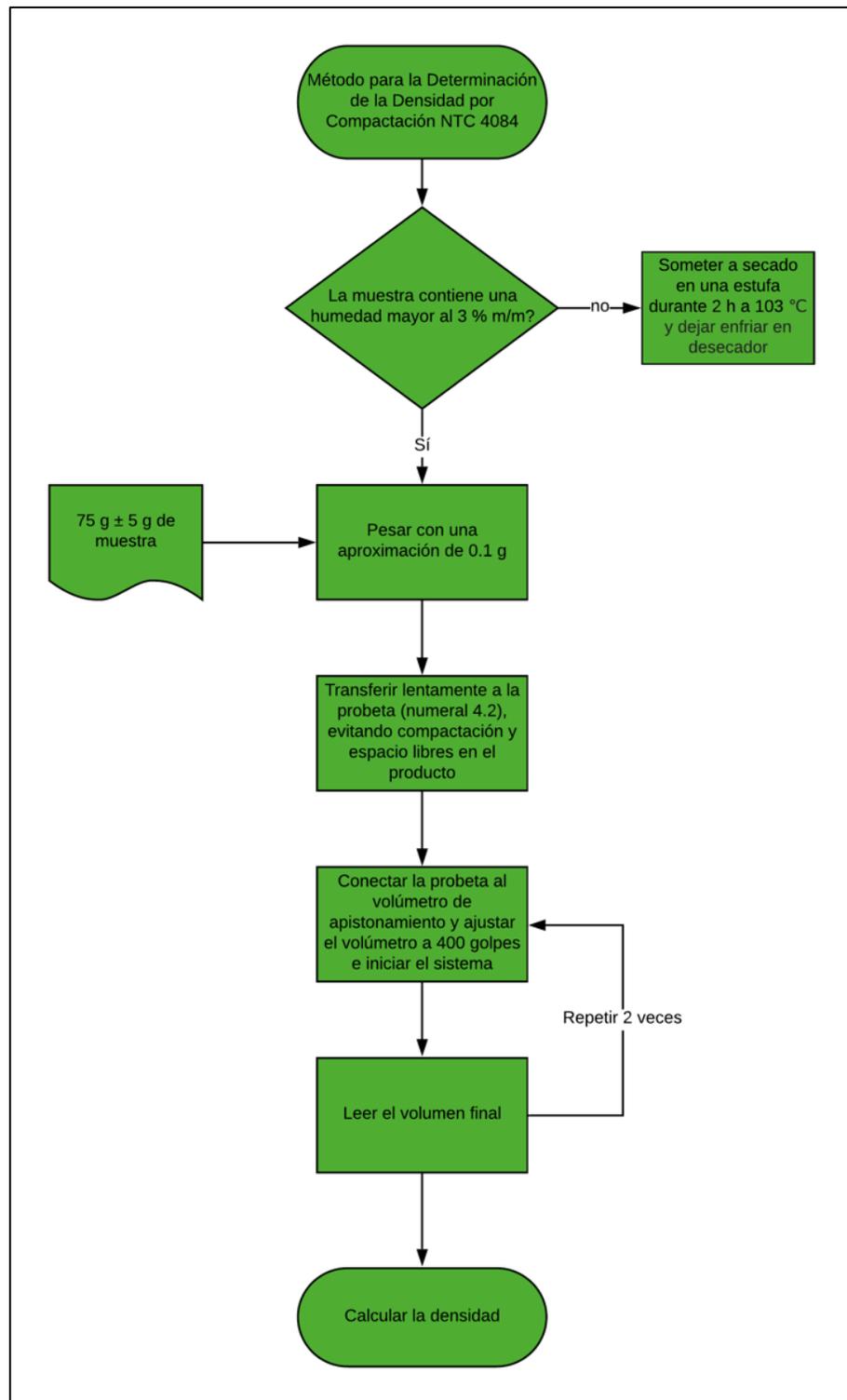
Fuente: Elaboración propia.

## ANEXO G. PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR EL TAMAÑO DE PARTICULA DE LA MUESTRA DE RESIDUO DE CAFÉ



