

**EVALUACIÓN DE LA EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS PRESENTES EN LA BORRA
DE CAFÉ UTILIZANDO UN SOLVENTE ALTERNATIVO**

**JUAN DIEGO GONZÁLEZ GACHANCIPÁ
VIVIANA MARTÍN ZARTA**

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

**EVALUACIÓN DE LA EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS PRESENTES EN LA BORRA
DE CAFÉ UTILIZANDO UN SOLVENTE ALTERNATIVO**

**JUAN DIEGO GONZÁLEZ GACHANCIPÁ
VIVIANA MARTÍN ZARTA**

**Proyecto integral de grado para optar por el título de
INGENIERO QUÍMICO**

Director

Claudio Alberto Moreno Arias

Magíster en Desarrollo Sostenible

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA

FACULTAD DE INGENIERÍAS

PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA

BOGOTÁ D.C.

2020

NOTA DE ACEPTACIÓN

Felipe Correa Mahecha
Jurado 1

Juan Camilo Cely Garzón
Jurado 2

Edgar Fernando Moreno Torres
Jurado 3

Bogotá D.C, Agosto de 2020

DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro.

Dr. Mario Posada García-Peña

Consejero Institucional

Dr. Luis Jaime Posada García-Peña

Vicerrectora Académica y de Investigaciones

Dra. María Claudia Aponte González

Vicerrector Administrativo y Financiero

Dr. Ricardo Alfonso Peñaranda Castro

Secretaria General

Dra. Alexandra Mejía Guzmán

Decano de la Facultad de Ingenierías

Ing. Julio Cesar Fuentes Arismendi

Director Programa de Ingeniería Química

Ing. Iván Ramírez Marín

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.

AGRADECIMIENTOS

A Dios, por acompañarnos en todo este proceso y permitirnos cumplir esta meta, por brindarnos sabiduría y fortaleza para culminar esta etapa exitosamente.

A nuestras familias, que siempre nos impulsaron y ofrecieron su apoyo para que pudiéramos alcanzar este objetivo.

A todos los profesores y asesores que nos han guiado y orientado a lo largo de todo este proceso, y cuyos conocimientos fueron de gran valor para el desarrollo de este trabajo.

A todos nuestros amigos y compañeros, que creyeron en nosotros y estuvieron a nuestro lado a lo largo de esta maravillosa etapa.

Y un agradecimiento especial a los profesores Claudio Moreno y Alberto Vera, quienes con su colaboración, guía y conocimientos nos motivaron a no decaer y lograr esta meta.

CONTENIDO

| | pág |
|--|-----|
| INTRODUCCIÓN | 21 |
| OBJETIVOS | 22 |
| 1. GENERALIDADES | 23 |
| 1.1 CAFÉ | 23 |
| 1.2 OBTENCIÓN DE CAFÉ SOLUBLE | 25 |
| 1.3 CAFÉ GASTADO O BORRA DE CAFÉ | 25 |
| 1.4 USOS DE LA BORRA DE CAFÉ | 26 |
| 1.5 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS | 27 |
| 1.6 SOLVENTES DERIVADOS DEL PETRÓLEO PARA LA EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS | 30 |
| 1.7 FACTORES IMPORTANTES A CONSIDERAR PARA LA EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS DEL CAFÉ GASTADO | 31 |
| 1.7.1 Temperatura del Solvente | 31 |
| 1.7.2 Relación Solvente/Borra | 32 |
| 1.7.3 Contenido de humedad | 32 |
| 1.7.4 Tamaño de partícula | 32 |
| 1.7.5 Solvente de Extracción | 33 |
| 1.7.6 Tiempo de Extracción | 34 |
| 1.8 PROCESO PARA LE EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS A PARTIR DE LA BORRA DE CAFÉ | 34 |
| 2. METODOLOGÍA | 35 |
| 2.1 RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA | 35 |
| 2.2 SECADO DE LA MUESTRA | 35 |
| 2.3 CARACTERIZACIÓN DE LA BORRA DE CAFÉ | 35 |
| 2.3.1 Cuantificación de la humedad | 35 |
| 2.3.2 Cálculo del tamaño de partícula mediante tamizado | 36 |
| 2.3.3 Extracción de lípidos por el método estándar | 39 |
| 2.3.4 Rotaevaporación | 40 |
| 2.3.5 Cromatografía de gases | 42 |
| 2.4 SELECCIÓN DEL MÉTODO DE EXTRACCIÓN | 43 |
| 2.5 SELECCIÓN DEL SOLVENTE | 44 |
| 2.5.1 Matriz de Selección Pugh | 44 |
| 2.5.2 Descripción de las alternativas | 46 |
| 2.5.2.1 Acetato de etilo | 46 |
| 2.5.2.2 Isopropanol | 46 |
| 2.5.2.3 Propanol | 46 |
| 2.5.2.4 Etanol | 47 |
| 2.5.3 Criterios de Selección | 47 |

| | |
|--|-----|
| 2.5.3.1 Naturaleza del Solvente | 47 |
| 2.5.3.2 Rendimientos | 47 |
| 2.5.3.3 Costo | 48 |
| 2.5.3.4 Toxicidad | 48 |
| 2.5.3.5 Adquisición del Solvente | 48 |
| 2.5.4 Elaboración de la Matriz de Selección | 48 |
| 2.6 DISEÑO DE EXPERIMENTOS | 49 |
| 2.7 EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS CON EL SOLVENTE ALTERNATIVO SELECCIONADO | 52 |
| | |
| 3. PRESENTACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS | 54 |
| 3.1 CARACTERIZACIÓN DE LA BORRA DE CAFÉ | 54 |
| 3.1.1 Cuantificación de humedad | 54 |
| 3.1.2 Determinación del diámetro promedio de partícula | 55 |
| 3.1.3 Extracción de lípidos por el método estándar | 59 |
| 3.1.3.1 Cromatografía de gases | 60 |
| 3.2 EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS CON EL SOLVENTE SELECCIONADO | 63 |
| 3.3 PRUEBAS FISICOQUÍMICAS | 67 |
| 3.3.1 Valor de acidez y contenido de ácidos grasos libres | 67 |
| 3.3.2 Índice de saponificación y materia insaponificable | 70 |
| 3.3.3 Pruebas adicionales | 72 |
| | |
| 4. DISEÑO CONCEPTUAL BÁSICO DEL PROCESO | 80 |
| 4.1 BALANCE DE MATERIA | 80 |
| 4.1.1 Secado | 83 |
| 4.1.2 Extracción Soxhlet | 83 |
| 4.1.3 Rotaevaporación | 84 |
| 4.2 BALANCE DE ENERGÍA | 85 |
| 4.2.1 Secado | 88 |
| 4.2.2 Extracción Soxhlet | 89 |
| 4.2.3 Rotaevaporación | 90 |
| | |
| 5. ANÁLISIS DE COSTOS | 93 |
| 5.1 COSTO DE MATERIA PRIMA Y SOLVENTE | 93 |
| 5.2 COSTO DE EQUIPOS | 94 |
| 5.3 COSTOS ENERGÉTICOS | 96 |
| | |
| 6. CONCLUSIONES | 98 |
| | |
| 7. RECOMENDACIONES | 100 |
| | |
| BIBLIOGRAFÍA | 101 |
| | |
| ANEXOS | 109 |

LISTA DE DIAGRAMAS

| | pág |
|--|------------|
| Diagrama 1. Diagrama de flujo del proceso experimental para la extracción de lípidos con propanol. | 52 |
| Diagrama 2. Diagrama de proceso. | 80 |
| Diagrama 3. Balance de materia. | 81 |
| Diagrama 4. Balance de energía. | 88 |

LISTA DE GRÁFICAS

| | pág |
|---|------------|
| Gráfica 1. Rendimiento de aceite de acuerdo al tamaño de partícula. | 33 |
| Gráfica 2. Distribución de partículas en el tamizado. | 57 |
| Gráfica 3. Porcentajes de extracto y aceite recuperado a 30 min, 1 h y 2 h. | 64 |

LISTA DE TABLAS

| | pág |
|--|------------|
| Tabla 1. Composición de Coffea arabica y Coffea canephora. | 24 |
| Tabla 2. Rendimientos obtenidos por distintos métodos de extracción. | 43 |
| Tabla 3. Peso de los criterios para la selección del solvente | 48 |
| Tabla 4. Comparación de contenidos de humedad de distintas fuentes. | 55 |
| Tabla 5. Resultados del tamizado. | 56 |
| Tabla 6. Resultados del diámetro promedio de partícula. | 58 |
| Tabla 7. Resultados de la extracción con hexano a condiciones estándar. | 59 |
| Tabla 8. Resultados de la cromatografía del aceite extraído con hexano. | 61 |
| Tabla 9. Resultados de ácidos grasos Trans en el aceite extraído con hexano. | 61 |
| Tabla 10. Valor de acidez y contenido de AGL registrado por algunos autores. | 68 |
| Tabla 11. Índices de saponificación registrados por varios autores. | 70 |
| Tabla 12. Materia insaponificable registrado por varios autores. | 71 |
| Tabla 13. Pruebas fisicoquímicas adicionales registradas por varios autores. | 73 |
| Tabla 14. Peso de los criterios para la selección de la aplicación. | 76 |
| Tabla 15. Corrientes involucradas en el secado. | 83 |
| Tabla 16. Corrientes involucradas en la extracción Soxhlet. | 84 |
| Tabla 17. Corrientes involucradas en la rotaevaporación. | 85 |
| Tabla 18. Calor específico para la borra de café y el extracto. | 86 |
| Tabla 19. Datos caloríficos obtenidos para el propanol | 87 |

LISTA DE CUADROS

| | pág |
|--|------------|
| Cuadro 1. Ejemplo de matriz Pugh. | 45 |
| Cuadro 2. Matriz para la selección del solvente. | 49 |
| Cuadro 3. Diseño de experimentos. | 51 |
| Cuadro 4. Resultados de la extracción de lípidos con propanol. | 63 |
| Cuadro 5. Resultados del análisis ANOVA. | 66 |
| Cuadro 6. Matriz para la selección de la aplicación. | 77 |
| Cuadro 7. Costos de materia prima y solvente. | 93 |
| Cuadro 8. Costo de los equipos y materiales. | 95 |
| Cuadro 9. Costos energéticos del proceso. | 96 |

LISTA DE FIGURAS

| | pág |
|--|------------|
| Figura 1. Extracción Soxhlet. | 28 |
| Figura 2. Montaje del tamizado realizado. | 37 |
| Figura 3. Montaje de la extracción Soxhlet con hexano. | 40 |
| Figura 4. Montaje para la rotaevaporación. | 41 |
| Figura 5. Cromatógrafo de gases con detector de ionización de llama. | 42 |