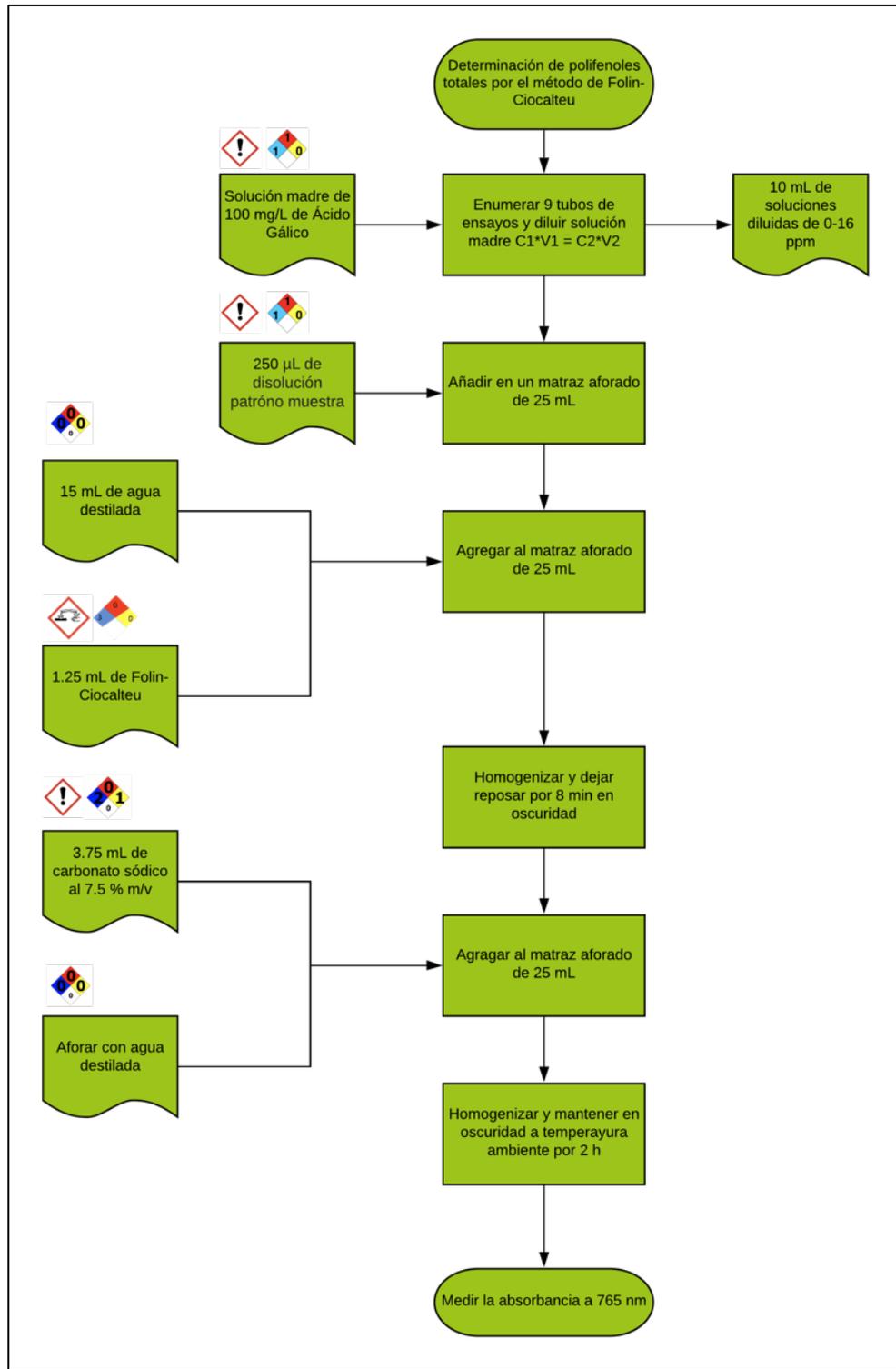
Fuente: Elaboración propia.

**ANEXO H.  
PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR LA DENSIDAD DE LA MUESTRA DE  
RESIDUO DE CAFÉ**



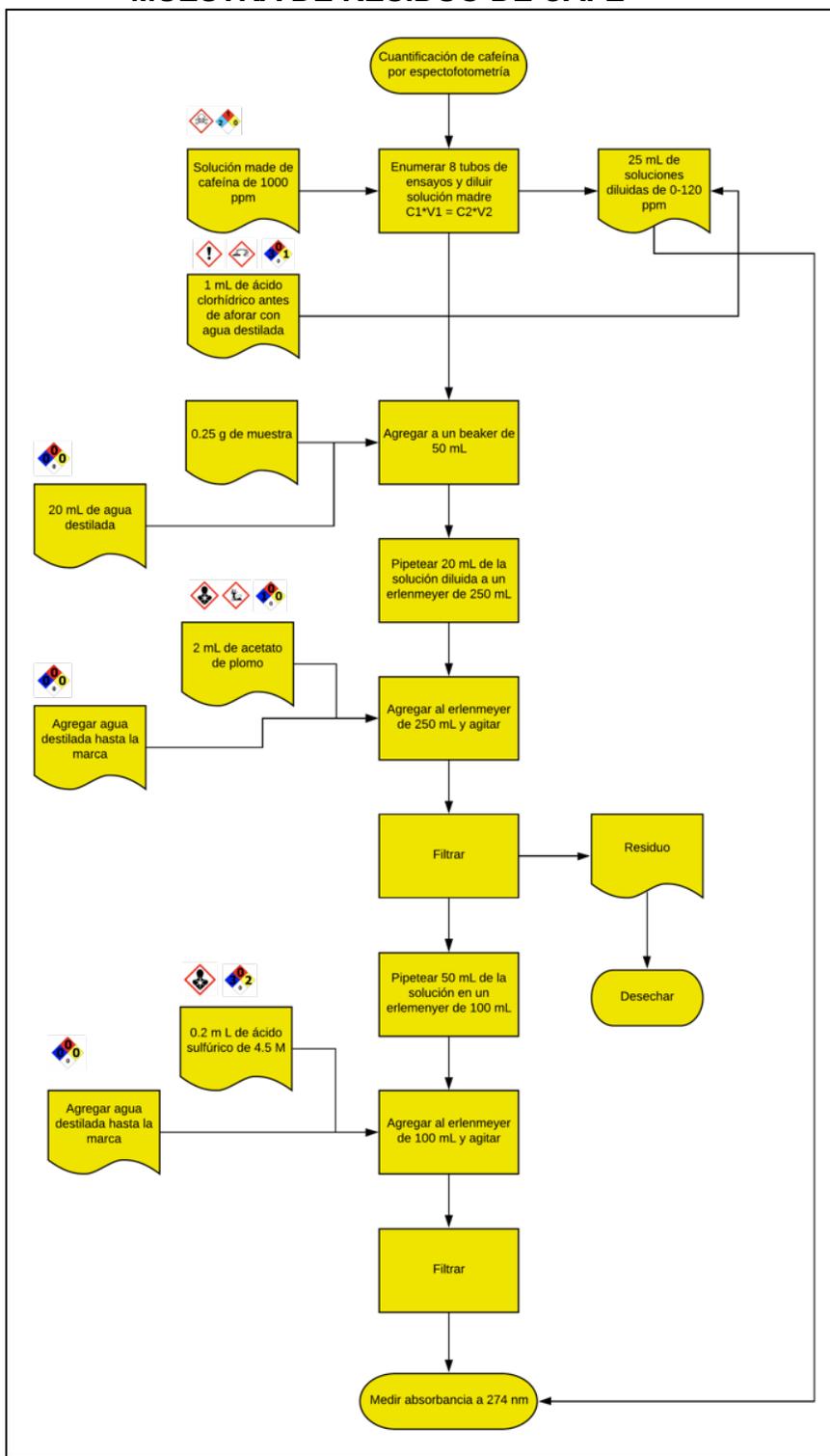
Fuente: Elaboración propia.

# ANEXO I. PROCEDIMIENTO PARA CUANTIFICAR EL CONTENIDO DE POLIFENÓLES DE LA MUESTRA DE RESIDUO DE CAFÉ



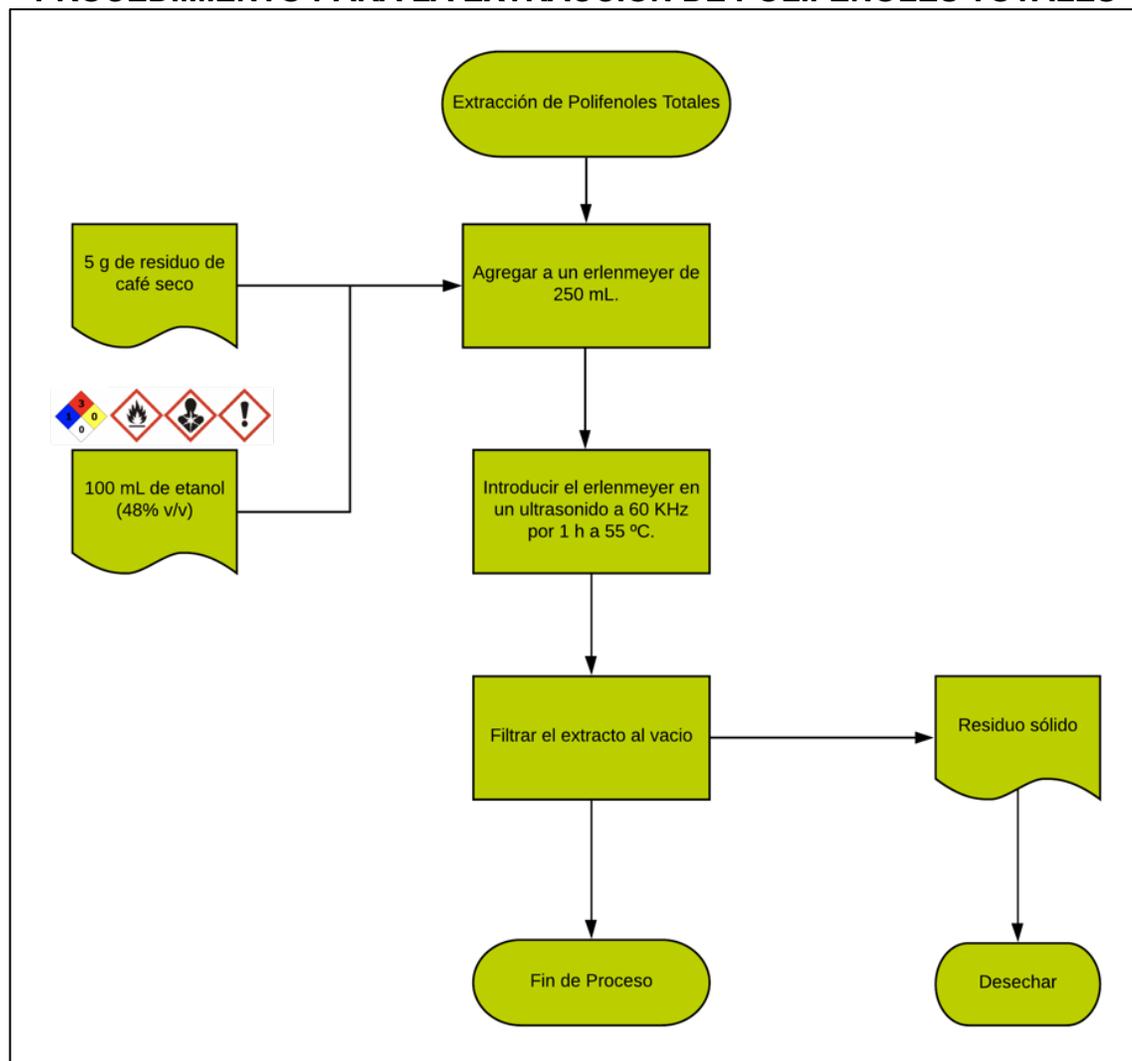
Fuente: Elaboración propia.