LISTA DE ECUACIONES

| | pág |
|---|-----|
| Ecuación 1. Cuantificación del contenido de humedad. | 36 |
| Ecuación 2. Fracción másica que se retiene en el tamiz i . | 37 |
| Ecuación 3. Diámetro Promedio en el tamiz i . | 38 |
| Ecuación 4. Diámetro Promedio de Superficie-Volumen. | 38 |
| Ecuación 5. Diámetro Promedio de Masa. | 38 |
| Ecuación 6. Diámetro Promedio de Volumen. | 38 |
| Ecuación 7. Diámetro Promedio Aritmético. | 39 |
| Ecuación 8. Número de tratamientos. | 50 |
| Ecuación 9. Porcentaje de recuperación del extracto. | 53 |
| Ecuación 10. Porcentaje de recuperación de aceite. | 53 |
| Ecuación 11. Cálculo del contenido de humedad de la muestra. | 54 |
| Ecuación 12. Cálculo del error en el proceso de tamizado. | 56 |
| Ecuación 13. Ejemplo para el cálculo de ξ . | 56 |
| Ecuación 14. Ejemplo para el cálculo de D_{pi} . | 57 |
| Ecuación 15. Cálculo de la desviación estándar del tamaño de partícula. | 58 |
| Ecuación 16. Cálculo del diámetro promedio de partícula mediante mediana estadística. | 59 |
| Ecuación 17. Cálculo del rendimiento de la extracción de lípidos con hexano. | 60 |
| Ecuación 18. Cálculo del error relativo. | 60 |
| Ecuación 19. Cálculo del contenido de ácidos grasos libres. | 68 |
| Ecuación 20. Balance de Materia en la unidad de secado. | 82 |
| Ecuación 21. Balance de Materia en la unidad de extracción Soxhlet. | 82 |
| Ecuación 22. Balance de materia en la unidad de rotaevaporación. | 82 |
| Ecuación 23. Balance General de Materia del proceso de extracción de aceite | 83 |
| Ecuación 24. Calor específico (J/kg*K) de acuerdo a Choi y Okos. | 85 |
| Ecuación 25. Calor específico molar del propanol en estado líquido. | 87 |
| Ecuación 26. Calor específico molar del propanol en estado gaseoso. | 87 |
| Ecuación 27. Cálculo de la entalpía específica. | 88 |
| Ecuación 28. Balance de energía del proceso de secado. | 89 |
| Ecuación 29. Calor perdido por el enfriamiento de la borra de café seca. | 89 |
| Ecuación 30. Balance de energía del proceso de extracción. | 89 |
| Ecuación 31. Calor necesario para calentar y evaporar el solvente en la extracción. | 90 |
| Ecuación 32. Calor de condensación para el proceso de extracción. | 90 |
| Ecuación 33. Calor perdido por el enfriamiento de la mezcla extracto-solvente. | 90 |
| Ecuación 34. Balance de energía en el proceso de rotaevaporación. | 91 |

| | |
|--|----|
| Ecuación 35. Calor necesario para la evaporación del solvente en la rotaevaporación. | 91 |
| Ecuación 36. Calor de condensación para el proceso de rotaevaporación. | 91 |

LISTA DE ANEXOS

| | pág |
|--|------------|
| Anexo A. Datos De Solventes Para Someter A Rotaevaporación | 110 |
| Anexo B. Costos De Los Solventes | 111 |
| Anexo C. Sustancias Controladas Por Dirección Antinarcóticos. | 112 |
| Anexo D. Cromatografía De Gases Del Aceite Extraído | 113 |
| Anexo E. Análisis ANOVA Para El Porcentaje De Extracto Recuperado | 115 |
| Anexo F. Análisis ANOVA Para El Porcentaje De Aceite Recuperado | 116 |
| Anexo G. Datos Del 1-Propanol | 117 |
| Anexo H. Tarifa de Energía Junio De 2020 | 118 |

GLOSARIO

BORRA: también llamado café gastado, cuncho o SCG, es un subproducto obtenido a partir del proceso de café soluble y de la preparación de la bebida del grano tostado y molido.¹

CAFÉ: grano que proviene del árbol o arbusto de cafeto, el tipo rubiácea crece en climas cálidos.²

CRIOCONCENTRACIÓN: técnica para eliminar la cantidad de agua de una solución con el fin de formar y separar cristales de alta pureza mediante el proceso de congelamiento.³

CROMATOGRAFIA DE GASES: técnica analítica que se utiliza para separar componentes orgánicos según sus volatilidades y entrega información de forma cualitativa y cuantitativa de los compuestos presentes en la mezcla. Los componentes se separan por diferencias de partición entre la fase móvil y fase estacionaria.⁴

ESTADISTICO DE PRUEBA: variable aleatoria que se calcula a partir de los datos de la muestra y se utiliza para determinar la influencia de un factor en una o más variables de respuesta, para decidir si se acepta o se rechaza la hipótesis nula.⁵

EXTRACCIÓN: técnica para separar un componente de una mezcla utilizando un disolvente.⁶

¹ RODRÍGUEZ VALENCIA, Nelson y ZAMBRANO FRANCO, Diego Antonio. Los subproductos del café: Fuente de energía renovable. *Avances técnicos Cenicafé*. 2010, 393, p 2. ISSN 0120-0178. <http://www.jotagallos.com/agricola/assets/cenicafe-avance-tecnico-393-subproductos-del-cafe.pdf>

² CAFÉ PARA cardiólogos [Anónimo]. Revista colombiana de cardiología. {En línea} 2005, Vol. 11, no. 8, p. 357. ISSN 0120-5633. Disponible en: <http://www.scielo.org.co/pdf/rcca/v11n8/v11n8a1.pdf>

³ RAMIREZ, Alejandra. CRIOCONCENTRACIÓN EN BLOQUE DE SOLUCIONES ACUOSAS DE CAFÉ. *Vitae*. 2012. Vol.19. pp. 54. ISSN 0121-4004

⁴ OLGUÍN PÉREZ, Laura Patricia y RODRÍGUEZ MADAGÁN, Héctor. Cromatografía de gases. [en línea]. Material de estudio. Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México: 2004. [Consultado 16, marzo, 2020]. Disponible en: http://www.ibt.unam.mx/computo/pdfs/met/cromatografia_de_gases.pdf

⁵ MINITAB. ¿Qué es un estadístico de prueba? [Sitio Web]. Chicago. La entidad. [31, julio, 2020]. Disponible en: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/18/help-and-how-to/statistics/basic-statistics/supporting-topics/basics/what-is-a-test-statistic/#:~:text=Un%20estad%C3%ADstico%20de%20prueba%20es,espera%20bajo%20la%20hip%C3%B3tesis%20nula>

⁶ UNIVERSIDAD DE BURGOS. Extracción Líquido-Líquido. [Sitio Web]. Burgos: La entidad. [Consultado 17, marzo, 2020]. Disponible en: <https://riubu.ubu.es/bitstream/handle/10259.3/62/20.3%20-%20Extracci%F3n%20l%EDquido-l%EDquido.pdf;jsessionid=8C28C1527608F75D94641C1DEF6CF9C2?sequence=3>

LÍPIDOS: biomoléculas que tienen como característica ser muy poco solubles en el agua y ser muy solubles en disolventes no polares.⁷

ROTAEVAPORACIÓN: método utilizado para separar mediante la evaporación a presión reducida y suave, el solvente del soluto de interés.⁸

⁷ PORTO ANDIÓN, Alejandro. Tema 6:Lípidos. [Sitio Web]. Oleiros: La entidad. [Consultado 17, marzo, 2020]. Disponible en: <http://www.bionova.org.es/biocast/documentos/tema06.pdf>

⁸ CLASES DE QUIMICA. [sitio web]. Madrid: Técnicas de separación, Técnicas de laboratorio para química ambiental. [Consultado 19, marzo, 2020]. Disponible en: <https://clasesdequimica2015.jimdofree.com/>

RESUMEN

La borra de café, o también llamado café gastado, es un residuo abundante proveniente de la elaboración de la bebida de café, que posee muchos componentes de interés para la industria como los lípidos. En este trabajo se estudia la extracción de aceite a partir de la borra de café utilizando un solvente alternativo al hexano mediante el método de extracción Soxhlet. En primer lugar, se realizó una revisión bibliográfica con el objetivo de encontrar las condiciones óptimas que se han trabajado en el proceso de extracción de lípidos para obtener el rendimiento más alto (15,28%), siendo el método más eficaz el Soxhlet utilizando hexano como solvente en un tiempo de 30,4 minutos; además, se estudiaron cuatro posibles solventes (acetato de etilo, etanol, propanol e isopropanol) que pueden sustituir al hexano para disminuir el impacto ambiental y su toxicidad. Para el desarrollo del proyecto se seleccionó como solvente alternativo el propanol ya que por medio de una matriz Pugh se evaluaron los cuatro solventes anteriormente mencionados, teniendo en cuenta los criterios de toxicidad, naturaleza, rendimiento, costo y adquisición del solvente.

Para el procedimiento experimental, se recolectó la muestra de borra y se retiró la humedad sometiéndola a un secado durante 72 horas a 60°C; se calculó el contenido de humedad por gravimetría y se realizó un proceso de tamizado para observar la distribución de los tamaños de partícula y calcular el diámetro promedio, posteriormente se extrajo aceite de dicha muestra utilizando hexano y a las condiciones óptimas para comparar el rendimiento con la literatura, se rotaevaporó la mezcla aceite-solvente para purificar el extracto y se realizó una cromatografía de gases para determinar el perfil lipídico del aceite.

Se diseñaron los experimentos a realizar y se estudió el rendimiento del proceso de extracción utilizando el solvente seleccionado en tres diferentes tiempos de extracción: 30 minutos, 1 hora y 2 horas; se llevaron a cabo dos réplicas de cada proceso y se purificaron los extractos mediante rotaevaporación, posteriormente se lavaron los extractos con hexano para retirar otros compuestos diferentes a los lípidos que pudieron haberse arrastrado con el nuevo solvente, y se purificó el producto final. El mayor rendimiento obtenido de extracto y aceite fue en el tiempo de 2 horas con un porcentaje másico promedio de 18,5038% y 14,8789% respectivamente. A continuación, se realizó una revisión en la literatura de algunas pruebas fisicoquímicas de este tipo de aceite para determinar su naturaleza y sus propiedades.

Finalmente, se elaboró un diseño básico conceptual del proceso con el rendimiento más alto obtenido y un análisis de costos de los equipos y materias primas utilizadas.

Palabras clave: Borra de café, extracción Soxhlet, aceite, solvente, lípidos.