## ANEXO J. PROCEDIMIENTO PARA CUANTIFICAR EL CONTENIDO DE CAFEÍNA DE LA MUESTRA DE RESIDUO DE CAFÉ



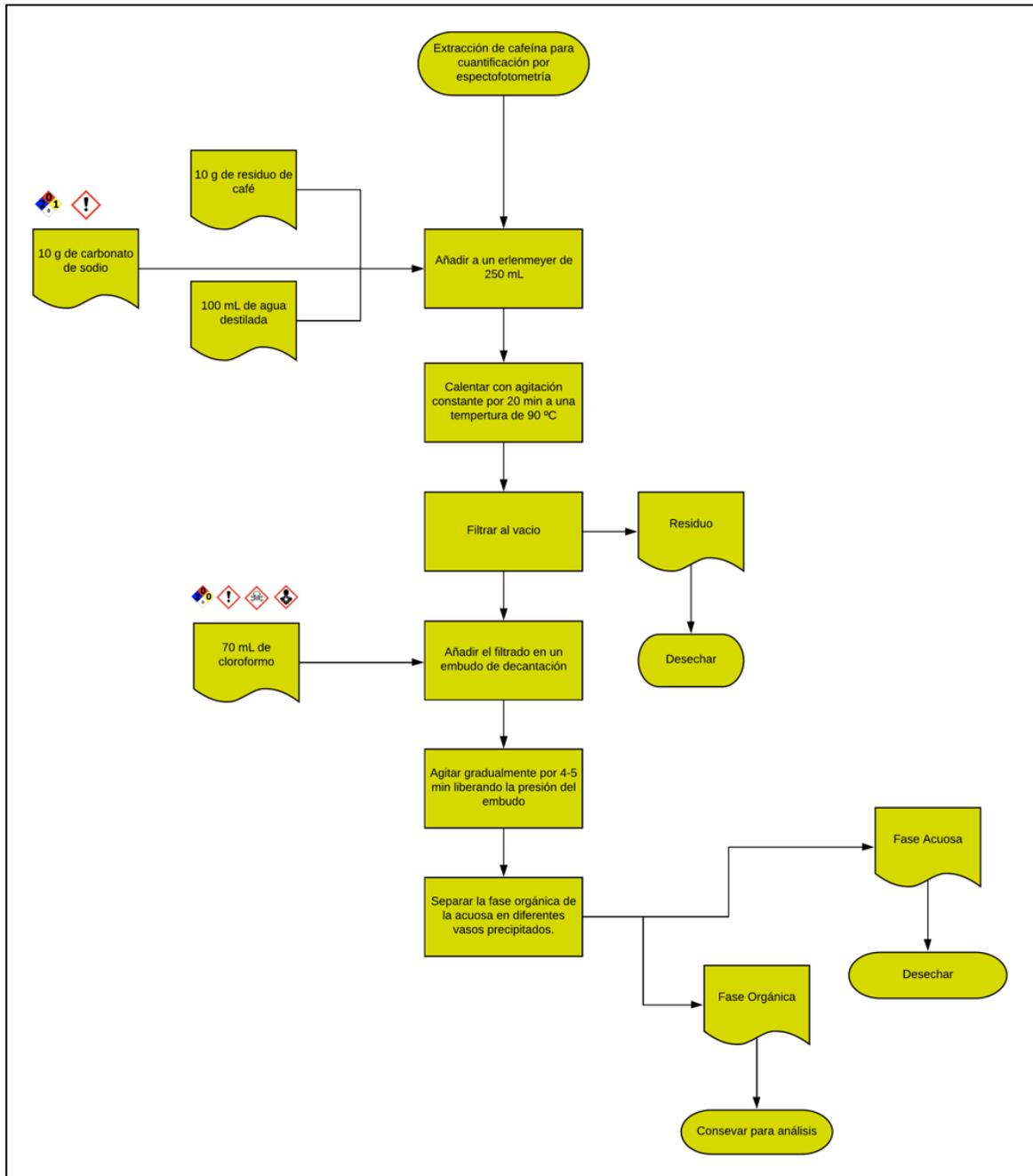
Fuente: Elaboración propia.

## ANEXO K. PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCIÓN DE POLIFENOLES TOTALES



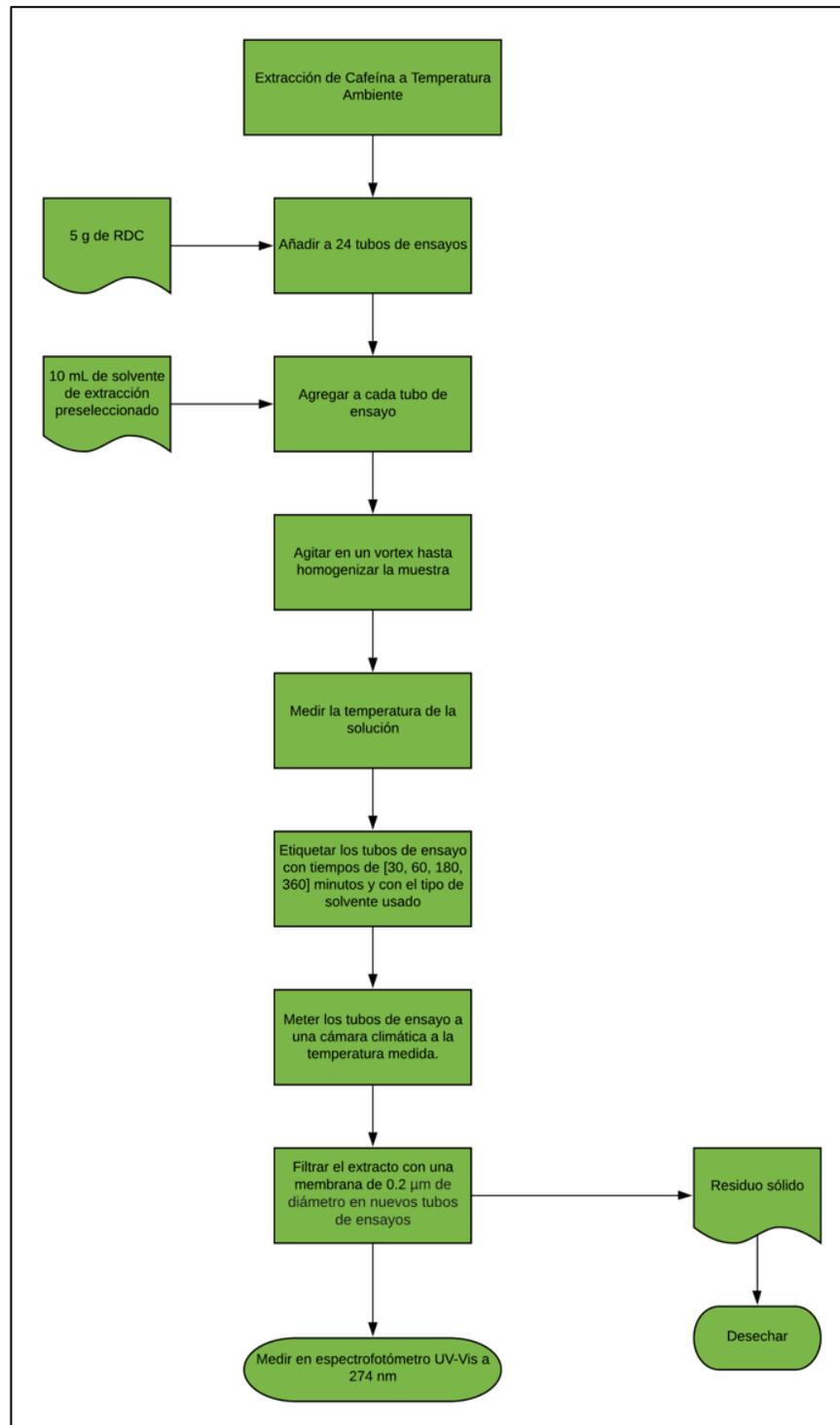
Fuente: Elaboración propia.