ABSTRACT

The spent coffee grounds, or also called SCG, are an abundant residue from the elaboration of the coffee drink, which has many components of interest to the industry such as lipids. In this work, the extraction of oil from the SCG using an alternative solvent different to hexane using the Soxhlet extraction method is studied. Firstly, a bibliographic review was carried out in order to find the optimal conditions that have been worked in the lipid extraction process to obtain the highest yield (15.28%), the most effective method has been Soxhlet using hexane as solvent in an extraction time of 30.4 minutes; in addition, four possible solvents were studied (ethyl acetate, ethanol, propanol and isopropanol) that can replace hexane to decrease the environmental impact and its toxicity. For the development of the project, propanol was selected as alternative solvent through a Pugh matrix, in which the four previously mentioned solvents were evaluated, taking into account the criteria of toxicity, nature, performance, cost and acquisition.

For the experimental procedure, the SCG sample was collected and the moisture was removed by drying it for 72 hours at 60°C; the moisture content was calculated by gravimetric analysis and a sieving process was carried out to observe the distribution of the particle sizes and calculate the average diameter. Oil was subsequently extracted from the dried sample using hexane and under optimal conditions to compare performance with the literature. The oil-solvent mixture was transferred to a rotary evaporator flask in order to purify the extract, and gas chromatography was performed to determine the lipid profile of the oil.

The experiments to be effected were designed and the performance of the extraction process was studied using the selected solvent in three different extraction times: 30 minutes, 1 hour and 2 hours; two replicates of each process were carried out and the extracts were purified using a rotary evaporator, the extracts were subsequently washed with hexane to remove other compounds but lipids that may have been entrained with the new solvent, and the final product was purified. The highest yield obtained from extract and oil was in the time of 2 hours with an average mass percentage of 18.5038% and 14.8789% respectively. Next, a literature review of some physicochemical tests of this type of oil was developed to determine its nature and properties.

Finally, a basic conceptual design of the process with the highest performance obtained and a cost analysis of the equipment and materials used were worked out.

Key words: *Spent coffee grounds, Soxhlet extraction, oil, solvent, lipids.*

INTRODUCCIÓN

La borra de café es uno de los residuos más abundantes generados durante la producción de la bebida de café que los colombianos consumen diariamente, el cual es normalmente desechado y destinado a los rellenos sanitarios; sin embargo, la presencia de diversos componentes en este material como polisacáridos, lípidos y antioxidantes hacen que la borra tenga potenciales aplicaciones en distintos campos de la industria. Uno de sus usos es el aprovechamiento de los lípidos para la fabricación de productos principalmente para el sector energético y cosmético. Para la extracción de estos compuestos generalmente se usan solventes derivados del petróleo como el hexano, los cuales son muy tóxicos y contaminantes; por este motivo, con este proyecto se desea estudiar un solvente alternativo mucho más amigable con el medio ambiente que pueda reemplazar al hexano como el principal solvente para la extracción de lípidos a partir de la borra de café, haciendo que el proceso sea más sostenible y obteniendo un aceite de valor agregado que puede ser utilizado en distintos sectores.

Este documento presenta la caracterización de propiedades de la borra de café importantes a considerar en la extracción de lípidos como el contenido de humedad y el tamaño de partícula, así como la comparación de los rendimientos obtenidos con hexano por el método estándar utilizado en el laboratorio, con los rendimientos utilizando un solvente alternativo seleccionado mediante una matriz de selección Pugh, en distintos tiempos de extracción para observar la influencia de esta variable en el proceso. Además, se lleva a cabo la cromatografía de gases para determinar los ácidos grasos presentes en el aceite y se realiza una revisión bibliográfica sobre las pruebas fisicoquímicas que permitan conocer las propiedades más importantes que influyan en su calidad y las aplicaciones en los que el aceite se puede utilizar.

Por último, se elaboró un diseño conceptual básico del proceso teniendo en cuenta las operaciones involucradas para la extracción de lípidos con sus respectivos balances de materia y energía, y un análisis de costos de esta propuesta a nivel laboratorio, que incluye la materia prima, el solvente, los equipos y la energía requerida.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar la extracción de los lípidos presentes en la borra de café utilizando un solvente alternativo.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Determinar las principales características de la borra de café que influyen en la extracción de lípidos.
2. Seleccionar el método y el solvente apropiado para la extracción de lípidos partiendo del residuo de café.
3. Elaborar un diseño conceptual básico del proceso de extracción de lípidos.
4. Realizar un análisis de costos del proceso de extracción con un solvente alternativo.

1. GENERALIDADES

La borra de café es un residuo obtenido de la producción de la bebida de café, que puede ser utilizado en diversas formas, entre las cuales se encuentra el aprovechamiento de lípidos. Este capítulo tiene como objetivo introducir los conceptos iniciales y datos generales sobre el café, la borra de café y su potencial utilidad, necesarios para el desarrollo del proyecto y que permiten visualizar el contexto actual, realizar un acercamiento a los potenciales usos para el café gastado, además de introducir los diferentes métodos y solventes que han sido utilizados para la extracción de lípidos.

1.1 CAFÉ

El café es la segunda bebida más consumida en el mundo, el cual proviene de los granos que llevan el mismo nombre y que son cultivados en más de 80 países. Existen más de 80 variedades de café, siendo las más significativas las especies *Coffea arabica* y *Coffea canephora*, también llamadas café arábica y robusta respectivamente.⁹

De acuerdo a la Organización Internacional de Café¹⁰, entre el año 2015 y 2016, la producción mundial de granos de café verde excedió los 9,3 billones de kilogramos, y para los años 2019 y 2020, se proyectó una producción global de 167,4 millones de sacos, que representan más de 10 billones de kilogramos de granos de café, siendo la especie *Coffea arabica* la más producida con 95,68 millones de sacos.

En Colombia, y según la firma Kantar Worldpanel¹¹, los hogares consumieron aproximadamente 7907 millones de tazas de café en el 2017, gastando más de 678 mil millones de pesos en la compra de café, donde el 98% de los hogares compraron este producto. Adicionalmente, en el año 2019, se produjo 14.8 millones de sacos de 60 kg en el país, lo cual equivale a 888000 toneladas.¹² Esto implica que el café es uno de los principales motores de la industria no sólo en Colombia, sino también

⁹ EFTHYMIPOULOS, Ioannis, *et al.* Influence of solvent selection and extraction temperature on yield and composition of lipids extracted from spent coffee grounds. *Industrial crops and products*. 2018, vol. 119, p. 49.

¹⁰ INTERNATIONAL COFFEE ORGANIZATION. What's new. 2020. [Sitio web] [Consultado el 2020-02-07]. Disponible en: <http://www.ico.org/>

¹¹ OLAYA, Martha. ¿Cuánto café compra y consume el colombiano al año? Entérese. *RCN Radio*. 2018. [Sitio Web] [Consultado el 2020-02-07] Disponible en: <https://www.rcnradio.com/economia/cuanto-cafe-compra-y-consume-el-colombiano-al-ano-enterese>

¹² FEDERACIÓN NACIONAL DE CAFETEROS DE COLOMBIA. Producción de café de Colombia cerró el 2019 en 14.8 millones de sacos. 2020. [Sitio Web] [Consultado el 2020-02-07] Disponible en: <https://federaciondecafeteros.org/wp/listado-noticias/produccion-de-cafe-de-colombia-cerro-el-2019-en-148-millones-de-sacos/#:~:text=Bogot%C3%A1%2C%20enero%2014%20de%202020,millones%20de%20sacos%20en%201992>).

en el mundo, y es una de las materias primas más valoradas para la elaboración de distintos productos.

La siguiente tabla muestra la composición del grano de café para las dos especies más comunes:

Tabla 1. Composición de *Coffea arabica* y *Coffea canephora*.

| Componente químico | Arábica (%) | Robusta (%) |
|-----------------------|-------------|-------------|
| Polisacáridos | 50,8 | 56,40 |
| Sacarosa | 8,00 | 4,00 |
| Azúcares reductores | 0,10 | 0,40 |
| Proteínas | 9,80 | 9,50 |
| Aminoácidos | 0,50 | 0,80 |
| Cafeína | 1,20 | 2,20 |
| Trigonelina | 1,00 | 0,70 |
| Lípidos | 16,20 | 10,00 |
| Ácidos alifáticos | 1,10 | 1,20 |
| Ácidos clorogénicos | 6,90 | 10,40 |
| Minerales | 4,20 | 4,40 |
| Compuestos aromáticos | trazas | trazas |

Fuente: PUERTA QUINTERO, Gloria Inés. Composición química de una taza de café. Centro Nacional de Investigaciones de Café, Fondo Nacional del Café, Cenicafé. 2011, p. 3. [En Línea] [Consultado el 2020-02-09] Disponible en: <https://www.cenicafe.org/es/publications/avt04142.pdf>

Como se observa en la tabla, más de la mitad de la composición del grano corresponde a polisacáridos, y en segundo lugar de abundancia, se encuentran los lípidos, que pueden estar presentes en un porcentaje hasta de 16,20% en el café arábica, la especie más común en el mundo. En menor cantidad, existen otros componentes como proteínas, cafeína, minerales, entre otros, que le aportan un valor agregado al grano.

1.2 OBTENCIÓN DE CAFÉ SOLUBLE

Para la obtención de la bebida de café, se requiere que los granos se sometan a procesos de tostación, molienda y extracción con agua caliente, para obtener los compuestos del café solubles en agua. El grado de tostación y el diámetro de partícula después de la molienda dependen del tipo de café a preparar y de las propiedades organolépticas que se desean obtener. Luego de la extracción de los compuestos solubles con agua, se genera un residuo que posteriormente es desechado, llamado café gastado, borra, cuncho o SCG (Spent Coffee Grounds por sus siglas en inglés).

Los procesos de tostación, molienda y extracción son comunes para las industrias de producción de café soluble y las tiendas artesanales de café. Para la producción del café instantáneo en las grandes industrias como Decafé, Colcafé, Nestlé, Café Liofillizado e Industrias Aliadas, se requieren procesos de concentración y secado para retirar el agua del extracto y así obtener los sólidos solubles secos en forma de polvo o granulados, que son el producto final.¹³

La concentración tiene como objetivo reducir el contenido de agua generalmente desde un 85% a 90%, hasta un 55% a 60% en el extracto. Se puede realizar mediante una evaporación al vacío (para que el agua evapore a 45°C), o mediante una criocentración, en la que se enfría el extracto usando agua por debajo de los 0°C, para que ésta forme cristales y se retiren mediante filtros especiales.¹⁴

El secado es el segundo proceso que elimina la humedad remanente en el extracto con mucho cuidado para evitar la pérdida de componentes volátiles apreciados en la bebida. Se puede realizar por atomización, donde el extracto es atomizado desde una alta torre y se genera una nube de gotas pequeñas que facilitan la evaporación del agua con la inyección de aire caliente en la torre (a 40°C o 50°C y presiones menores a la atmosférica); o por liofilización, en la cual se congela el extracto hasta -50°C aproximadamente y se somete a un vacío profundo para que el agua remanente sublime y pueda separarse de los demás componentes.¹⁵

1.3 CAFÉ GASTADO O BORRA DE CAFÉ

El café gastado se obtiene luego del proceso de extracción, y es un residuo poco usado por las industrias, y aún menos usado por los locales de café. El 50% de estos residuos es producido por las grandes empresas y tiendas de café. Se estima que se producen 650 kilogramos de residuos por cada tonelada de grano verde de café, y que se obtienen cerca de 2 kg de café gastado húmedo por cada kg de café

¹³ CAFÉ DE COLOMBIA. Producción de Café Soluble. [Sitio Web] [Consultado en 2020-02-11] Disponible en: http://www.cafedecolombia.com/particulares/es/sobre_el_cafe/el_cafe/industrializacion/produccion_de_cafe_soluble/

¹⁴ Ibid., p. 3.

¹⁵ Ibid., p. 4,5.

soluble producido.¹⁶ Además, se estima que en las grandes industrias se procesan cerca de 67000 toneladas/año de café verde, generando residuos de aproximadamente 22000 toneladas/año en base seca, que generalmente se destinan a rellenos sanitarios (60%), pueden utilizarse como combustible para las calderas (13,33%) o se incineran sin uso definido (26,67%).¹⁷

La borra de café posee una inmensa cantidad de componentes que pueden llegar a ser útiles en diferentes campos de la industria como polisacáridos, lípidos, polifenoles y tanninos que pueden tener un valor agregado. La composición del café gastado varía de acuerdo al tipo de grano y a los procesos a los que fue sometido previamente.

Los polisacáridos (celulosa y hemicelulosa) representan aproximadamente el 50% en base seca del café gastado; la lignina y las proteínas cerca del 20%, mientras que el contenido de lípidos puede variar de un 10% a un 20%, dependiendo de las variedades de café y a los métodos de extracción utilizados.¹⁸ Por lo tanto, es una fuente importante de ácidos grasos que pueden tener gran relevancia en diversos campos industriales. Además de estos compuestos, se encuentran otros como minerales, polifenoles, tanninos y cafeína.

1.4 USOS DE LA BORRA DE CAFÉ

La borra de café ha demostrado tener una gran variedad de usos en diversos campos industriales, desde la extracción de compuestos útiles para la fabricación de nuevos productos con valor agregado, hasta su uso como combustible y adsorbente.¹⁹

De acuerdo a McNutt y He²⁰, los polisacáridos que contiene el café gastado (aproximadamente 50%) se pueden recuperar realizando una hidrólisis con ácido diluido (generalmente ácido sulfúrico) o enzimas como celulasa y hemicelulasa; estos compuestos pueden ser usados como aditivos alimentarios para mejorar los beneficios a la salud, o para la producción de bioetanol mediante fermentación.

Los lípidos extraídos han sido principalmente usados para la producción de biodiesel, y tienen un potencial uso en la cosmética y como aditivo alimentario (principalmente en panificación y confitería) si el aceite se extrae en alto grado de

¹⁶ MATA, Teresa M.; MARTINS, António A. & CAETANO, Nídia S. Bio-refinery approach for spent coffee grounds valorization. *Bioresource technology*. 2018, vol. 247, p. 1079.

¹⁷ RIAÑO LUNA, Campo Elías. Tecnología del café. Universidad Nacional Abierta y a Distancia, Facultad de Ing. De Alimentos, Curso de Tecnología del Café, p. 211. Disponible en: http://infocafes.com/portal/wp-content/uploads/2017/02/213956_2-9-1-13.pdf

¹⁸ KOURMENTZA, C., *et al.* Spent coffee grounds make much more than waste: Exploring recent advances and future exploitation strategies for the valorization of an emerging food waste stream. *Journal of Cleaner Production*. 2018, vol. 172, p. 989.

¹⁹ MCNUTT, Josiah & HE, Quan (Sophia). Spent coffee grounds: A review on current utilization. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 2019, vol. 71, pp. 79-87.

²⁰ *Ibid*, p. 80,81.

pureza. Los otros compuestos como antioxidantes y fenoles, entre ellos cafeína, ácido clorogénico y flavonoides, pueden ser extraídos con alcoholes como metanol, y son utilizados en el campo alimenticio (como aditivos) y farmacéutico, además de la producción de impermeabilizantes, entre otros.²¹

Además, también se ha utilizado la borra de café como combustible sólido para las calderas de las fábricas, como materia prima para producir biogás y gas de síntesis mediante digestión y gasificación/pirólisis, respectivamente, para fabricar materiales de construcción y como un excelente filtro de adsorción, entre otros usos; sin embargo, no es aconsejable utilizarlo como compostaje, a excepción de ciertos casos especiales, debido a su relación C/N, a la presencia de compuestos como polifenoles y tanninos, y a su grado de acidez.²²

1.5 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS

Existen diversos métodos para la extracción de lípidos que permiten obtener aceite a partir del café gastado con buenos rendimientos si se utilizan las condiciones apropiadas. Los métodos que han sido estudiados para la extracción de estos compuestos en esta materia prima son el método Soxhlet, el método por fluido supercrítico y otras variaciones similares asistidos por microondas o ultrasonidos.

El método Soxhlet se utiliza para sistemas sólido-líquido y su objetivo es extraer lípidos presentes en una muestra sólida con ayuda de un disolvente líquido. El procedimiento consiste en calentar el disolvente a temperaturas superiores a la del ambiente hasta llegar a su punto de ebullición, logrando su evaporación y posterior condensación mediante un refrigerante sobre el dedal donde se encuentra la muestra, y mediante ciclos continuos, se logra la extracción de contenido graso de la muestra.²³

Una de sus ventajas es realizar la extracción con el disolvente caliente para así beneficiar la solubilidad de los analitos, además de que el uso de este método es muy simple; tampoco es necesario emplear en el producto final de la extracción la filtración debido a que la muestra nunca se va a mezclar directamente con el solvente, y se obtiene un rendimiento más óptimo a diferencia de otros métodos como la extracción con fluidos supercríticos.²⁴

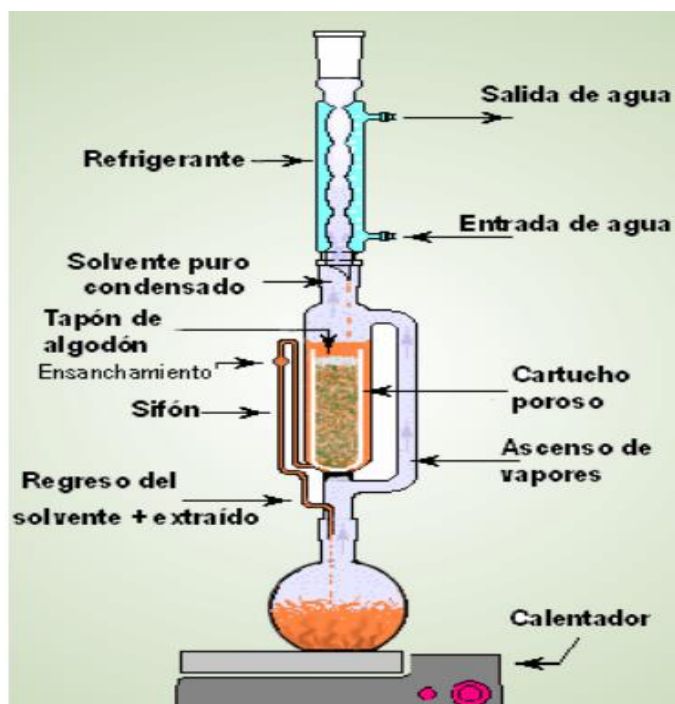
²¹ Ibid, p. 79.

²² Ibid, p. 81,83,84,85.

²³ UNIVERSIDAD PABLO DE OLAVIDE. Determinación del contenido graso de leche en polvo: Extracción Soxhlet. Sevilla: 2004. p. 1-3. [Práctica de laboratorio]. [Consultado el 2020-02-13]. Disponible en: https://www.upo.es/depa/webdex/quimfis/docencia/TAQ/curso0405/TAQP5_0405.pdf

²⁴ Ibid, p. 2.

Figura 1. Extracción Soxhlet.



Fuente: NUÑEZ, Carlos Eduardo. Extracciones con equipo Soxhlet. Centro Nacional de Investigaciones de Café, Fondo Nacional del Café, Cenicafé. 2008, p.1. [Sitio Web] [Consultado el 2020-03-03] Disponible en: http://www.cenunez.com.ar/archivos/39-ExtraccinconequipoSoxhlet.pdf?fbclid=IwAR1BJQO66tfYxWY6IbLnCYoOLa_NkOkUsziiHnVzwCPcrsHMthPTtB9FrYQ

La extracción por fluido supercrítico es una técnica que consiste en usar una sustancia que, a unas determinadas condiciones de presión y temperatura, se sitúa más allá de su punto crítico, encontrándose en un estado entre un líquido y un gas; estas condiciones se modifican hasta superar su temperatura y presión críticas para cambiar sus propiedades y así poder extraer los compuestos de interés, los solventes más usados son el clorotrifluorometano (CClF_3), el dióxido de carbono (CO_2), el pentano (C_5H_{12}) y el agua (H_2O).²⁵ Para este tipo de extracción, el fluido más utilizado es el dióxido de carbono. La principal ventaja de este método es la

²⁵ VAZQUEZ DE FRUTOS, Luis. Extracción con fluidos supercríticos y síntesis enzimática para la obtención de lípidos funcionales. Tesis doctoral. Madrid: Universidad autónoma de Madrid, 2008. P. 33-52 [En línea] [Consultado el 2020-02-24] Disponible en: https://repositorio.uam.es/bitstream/handle/10486/1830/5441_vazquez_frutos_luis.pdf?sequence=1&isAllowed=y

facilidad de separar el soluto con el fluido supercrítico, lo cual no es posible en otros procesos y permite que el extracto tenga un mayor grado de pureza, además la extracción se realiza en tiempos cortos y no se usa un solvente tóxico e inflamable. Sin embargo, la principal desventaja es su elevado costo.²⁶