## ANEXO L. PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCIÓN TOTAL DE CAFEÍNA



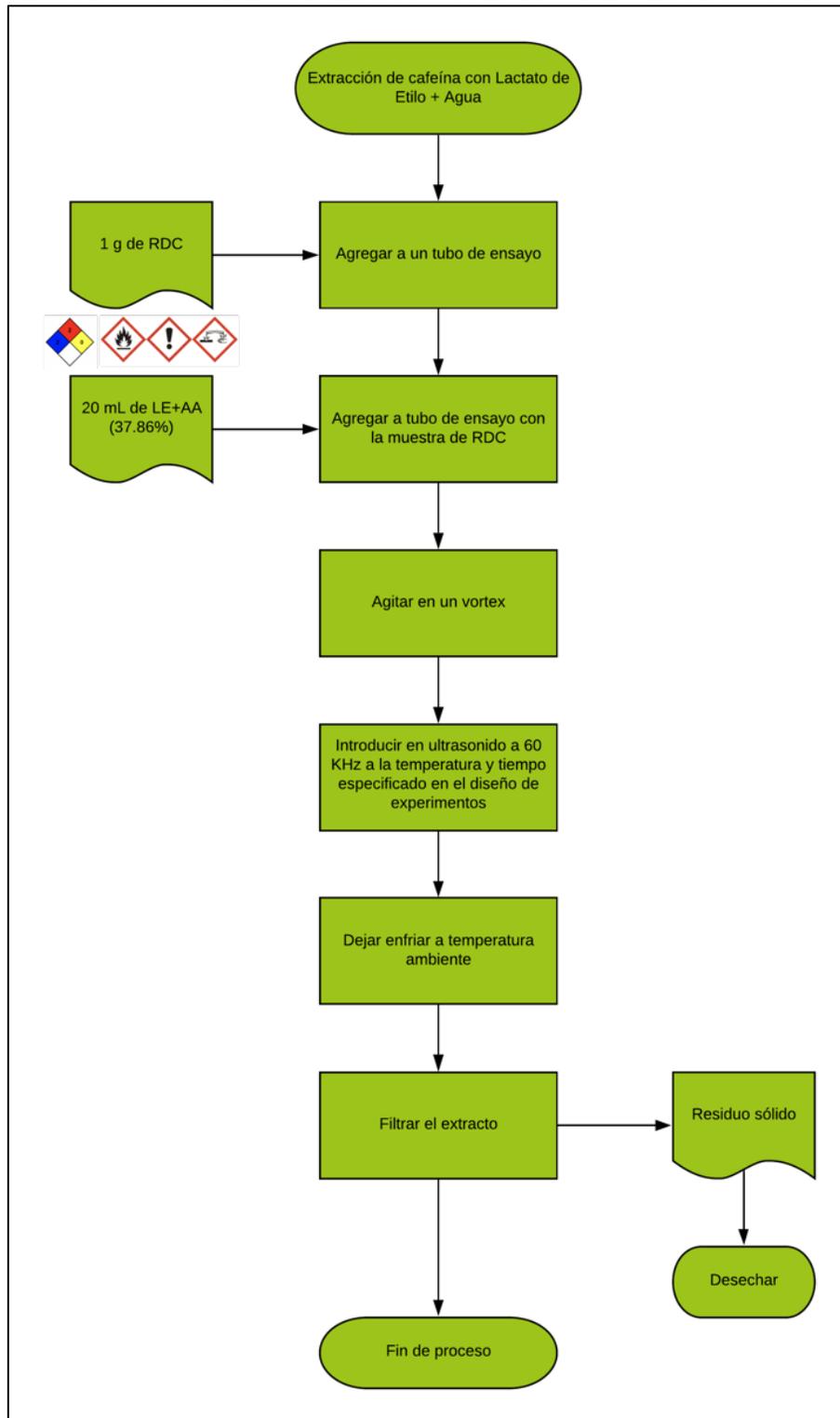
Fuente: Elaboración propia.