Existen dos métodos muy similares conocidos como extracción con microondas y por ultrasonido; el primero se refiere a las sustancias que se calientan por dos mecanismos: conducción iónica y rotación dipolo. La generación de calor requiere de la presencia de compuestos dieléctricos y que el solvente absorba la energía del microondas.²⁷ El fin de esta etapa es lograr la penetración del solvente en el material sólido para separar el extracto del sólido. En comparación con otros métodos convencionales, este método es más efectivo y económico, la cantidad de solvente requerido es menos que en otros procesos y su principal ventaja es la obtención de mayor rendimiento de la fuente de calor.²⁸ El segundo método por ultrasonido es un proceso mecánico, el cual se utiliza un elemento transductor que transforma la alta frecuencia de los sonidos en vibraciones mecánicas que producen la extracción del compuesto de interés, haciendo que las partículas sólidas y líquidas vibren aceleradamente hasta que el soluto pasa de la fase sólida al solvente, la principal fuente de energía de ultrasonido son las colisiones entre las burbujas.²⁹ El uso de este método es más económico y no se requiere de tantos instrumentos para su proceso, también acelera las reacciones enzimáticas además de las técnicas de extracción líquido-líquido, y favorece la eficiencia de la transferencia de masa. Sin embargo, el rendimiento de extracción de lípidos mediante estos procesos no ha superado el rendimiento obtenido utilizando el método Soxhlet.³⁰

Entre otros métodos para la extracción de lípidos está el proceso de percolación, el cual se realiza por medio de una lluvia del disolvente que abarca toda la masa sin que llene los espacios vacíos que hay entre la borra del café; cuando el solvente tiene contacto con la superficie, su velocidad es cada vez más grande ya que éste,

²⁶ RUIZ SALA, Pedro. Aplicación del dióxido de carbono supercrítico al procesado de alimentos: Nata, subproductos del refinado de aceites vegetales y aceite de naranja. Tesis de pregrado. Madrid: Universidad Complutense de Madrid, 1996. p. 22. [en línea] [Consultado el 2020-02-24] Disponible en: <http://webs.ucm.es/BUCM/tesis//19911996/D/1/AD1013201.pdf>

²⁷ DESTANDAU, Emilie, ELFAKIR, Claire & MICHEL, Thomas. Microwave-assisted Extraction. *RSC Green Chemistry*. 2013, vol. 115, p. 115.

²⁸ YADAV, Nikhta., SHARMA, Shubham. & JOYS, Jaison. Microwaved assisted extraction. Tesis de pregrado. Prayagraj: MNNIT Allahabad Departamento de Ingeniería Química, 2019. p 15-16. [en línea]. [Consultado el 2020-02-02]. Disponible en: <https://www.slideshare.net/NikhitaYadav1/microwave-assisted-extraction-182404298>

²⁹ AZUOLA, Rocío y VARGAS, Pedro. Extracción de sustancias asistida por ultrasonido (EUA). *Tecnología en marcha*. 2007, Vol. 20-4, p. 32. [en línea] [Consultado el 2020-02-02]. Disponible en: https://campus.exactas.uba.ar/pluginfile.php/62406/mod_resource/content/1/extracci%C3%B3n%20usae.pdf

³⁰ MORALES BERMÚDEZ, María Fernanda. Determinación de hidrocarburos en muestras de agua por extracción líquido-líquido. Tesis de pregrado. Alicante: Universidad de Alicante, 2011. p. 5-9. [en línea] [Consultado el 2020-02-02]. Disponible en: <https://iuaca.ua.es/es/master-agua/documentos/gestadm/trabajos-fin-de-master/maria-fernanda-morales.pdf>

por efecto de la gravedad, se desliza rápidamente. Es recomendable utilizar este método cuando hay una baja presencia de finos y semillas oleaginosas, se obtiene como resultado una concentración alta de aceite por causa del reciclado de la miscela.

Por otro lado, está la extracción por el método de inmersión que, por el contrario, se realiza sumergiendo la borra de café completamente en el solvente, el cual penetra en el sólido, su velocidad cuando entra en contacto con la materia prima es necesariamente lenta para que haya un mejor rendimiento y se puede realizar una extracción continua. El proceso por inmersión es más fácil incluso cuando se trabaja con partículas finas.³¹ Se recomienda calentar el solvente para aumentar la solubilidad de los lípidos en él y disminuir el tiempo de extracción.

Finalmente se encuentra el método de extracción acelerada con disolventes, que consiste en colocar la muestra en un recipiente, y luego se le agrega cierta cantidad de disolvente para calentar la mezcla a una temperatura mayor que el punto de ebullición del disolvente, generando así una presión elevada. Al final de la extracción, el extracto se expulsa con nitrógeno y se traslada directamente a un vial. Este método de extracción es nuevo junto con la extracción acelerada con disolventes a altas presiones, aparte de ser rápido y efectivo para muestras sólidas.³²

1.6 SOLVENTES DERIVADOS DEL PETRÓLEO PARA LA EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS

Actualmente, los solventes utilizados para la extracción de lípidos presentes en diversas materias primas son sustancias de origen petroquímico, como el pentano, el hexano, el heptano y el octano, siendo el más usado el hexano debido a su baja polaridad, lo cual causa su inmiscibilidad en el agua, ya que es necesario que el componente deseado sea más soluble en el disolvente de extracción y también que no sea miscible en otros disolventes que, en la mayoría de casos, es agua. Otro factor que favorece la extracción es su punto normal de ebullición (T_b: 69°C), ya que tiene una temperatura menor a otros disolventes y, teniendo una alta volatilidad, se puede eliminar fácilmente el contenido extraído mediante evaporación o destilación. Se puede obtener un rendimiento de 15,28% de aceite de café en 30,4

³¹ STARRK, George. Procesos de extracción por percolación e inmersión. 2010. p. 8-12. [Presentaciones] [En línea] [Consultado el 2020-03-10]. Disponible en: <https://prezi.com/nttsiafmrjky/procesos-de-extraccion-por-percolacion-e-inmersion/>

³²SALINAS VILLADA, Juan Felipe. Análisis instrumental II preparación de muestras para análisis cromatográfico. Pereira: Universidad tecnológica de Pereira, 2014. p. 2-3. [Informe de laboratorio] [en línea] [Consultado el 2020-03-10]. Disponible en: <http://blog.utp.edu.co/docenciaedwin/files/2014/03/Preparaci%C3%B3n-Muestras.pdf>

minutos mediante el método Soxhlet y utilizando hexano, siendo el rendimiento más alto obtenido por cualquier método.³³

El pentano, hexano, heptano y octano, cuyos puntos de ebullición son 36°C, 69°C, 98°C y 126°C respectivamente, son ampliamente usados por su fácil manejo, volatilidad, calor latente de vaporización, densidad aceptable, fácil disponibilidad en un costo razonable, fácil recuperabilidad y su naturaleza anfipática o apolar, lo cual indica que son más selectivos y tienen más afinidad por los componentes apolares. Sus principales desventajas es que estos solventes no son favorables para el medio ambiente por su alta toxicidad e inflamabilidad, generando un impacto negativo en el ecosistema y un riesgo para la salud humana y la seguridad de los trabajadores involucrados en su manipulación. Su aporte en la extracción es aumentar la velocidad, ya que si tuvieran un punto de ebullición alto, la velocidad de la extracción disminuiría; esto se debe a que, a medida que la temperatura de ebullición aumenta, el caudal del solvente que se evapora disminuye significativamente, y por ende, la velocidad del proceso, lo que implica mayores tiempos necesarios para la extracción.³⁴

1.7 FACTORES IMPORTANTES A CONSIDERAR PARA LA EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS DEL CAFÉ GASTADO

Existen diversas características de la borra de café que pueden ser influyentes en el rendimiento durante la extracción de los lípidos. De acuerdo al método de extracción, factores como la temperatura, la relación solvente/borra, el contenido de humedad, el tamaño de partícula, el solvente y el tiempo de extracción toman relevancia.

1.7.1 Temperatura Del Solvente. La temperatura del solvente es una característica que toma importancia en métodos como los de inmersión y percolación, en los cuales el solvente entra en contacto directo con la muestra; esta variable ha sido estudiada por Efthymiopoulos, *et al.*³⁵ y se concluyó que el rendimiento se ve favorecido por las altas temperaturas debido al aumento de la solubilidad de los lípidos en el solvente. Sin embargo, para estos métodos, la temperatura no puede ser superior al punto de ebullición del solvente, para evitar su evaporación. Para otros métodos de extracción, la temperatura se convierte en un parámetro; por ejemplo, en la extracción Soxhlet, la temperatura siempre debe alcanzar el punto de ebullición del solvente para que éste se evapore y pueda

³³ AL-HAMAMRE, Zayed; *et al.* Oil extracted from spent coffee grounds as a renewable source for fatty acid methyl ester manufacturing. *Fuel*. 2012, Vol. 96, p. 73.

³⁴ TABIO GARCÍA, Danger, *et al.* Extracción de aceites de origen vegetal. Monografía. Universidad Tecnológica de La Habana, La Habana: 2017. p. 13-15. [en línea]. [Consultado el 2020-03-12]. Disponible en:

https://www.researchgate.net/publication/317007345_Extraccion_de_aceites_de_origen_vegetal

³⁵ EFTHYMIOPOULOS. Influence of solvent selection and extraction temperature on yield and composition of lipids extracted from spent coffee grounds. *Op. cit.*, p. 49,53,54..

condensarse posteriormente sobre el dedal donde se ubica la muestra. En este caso, la temperatura no es una variable que afecte considerablemente el proceso de extracción ya que siempre debe estar fijado en un valor determinado.

1.7.2 Relación Solvente/Borra. Otro factor importante en métodos como la percolación y la inmersión es la relación solvente/borra, debido a que el solvente se satura con el extracto e impide que el proceso alcance altos rendimientos. Esta variable ha sido ampliamente estudiada por Somnuk, Eawlex & Prateepchaikul.³⁶ Para esta característica, se observó que la mejor relación solvente/borra debe ser de 22,5 g solvente/g borra para obtener un óptimo rendimiento. Esta relación pierde importancia en métodos como el Soxhlet ya que este método incluye ciclos de evaporación y condensación del solvente y no permite que el solvente se sature con el aceite extraído.³⁷

1.7.3 Contenido de humedad. El contenido de humedad del café gastado es otro aspecto que se debe considerar, ya que se ha demostrado que altos porcentajes resultan en bajos rendimientos porque impide la penetración del solvente y la difusión del aceite, un porcentaje menor o igual al 11% en peso ha favorecido a la extracción de lípidos de acuerdo a Efthymiopoulos, *et al.*³⁸ Un menor porcentaje de humedad es beneficioso para el proceso, alcanzando rendimientos óptimos, mientras que un valor alto dificulta la remoción del aceite. El café gastado puede llegar a contener entre 1,18% y 65,7% de humedad en peso de acuerdo al tipo de café y a los procesos a los que fue sometido.³⁹ Además, un alto contenido de humedad causa el rápido deterioro de la muestra y facilita el crecimiento microbiano; por lo tanto, es necesario retirar la humedad libre de la muestra sometiéndola a un secado para conservarla y obtener altos porcentajes de extracto.

1.7.4 Tamaño de partícula. El tamaño de partícula también influye en la extracción de lípidos ya que, una partícula gruesa reduce el área superficial disponible para el contacto entre el solvente y la materia prima, afectando negativamente la transferencia de masa de la muestra sólida al solvente y disminuyendo los rendimientos de extracto obtenido; y partículas muy finas también perjudican al proceso porque éstas se compactan y aglomeran, reduciendo igualmente el área superficial disponible para el flujo del solvente. Efthymiopoulos, *et al.*⁴⁰ llevó a cabo diferentes pruebas de extracción de aceite con distintos tamaños de partícula (<0,5

³⁶ SOMNUK, Krit, EAWLEX, Pichai, & 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*. 2017, Vol. 51, nro. 3, p. 186.

³⁷ EFTHYMIPOULOS, Ioannis, *et al.* Effect of Solvent Extraction Parameters on the Recovery of Oil From Spent Coffee Grounds for Biofuel Production. *Waste and Biomass Valorization*. 2019, Vol. 10, pp. 256.

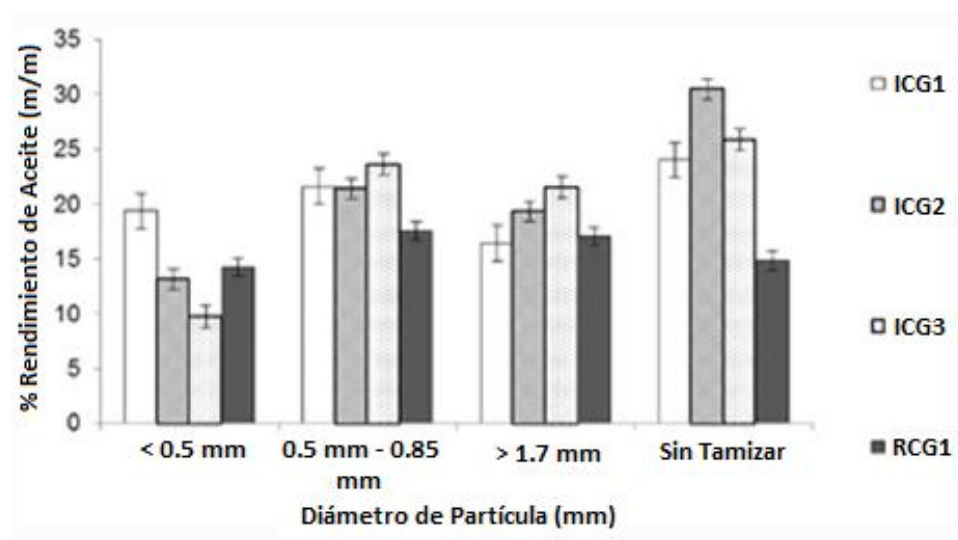
³⁸ *Ibid.*, p. 255.

³⁹ MATA. *Op. Cit.*, p. 1080.

⁴⁰ EFTHYMIPOULOS. Effect of Solvent Extraction Parameters on the Recovery of Oil From Spent Coffee Grounds for Biofuel Production. *Op. Cit.*, p. 259,260.

mm; 0,5mm – 0,85mm; >1,7 mm), concluyendo que los mayores porcentajes de recuperación de aceite se obtuvieron con un diámetro de partícula intermedio (0,5 mm – 0,85 mm). Sin embargo, se obtuvieron mejores resultados cuando las partículas no se separaron de acuerdo a su diámetro, sugiriendo que una mezcla de diferentes diámetros de partícula facilita el flujo de solvente y aceite. En la siguiente gráfica, se observan los porcentajes de aceite recuperado en estas pruebas con diferentes muestras, donde las muestras ICG1, ICG2 y ICG3 provienen de la borra producida por la fabricación de café instantáneo, mientras que RCG1 se obtuvo de locales de café luego de la producción de café espresso:

Gráfica 1. Rendimiento de aceite de acuerdo al tamaño de partícula.



Fuente: EFTHYMIOPOULOS, Ioannis, *et al.* Effect of Solvent Extraction Parameters on the Recovery of Oil From Spent Coffee Grounds for Biofuel Production. 2019. *Waste and Biomass Valorization*, Vol. 10, p. 261.

1.7.5 Solvente de Extracción. El solvente utilizado para la extracción de lípidos influye significativamente en el rendimiento, ya que su naturaleza define si existirá una afinidad con los ácidos grasos. Los solventes como el hexano, el heptano y el octano, por ser apolares, son muy afines a los lípidos, lo que permite recuperar gran cantidad de aceite. Se han estudiado diversos solventes como el metanol, el etanol, el cloroformo y la acetona, los cuales requieren de largos tiempos de extracción para obtener porcentajes de recuperación considerables, y no han llegado a igualar los rendimientos de aceite logrados con hexano; además, la polaridad de estos compuestos implica la posible remoción de otros compuestos afines aparte de los lípidos, perjudicando el proceso. Por esta razón, una de las decisiones más

trascendentales al momento de realizar la extracción es la correcta selección del solvente.⁴¹

1.7.6 Tiempo de Extracción. El tiempo de extracción es uno de los factores más importantes para obtener buenos rendimientos de aceite; de acuerdo al solvente seleccionado, se ha demostrado que un mayor tiempo de extracción favorece la recuperación de aceite hasta cierto momento, en el cual se ha llegado al máximo rendimiento posible. En el caso del hexano, se conoce que llega a este pico a los 30 minutos mediante extracción Soxhlet, más allá de este tiempo no se presentan cambios considerables en los resultados. Con otros solventes, el tiempo es mucho más largo y puede durar hasta 8 horas en algunos casos para llegar al máximo porcentaje de aceite recuperado. Sin embargo, aunque a una mayor duración en el proceso se favorezca el proceso, la recuperación de lípidos va en disminución hasta que no hayan cambios perceptibles en el rendimiento, y en muchos casos, la extracción puede demorar horas para que exista un mínimo aumento en la cantidad de extracto recuperado y alcance su pico.⁴²

1.8 PROCESO PARA LA EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS A PARTIR DE LA BORRA DE CAFÉ

Para asegurar unas mejores condiciones que permitan favorecer el proceso de extracción, es necesario que, después de recolectar la muestra, se realice un proceso de secado a 60°C durante 3 días (72 horas), o en su defecto, a 105°C durante 5 horas para retirar la mayor humedad posible de la borra de café. Luego del secado, y si el tamaño de partícula es muy grande (mayor a 2 mm), se recomienda realizar una molienda para disminuir el diámetro. Finalmente, se selecciona el método y el solvente para realizar el proceso de extracción, se determina la cantidad de café gastado seco y de solvente a utilizar; y posterior a la extracción, se debe realizar la separación de la mezcla aceite-solvente mediante rotaevaporación.⁴³

⁴¹ LOYAO, Alger S.; *et al.* Extraction of lipids from spent coffee grounds with non-polar renewable solvents as alternative. *Industrial Crops and Products*. 2018, Vol. 119, p. 153.

⁴² EFTHYMIOPOULOS. Effect of Solvent Extraction Parameters on the Recovery of Oil From Spent Coffee Grounds for Biofuel Production. *Op. Cit.*, p. 255.

⁴³ *Ibid*, p. 254-260.

2. METODOLOGÍA

Este capítulo tiene como propósito describir los procesos necesarios para determinar las propiedades del café gastado a considerar en la extracción de lípidos, y las pruebas necesarias para la obtención del aceite con un solvente alternativo y su caracterización.

2.1 RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA

La muestra de borra de café se recolectó de la empresa Catación Pública, dedicada a la venta de diferentes bebidas de café a partir del grano de *Coffea arabica*, ubicada en Bogotá D.C.; la muestra se obtuvo luego de que los granos de café tostados y molidos se sometieran a un prensado o un filtrado en contacto con agua caliente para retirar los compuestos solubles en agua que componen la bebida. En este establecimiento, se producen aproximadamente 10 kg de borra de café a la semana, donde más del 50% se produce durante los fines de semana. Se decidió recolectar una muestra aleatoria representativa de 1 kg durante los fines de semana por 4 semanas consecutivas (durante los meses de Noviembre y Diciembre de 2019) utilizando el método de cuarteo; las cuatro muestras elementales obtenidas se mezclaron y homogeneizaron para formar una muestra agregada de 4 kg. Se acordó no recolectar más de 1 kg por semana debido a problemas de espacio para el almacenamiento de la muestra y a su fácil deterioro por la cantidad de humedad presente y el crecimiento de microorganismos.

2.2 SECADO DE LA MUESTRA

La humedad de la muestra es una de las variables que más influyen en la extracción de lípidos debido a que la presencia de agua impide que el solvente penetre completamente en la borra de café; por lo tanto, es necesario realizar un secado previo en un horno a 60°C durante 72 horas (3 días) para retirar completamente la humedad o para que su contenido en la muestra sea menor al 10% en peso.⁴⁴

2.3 CARACTERIZACIÓN DE LA BORRA DE CAFÉ

2.3.1 Cuantificación de la humedad. La cuantificación de la humedad se realizó siguiendo los lineamientos de la norma 2228 de 2019.⁴⁵ Para este caso, se pueden tomar desde 1 g hasta 5 g de la muestra y someterlo a un secado en un horno a 105 °C (para que la temperatura supere el punto de ebullición del agua y así pueda evaporarse completamente) por el tiempo necesario hasta un peso constante, realizando mediciones en varios intervalos de tiempo hasta que la masa no varíe

⁴⁴ LOYAO, Alger. Op. Cit., p. 153.

⁴⁵ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Oleaginosas. Determinación del contenido de humedad y materia volátil. NTC 2228:2019. Bogotá D.C: El instituto, 2019. 16 p.

más de 0,005 g de una medición a otra. De esta manera, la diferencia entre el peso inicial de la muestra y su peso final indicará la cantidad de humedad que contenía. El porcentaje de contenido de humedad (w), se puede expresar de la siguiente manera:

Ecuación 1. Cuantificación del contenido de humedad.

$$w (\%) = \frac{M1 - M2}{M1} \times 100\%$$

Fuente: INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Oleaginosas. Determinación del contenido de humedad y materia volátil. NTC 2228:2019. Bogotá D.C: El instituto, 2019. p. 10.

En donde M1 es el peso de la muestra antes del secado, y M2 es el peso de la muestra después del secado.