## ANEXO M. PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCIÓN A TEMPERATURA AMBIENTE DE CAFEÍNA



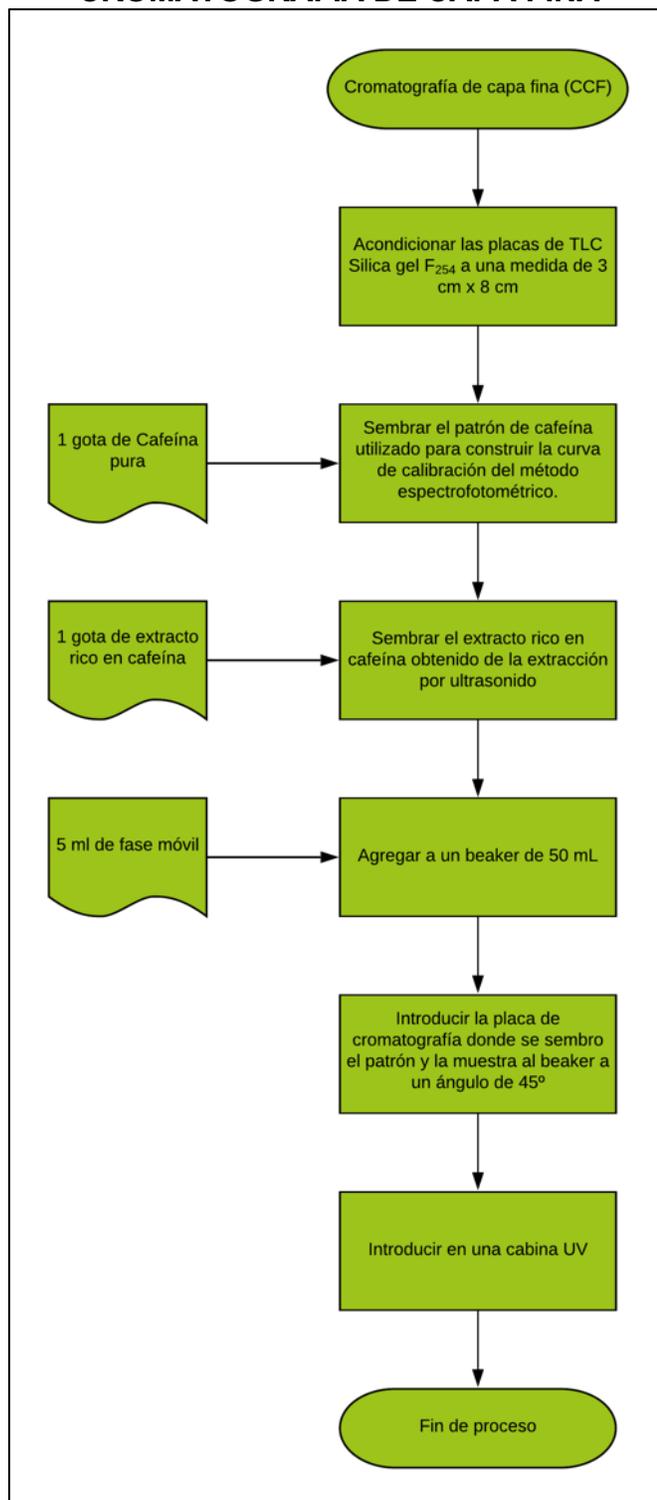
Fuente: Elaboración propia.

## ANEXO N. EXTRACCIÓN DE CAFEÍNA POR BAÑO DE ULTRASONIDO



Fuente: Elaboración propia.

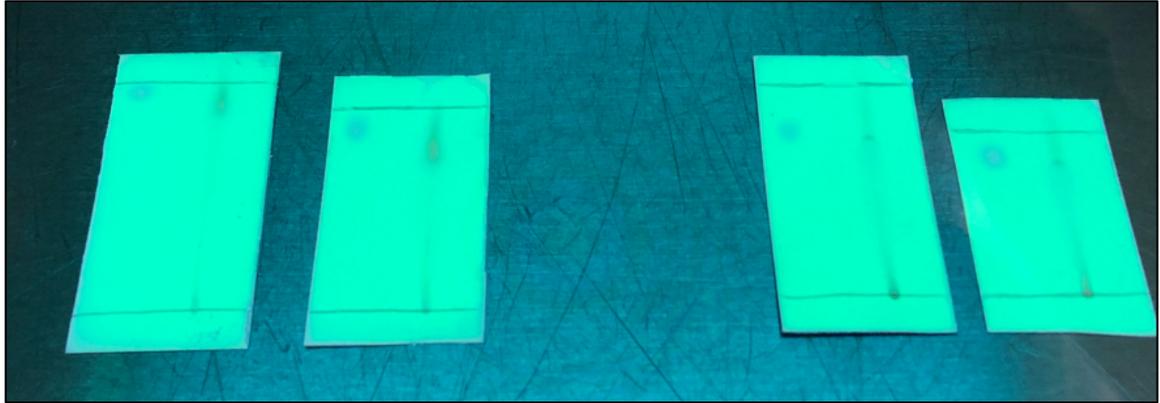
## ANEXO O. CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA



Fuente: Elaboración propia.

**ANEXO P.  
RESULTADO DE CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA**

Cromatografía en capa fina utilizando acetonitrilo – agua (95:5) [derecha]  
metanol – ácido acético (95:5) [izquierda].



Fuente: Elaboración propia.

## ANEXO Q. EQUIPOS

Molino de discos.



Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019].  
Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/carob-powder-pin-disk-attribution-mill\\_60765158425.html?spm=a2700.7724857.normalList.128.c70271d9T7LNX](https://www.alibaba.com/product-detail/carob-powder-pin-disk-attribution-mill_60765158425.html?spm=a2700.7724857.normalList.128.c70271d9T7LNX)

Extractor asistido por ultrasonido.



Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019].  
Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/Industrial-Use-Continuous-Reverse-Flow-Ultrasonic\\_60431877221.html?spm=a2700.7724857.normalList.49.34a42abfN1kwQn](https://www.alibaba.com/product-detail/Industrial-Use-Continuous-Reverse-Flow-Ultrasonic_60431877221.html?spm=a2700.7724857.normalList.49.34a42abfN1kwQn)

### Filtrador de membranas.



Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/Hesheng-SPF-automatic-hydraulic-membrane-tower\\_60774415547.html?spm=a2700.details.pronpeci14.3.52c04523lm2hN0](https://www.alibaba.com/product-detail/Hesheng-SPF-automatic-hydraulic-membrane-tower_60774415547.html?spm=a2700.details.pronpeci14.3.52c04523lm2hN0)

### Destilador al vacío.



Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/vacuum-distillation-plant-industrial-evaporator-with\\_62194336904.html?spm=a2700.7735675.normalList.7.360f7bd85XWOB1&s=p](https://www.alibaba.com/product-detail/vacuum-distillation-plant-industrial-evaporator-with_62194336904.html?spm=a2700.7735675.normalList.7.360f7bd85XWOB1&s=p)

## Rotaevaporador.



Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/A-vacuum-rotary-evaporator-small-mini\\_62171940094.html?spm=a2700.7735675.normalList.13.40c83c57z3NYQg&s=p](https://www.alibaba.com/product-detail/A-vacuum-rotary-evaporator-small-mini_62171940094.html?spm=a2700.7735675.normalList.13.40c83c57z3NYQg&s=p)

## Horno de secado.



Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/Industrial-Metal-Products-Oven-Drying-Machine\\_62008236192.html?spm=a2700.7724838.2017115.241.2bff326ehZONBx&s=p](https://www.alibaba.com/product-detail/Industrial-Metal-Products-Oven-Drying-Machine_62008236192.html?spm=a2700.7724838.2017115.241.2bff326ehZONBx&s=p)

Tanque de mezclado.



Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/experienced-manufacturer-industrial-mixing-tank-with\\_60721401422.html?spm=a2700.7735675.normalList.13.2f392d1beELisI&s=p](https://www.alibaba.com/product-detail/experienced-manufacturer-industrial-mixing-tank-with_60721401422.html?spm=a2700.7735675.normalList.13.2f392d1beELisI&s=p)

Torre de adsorción de lecho fijo empacado.



Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/gas-absorption-column-waste-gas-purification\\_62220230955.html?spm=a2700.7724857.normalList.21.7363129aOgXnr0&s=p&bypass=true](https://www.alibaba.com/product-detail/gas-absorption-column-waste-gas-purification_62220230955.html?spm=a2700.7724857.normalList.21.7363129aOgXnr0&s=p&bypass=true)

Válvula de tres pasos.



Fuente: Assured Automation. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: <https://assuredautomation.com/MPF150-MPF300/index.php?p=buy>

## ANEXO R. ESPECIFICACIÓN TÉCNICA DE EQUIPOS

### Especificación técnica de molino de disco

Tipo de Equipo	Molino
Lugar de origen	Jiangsu, China
Voltaje	220V - 260 V
Garantía	1 año
Material	Acero Inoxidable
Peso	1000 kg
Marca	Kuaye
Modelo	WFJ-20
Capacidad (kg/h)	50-300
Potencia (Kw)	17
Dimensiones (L*W*H) (mm)	4700*1300*2700

Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/carob-powder-pin-disk-attribution-mill\\_60765158425.html?spm=a2700.7724857.normalList.128.c70271d9T7LNX](https://www.alibaba.com/product-detail/carob-powder-pin-disk-attribution-mill_60765158425.html?spm=a2700.7724857.normalList.128.c70271d9T7LNX)

### Especificación técnica de extractor asistido por ultrasonido.

Tipo de Equipo	Extractor
Lugar de origen	Shanghai, China
Potencia de Ultrasonido (Kw)	24
Garantía	1
Material	Acero Inoxidable
Longitud de ultrasonido (m)	15
Marca	Chendong
Capacidad (kg/h)	500
Volumen de extracción (L)	1500
Potencia Total (Kw)	30
Modelo	CD-500

Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/Industrial-Use-Continuous-Reverse-Flow-Ultrasonic\\_60431877221.html?spm=a2700.7724857.normalList.49.34a42abfN1kwQn](https://www.alibaba.com/product-detail/Industrial-Use-Continuous-Reverse-Flow-Ultrasonic_60431877221.html?spm=a2700.7724857.normalList.49.34a42abfN1kwQn)

### Especificación técnica de filtrador de membranas

---

Tipo de Equipo	Filtrador
Lugar de origen	Shandong, China
Voltaje	380 V
Garantía	1 año
Material	Acero Inoxidable
Peso	8 T
Marca	HESHENG
Certificación	ISO9001, CE
Modelo	SPF I
Capacidad (T)	4
Potencia (Kw)	50

---

Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/Hesheng-SPF-automatic-hydraulic-membrane-tower\\_60774415547.html?spm=a2700.details.pronpeci14.3.52c04523lm2hN0](https://www.alibaba.com/product-detail/Hesheng-SPF-automatic-hydraulic-membrane-tower_60774415547.html?spm=a2700.details.pronpeci14.3.52c04523lm2hN0)

### Especificación técnica de destilador al vacío.

---

Tipo de Equipo	Destilador al Vacío
Lugar de origen	China
Voltaje	380
Garantía	1 año
Material	Acero Inoxidable
Peso	1 T
Marca	Longhope
Certificación	CE ISO
Poder de evaporación (L/h)	870
Potencia (Kw)	125
Dimensiones (L*W*H) (m)	6*3.2*3.8
Modelo	V-HP-SF-20000

---

Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/vacuum-distillation-plant-industrial-evaporator-with\\_62194336904.html?spm=a2700.7735675.normalList.7.360f7bd85XWOB1&s=p](https://www.alibaba.com/product-detail/vacuum-distillation-plant-industrial-evaporator-with_62194336904.html?spm=a2700.7735675.normalList.7.360f7bd85XWOB1&s=p)

### Especificación técnica de rotaevaporador.

---

Tipo de Equipo	Destilador al Vacío
Lugar de origen	China
Voltaje	220
Garantía	1 año
Peso	180 kg
Marca	TOPTION
Certificación	CE ISO
Capacidad (L)	50
Potencia (Kw)	180
Dimensiones (L*W*H) (m)	1200*800*2200 mm
Modelo	RE-5250A (Advanced Type)

---

Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/A-vacuum-rotary-evaporator-small-mini\\_62171940094.html?spm=a2700.7735675.normalList.13.40c83c57z3NYQg&s=p](https://www.alibaba.com/product-detail/A-vacuum-rotary-evaporator-small-mini_62171940094.html?spm=a2700.7735675.normalList.13.40c83c57z3NYQg&s=p)

### Especificación técnica de horno de secado.

---

Tipo de Equipo	Horno
Lugar de origen	Guangdong, China
Voltaje	220 V - 440V
Garantía	1 año
Material	Acero Inoxidable
Peso	Variable
Marca	CCS
Certificación	CE ISO SGS
Fuente de calentamiento	Eléctrico
Potencia (Kw)	1.3-3.6
Dimensiones (L*W*H) (m)	Ajustable
Controlador	PLC
Rango de temperatura	200 °C

---

Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/Industrial-Metal-Products-Oven-Drying-Machine\\_62008236192.html?spm=a2700.7724838.2017115.241.2bff326ehZ0NBx&s=p](https://www.alibaba.com/product-detail/Industrial-Metal-Products-Oven-Drying-Machine_62008236192.html?spm=a2700.7724838.2017115.241.2bff326ehZ0NBx&s=p)

### Especificación técnica de tanque de mezclado (I).

---

Tipo de Equipo	Tanque
Lugar de origen	Shanghai, China
Voltaje	220 V - 380 V
Garantía	1 año
Material	Acero Inoxidable
Peso	50 kg - 15000 kg
Marca	BXBIO
Certificación	CE ISO SGS
Sistema de Control	Presión, Temperatura, Anti-espuma, pH, rpm
Potencia (Kw)	0.75-75
Dimensiones (L*W*H) (m)	1.2*1.2*1.2
Capacidad	1000 L
Modelo	BIOTECH 1000 JS

Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en:[https://www.alibaba.com/product-detail/experienced-manufacturer-industrial-mixing-tank-with\\_60721401422.html?spm=a2700.7735675.normalList.13.2f392d1beELisI&s=p](https://www.alibaba.com/product-detail/experienced-manufacturer-industrial-mixing-tank-with_60721401422.html?spm=a2700.7735675.normalList.13.2f392d1beELisI&s=p)

### Especificación técnica de tanque de mezclado (II).

---

Tipo de Equipo	Tanque
Lugar de origen	Shanghai, China
Voltaje	220 V - 380 V
Garantía	1 año
Material	Acero Inoxidable
Peso	50 kg - 15000 kg
Marca	BXBIO
Certificación	CE ISO SGS
Sistema de Control	Presión, Temperatura, Anti-espuma, pH, rpm
Potencia (Kw)	0.75-75
Dimensiones (L*W*H) (m)	1*1*1
Capacidad	800 L
Modelo	BIOTECH 800

Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en:[https://www.alibaba.com/product-detail/experienced-manufacturer-industrial-mixing-tank-with\\_60721401422.html?spm=a2700.7735675.normalList.13.2f392d1beELisI&s=p](https://www.alibaba.com/product-detail/experienced-manufacturer-industrial-mixing-tank-with_60721401422.html?spm=a2700.7735675.normalList.13.2f392d1beELisI&s=p)

### Especificación técnica de torre de adsorción de lecho empacado.

---

Tipo de Equipo	Purificador
Lugar de origen	Hebei, China
Eficiencia de Purificación	99%
Garantía	1 año
Material	Acero al Carbón
Marca	ChengHang
Certificación	ISO 9001
Temperatura	(-30°C -90°C)
Potencia (Kw)	0.35-7.5
Dimensiones (L*W*H) (m)	1*1*2

---

Fuente: Alibaba. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/gas-absorption-column-waste-gas-purification\\_62220230955.html?spm=a2700.7724857.normalList.21.7363129aOgXnr0&s=p&bypass=true](https://www.alibaba.com/product-detail/gas-absorption-column-waste-gas-purification_62220230955.html?spm=a2700.7724857.normalList.21.7363129aOgXnr0&s=p&bypass=true)

### Especificación técnica de válvula de tres pasos.

---

Diámetro	3"
Material	Acero al Carbón
Plan de Flujo	D
Actuador	Doble
Conexión	150# ANSI Flange
Modelo	JMPF150CFDF6D

---

Fuente: Assured Automation. [sitio web]. [Consulta: 17 de octubre 2019]. Disponible en: <https://assuredautomation.com/MPF150-MPF300/index.php?p=buy>

**ANEXO S.  
RESULTADO DE BALANCE DE CAPACIDAD INSTALADA**

Porcentaje de uso de equipos utilizando CG como MP.

# Equipos	Equipo	CAF [g/día]	% Uso
2	Extractor	2000	100%
1	Filtrador	5059	40%
2	Destilación I	6604	30%
1	Secador I	2666.66667	75%
1	Tanque (I)	4000	50%
1	Tanque (II)	4000	50%
1	Adsorción	3000	67%
1	Secador II	5217.3913	38%

Fuente: Elaboración propia.

Porcentaje de uso de equipos utilizando PC como MP.

# Equipos	Equipo	CAF [g/día]	% Uso
1	Molino	3428.57143	58%
2	Extractor	2000	100%
1	Filtrador	4653	43%
2	Destilación I	7179	28%
1	Secador I	3000	67%
1	Tanque (I)	4000	50%
1	Tanque (II)	4000	50%
1	Adsorción	3000	67%
1	Secador II	4800	42%

Fuente: Elaboración propia.