2.3.2 Cálculo del tamaño de partícula mediante tamizado. El tamizado es una operación unitaria consistente en pasar una muestra sólida granulada a través de diferentes mallas o tamices con distintas aberturas, para separar las partículas finas de las gruesas. Cada tamiz va a retener los granos que tengan un diámetro de partícula igual o mayor al tamaño de su orificio o abertura; de esta manera, se pueden separar los granos de acuerdo a su tamaño y conocer su diámetro promedio. Este proceso es fundamental para la caracterización del café gastado ya que el tamaño de los granos influirá en el rendimiento de la extracción de lípidos; una partícula muy gruesa puede impedir que el solvente penetre completamente en toda la muestra, y un diámetro muy pequeño favorece la compactación de las partículas, reduciendo el área superficial e impidiendo el flujo de solvente. Las series de tamices más utilizadas son Tyler, ASTM E11 y Británico, las cuales, de acuerdo al número de malla, proporcionan información sobre el diámetro de abertura del orificio, para el desarrollo del análisis granulométrico. Se utilizaron las mallas 18, 20, 25, 35, 60 y 80 de la serie ASTM E11. Se recogieron 150 g de la muestra seca para el tamizado y los tamices fueron agitados a 40 rpm durante 15 minutos.

Figura 2. Montaje del tamizado realizado.



Fuente: elaboración propia.

Para calcular el diámetro promedio de partícula, es necesario hallar en primer lugar la fracción másica de muestra retenida en cada tamiz, para el cual se utiliza la Ecuación 2.

Ecuación 2. Fracción másica que se retiene en el tamiz i .

$$X_i = \frac{W_p}{W_{total}}$$

Fuente: McCABE, Warren; SMITH, Julian & HARRIOTT, Peter. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. 4 ed. Madrid: McGraw-Hill, 1991. p. 872. ISBN 84-481-1918-5.

Donde X_i representa la masa retenida expresada en fracción en cada tamiz, W_p es la masa de partículas retenidas en el tamiz i y W_{total} es la masa total de la muestra utilizada en el tamizado.

El diámetro de partícula de cada tamiz se calcula promediando el tamaño de abertura de ese tamiz con el tamiz anterior:

Ecuación 3. Diámetro Promedio en el tamiz i .

$$D_{pi} = \frac{Ab_i + Ab_{i-1}}{2}$$

Fuente: McCABE, Warren; SMITH, Julian & HARRIOTT, Peter. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. 4 ed. Madrid: McGraw-Hill, 1991. p. 877. ISBN 84-481-1918-5.

Donde D_{pi} representa el diámetro en el tamiz i y Ab el tamaño de abertura de orificio del tamiz i y el tamiz anterior.

Con la fracción másica y el diámetro por tamiz calculados, ahora es posible determinar el diámetro promedio de partícula de 4 diferentes maneras, como sigue:

Ecuación 4. Diámetro Promedio de Superficie-Volumen.

$$D_s = \frac{1}{\sum_{i=1}^n \frac{X_i}{D_{pi}}}$$

Fuente: McCABE, Warren; SMITH, Julian & HARRIOTT, Peter. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. 4 ed. Madrid: McGraw-Hill, 1991. p. 872. ISBN 84-481-1918-5.

Ecuación 5. Diámetro Promedio de Masa.

$$D_m = \sum_{i=1}^n X_i \times D_{pi}$$

Fuente: McCABE, Warren; SMITH, Julian & HARRIOTT, Peter. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. 4 ed. Madrid: McGraw-Hill, 1991. p. 873. ISBN 84-481-1918-5.

Ecuación 6. Diámetro Promedio de Volumen.

$$D_v = \frac{1}{\left(\sum_{i=1}^n \frac{X_i}{D_{pi}^3}\right)^{1/3}}$$

Fuente: McCABE, Warren; SMITH, Julian & HARRIOTT, Peter. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. 4 ed. Madrid: McGraw-Hill, 1991. p. 873. ISBN 84-481-1918-5.

Ecuación 7. Diámetro Promedio Aritmético.

$$Da = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{Xi}{Dpi^2}}{\sum_{i=1}^n \frac{Xi}{Dpi^3}}$$

Fuente: McCABE, Warren; SMITH, Julian & HARRIOTT, Peter. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. 4 ed. Madrid: McGraw-Hill, 1991. p. 872. ISBN 84-481-1918-5.

Donde D representa el diámetro promedio de partícula, Xi es la fracción másica retenida en el tamiz i, Dpi es el diámetro promedio en el tamiz i y n es el número de tamices utilizados.

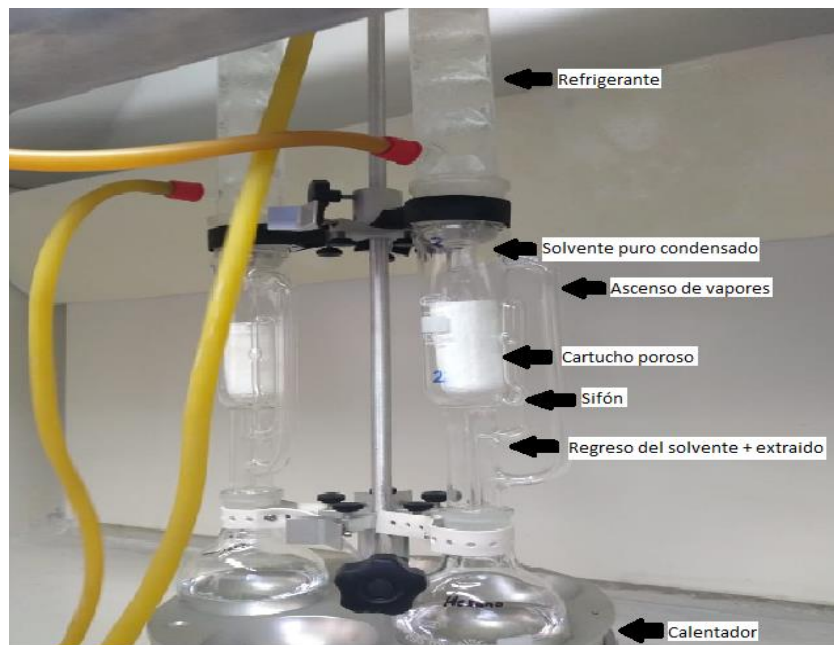
Luego de hallar los diámetros mencionados, se desea obtener un dato único que represente a la muestra. Debido a que la muestra es heterogénea (contiene partículas de distintos tamaños), los resultados obtenidos probablemente van a diferir entre sí; por esta razón, se realiza una mediana estadística, la cual permite devolver la tendencia central cuando existe sesgo en la información.

2.3.3 Extracción de lípidos por el método estándar. Para la comparación del rendimiento de lípidos, es necesario realizar una extracción mediante el método Soxhlet utilizando hexano durante 30 minutos, proceso por el cual se puede obtener hasta un 15,28% de rendimiento⁴⁶, el cual ha sido el mayor rendimiento de lípidos a partir de la borra de café reportado por la literatura, y cuyo valor es la base de comparación para diversas experimentaciones. Los resultados obtenidos se compararon con las pruebas experimentales realizadas con el nuevo solvente seleccionado. Se utilizó hexano con un grado de pureza de 96%, en una relación masa/volumen de borra y solvente de 1:9⁴⁷. Por lo tanto, para el proceso, fueron usados 14,44 g de borra de café y 130 mL de solvente. Cada ciclo de hexano durante el proceso Soxhlet fue de aproximadamente 2 minutos, para un total de 14 ciclos. La siguiente figura muestra el montaje experimental utilizado para la extracción Soxhlet:

⁴⁶ AL-HAMAMRE. Op. Cit., p. 72,73.

⁴⁷ EFTHYMIPOULOS, Ioannis, *et al.* Influence of solvent selection and extraction temperature on yield and composition of lipids extracted from spent coffee grounds. Op. Cit., p. 52.

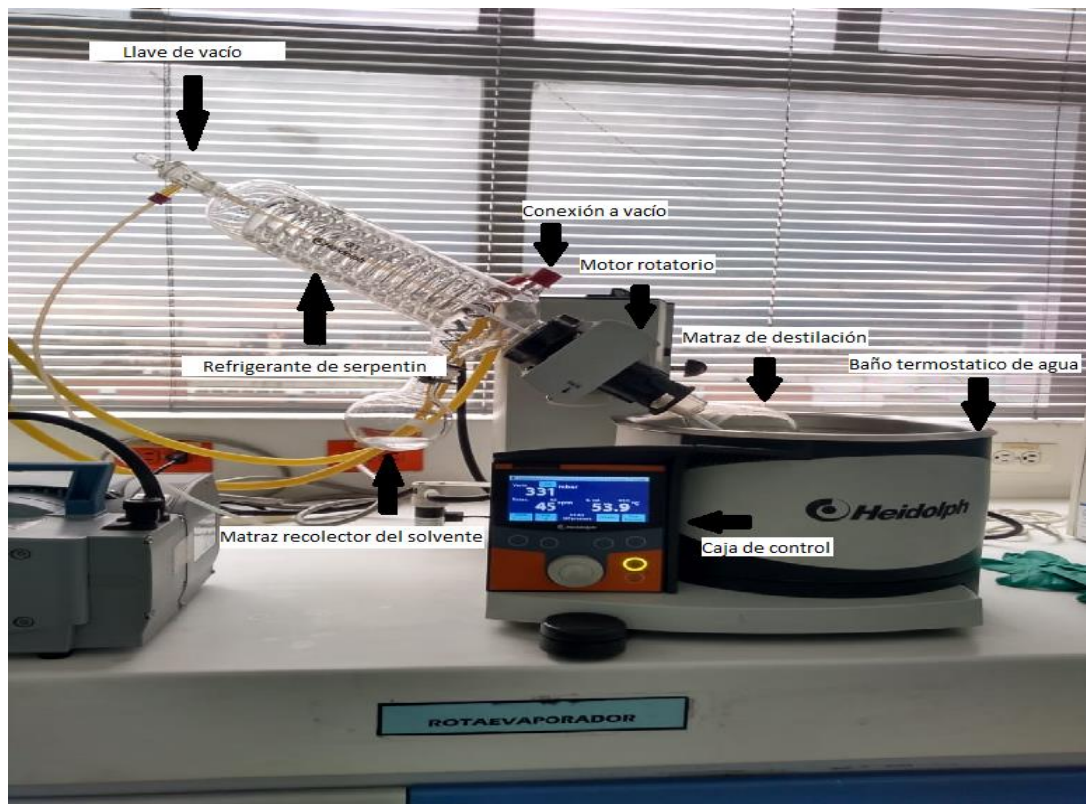
Figura 3. Montaje de la extracción Soxhlet con hexano.



Fuente: elaboración propia.

2.3.4 Rotaevaporación. Para la separación de la mezcla aceite-solvente proveniente de la extracción Soxhlet, es necesario realizar una evaporación al vacío en un matraz rotatorio sumergido en un baño maría, para evitar que las altas temperaturas requeridas para la evaporación del solvente puedan degradar o afectar la calidad del extracto. La mezcla fue sometida a una presión de 335 mbar y a una temperatura en el baño maría de 55°C para que el solvente pueda recuperarse exitosamente, purificando el aceite; estas condiciones fueron seleccionadas teniendo en cuenta la curva de presión de vapor del hexano y las condiciones de uso del rotaevaporador modelo Hei-VAP Precision (Ver Anexo A), ya que a la presión especificada, el hexano ebulle a una temperatura de 40°C, la temperatura se elevó por encima de 40°C (a 55°C) para agilizar el proceso y sin afectar al extracto. El montaje de la rotaevaporación realizada puede verse en la Figura 4.

Figura 4. Montaje para la rotaevaporación.



Fuente: elaboración propia.

Para este proceso se utiliza un rotaevaporador, el cual mediante una destilación a vacío permite separar el solvente presente en la mezcla, recuperando la mayor cantidad posible para obtener el aceite con alto grado de pureza.

Por lo general el equipo se usa para recuperar el solvente después de una extracción. Para efectuar el proceso, es necesario conocer las condiciones de trabajo con el objetivo de no dañar la sustancia de interés, una de ellas es el punto de ebullición del solvente el cual es muy importante para no calentar en exceso el baño termostático de agua donde se calentará el matraz de destilación; en este matraz se encuentra la mezcla aceite-solvente, que se mueve de manera rotatoria para retirar los vapores del solvente, los cuales se condensan por medio de un refrigerante de tipo serpentín hasta llegar al matraz recolector. Este es un método muy útil para secar y purificar sustancias sin requerir altas temperaturas para evitar su degradación.⁴⁸

⁴⁸ UNIVERSIDAD DE SEVILLA. Rotavapor. Sevilla: La entidad. p. 19. [En Línea]. [Consultado el 2020-02-10]. Disponible en: https://rodas5.us.es/file/116d23b8-c458-2012-481b2357ffa2b34/2/modulo_general_SCORM.zip/pagina_19.htm

2.3.5 Cromatografía de gases. Luego de la evaporación del hexano, el aceite obtenido se sometió a una prueba de cromatografía de gases para determinar los ácidos grasos presentes en él, lo cual influye en las propiedades del aceite.

La prueba se realizó en un cromatógrafo de gases, con detector de ionización por llama (FID), en una columna capilar (30 m . 0,25mm, 0,25 μ L). El programa de temperatura fue: 1 min isotérmico inicial a 100°C, de 100°C hasta 140°C a 10°C/min, de 140°C hasta 200°C a 2°C/min, de 200°C hasta 240°C a 10°C/min y 15 min isotérmico final a 240°C.

La temperatura del inyector y del detector fueron 250°C y 260°C respectivamente. El gas de arrastre fue hidrógeno y el flujo fue de 0,8 mL/min, la llama se formó con hidrógeno (35 mL/min) y aire (350 mL/min) y el volumen de inyección fue de 0,5 μ L. La Figura 5 muestra el modelo del cromatógrafo de gases utilizado.

Figura 5. Cromatógrafo de gases con detector de ionización de llama.



Fuente: PERKIN ELMER. GC Clarus 690. [En línea]
[Consultado el 2020-01-28] Disponible en:
<https://perkinelmer.cl/productos/gc-clarus-690/>

El funcionamiento del sistema de la cromatografía de gases inicia con la volatilización de la muestra que se inyecta en la cabeza de la columna. El sistema está conformado principalmente por una fase móvil del gas inerte que produce la elusión (proceso donde todos los solutos abandonan la columna), el gas no tiene contacto con las moléculas del analito y su única función es transportarlo a través

de la columna. Por otro lado, la columna se selecciona dependiendo de la naturaleza de los componentes a separar; aquí se retienen diferentes proporciones de los analitos después de una adsorción física para obtener la separación. A partir de un cromatograma, se puede observar la determinación cuantitativa y cualitativa según diferentes patrones de los componentes de la mezcla a separar.⁴⁹

2.4 SELECCIÓN DEL MÉTODO DE EXTRACCIÓN

Luego del acercamiento a los métodos de extracción más utilizados actualmente (Véase el numeral 1.5) y teniendo en cuenta que los ensayos se realizarán a escala laboratorio, se escogió el método Soxhlet considerando los rendimientos obtenidos, que se calculan como el cociente entre la masa de lípidos extraídos y la masa de borra de café utilizada. De acuerdo a Al-Hamamre, *et al.*⁵⁰, la extracción Soxhlet con hexano es el método estándar por obtener el mayor rendimiento hasta ahora reportado por la literatura, con un 15,28%. Además, este método es económico y fácil de operar.

La Tabla 2 muestra una comparación de los rendimientos de aceite obtenidos por diferentes métodos de extracción y las condiciones a las que fueron llevados a cabo:

Tabla 2. Rendimientos obtenidos por distintos métodos de extracción.

| MÉTODO | CONDICIONES | RENDIMIENTO |
|----------------------------------|--|-------------|
| Supercrítico con CO ₂ | 190 bar, 40°C | 15% |
| Supercrítico con CO ₂ | 33,18°C; 28,40 MPa; 220,90 min | 11,41% |
| Asistido con microondas | 600 W; 10 min; relación 1:1 Hexano:Metanol | 15,11% |
| Asistido con ultrasonido | 45 min;40 kHz; 60 °C; 160 W; 2,7 L; 4 mL solvente/g | 12% |
| Soxhlet | Hexano; 30 min | 15,28% |

Fuente: McNUTT, Josiah & HE, Quan (Sophia). Spent coffee grounds: A review on current utilization. 2019. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, Vol. 71, p. 80.

Como se observa en la tabla, el mayor rendimiento es obtenido por extracción Soxhlet; otros métodos con rendimientos menores pero cercanos como el supercrítico con CO₂ o el asistido por microondas serían buenas opciones si no fueran costosos y/o requirieran más equipos; por ejemplo, el método supercrítico

⁴⁹ RAMIREZ OVALLE, Lourdes María. Evaluación del rendimiento de extracción y caracterización del aceite fijo de café tostado tipo genuino antigua obtenido por el proceso de prensado. Tesis. Universidad de San Carlos de Guatemala, Guatemala:2008. p. 72-73. [en línea]. [Consultado el 2020-03-04]. Disponible en: http://biblioteca.usac.edu.gt/tesis/08/08_1093_Q.pdf

⁵⁰ AL-HAMAMRE. Op. Cit., p. 72,73.

trabaja con altas presiones, lo cual es costoso y difícil de operar, y aun así no supera el rendimiento por Soxhlet, el método asistido con microondas requiere de más equipos, y aunque su proceso toma menos tiempo, se requiere de una relación específica de dos solventes contaminantes (hexano y metanol) para obtener 15,11% de rendimiento. Por esta razón, encontrar solventes alternativos para su reemplazo y a una relación específica sería más dificultoso y no alcanzaría a superar el rendimiento alcanzado por extracción Soxhlet. Cabe aclarar que el hexano no presenta los mismos rendimientos en todos los métodos, y su eficacia ha sido probada en métodos como el Soxhlet, sin embargo, en los métodos asistidos, su rendimiento varía y puede ser inferior, por lo que puede ser necesario utilizar un segundo solvente para mejorar el rendimiento.

2.5 SELECCIÓN DEL SOLVENTE

Para la selección del solvente más adecuado para la extracción de lípidos, se utilizó la matriz de selección Pugh, que permite calificar las alternativas propuestas de acuerdo a los criterios establecidos.

2.5.1 Matriz De Selección Pugh. La matriz de selección Pugh, creada por Stuart Pugh, es un tipo de diagrama en forma de matriz que permite la comparación de diferentes alternativas propuestas para una misma situación y generalmente se compara con una referencia establecida, basados en un número específico de criterios, a los cuales se les asigna un peso o un grado de importancia. La matriz Pugh es muy fácil de usar y puede manejar una gran cantidad de alternativas y criterios, permitiendo la selección de la más adecuada.⁵¹

El siguiente cuadro representa un ejemplo de una matriz Pugh, donde se observa el orden y la disposición de sus elementos.

⁵¹ BURGE, Stuart. Pugh Matrix (PM). The Systems Engineering Tool Box. 2009. p. 1. [En Línea] Disponible en: <https://www.burgehugheswalsh.co.uk/uploaded/1/documents/pugh-matrix-v1.1.pdf>

Cuadro 1. Ejemplo de matriz Pugh.

| MATRIZ PUGH | | | | | | | | | | |
|---|----------------------|-------------|----|----|----|----|----|----|----|-----|
| <u>Tabla de Conceptos</u> INDISPENSABLE + MEDIANAMENTE INDISPENSABLE NO INDISPENSABLE - Variables | Etapas del proceso | | | | | | | | | |
| | Nivel de Importancia | Comparación | E1 | E2 | E3 | E4 | E5 | E6 | E7 | E8 |
| V1 | 3 | = | - | + | | | | + | | - |
| V2 | 1 | = | - | | + | | | + | | - |
| V3 | 4 | = | - | | | + | + | + | + | - |
| V4 | 2 | = | - | + | + | | | + | | - |
| SUMA POSITIVOS | | | 0 | 2 | 2 | 1 | 1 | 4 | 1 | 0 |
| SUMA NEGATIVOS | | | 4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 4 |
| SUMA IGUALES | | | 0 | 2 | 2 | 3 | 3 | 0 | 3 | 0 |
| SUMA PONDERADA DE POSITIVOS | | | 0 | 5 | 3 | 4 | 4 | 1 | 4 | 0 |
| SUMA PONDERADA DE NEGATIVOS | | | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 10 |
| TOTALES | | | - | 5 | 3 | 4 | 4 | 1 | 4 | -10 |
| | | | 1 | | | | | 0 | | |

Fuente: TORRES CORTÉS, María Camila. Propuesta para el aprovechamiento de los lodos generados en la PTAR de la empresa regional Aguas del Tequendama. Tesis de Pregrado. Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América, 2017. p 30.

Para la puntuación y de acuerdo a la referencia, se asigna “+” o “+1” si la alternativa supera a la referencia, “-” o “-1” si la alternativa no es mejor que la referencia, y “S”, “=” o “|” si la alternativa no presenta un cambio significativo al de la referencia. También es posible adicionar niveles extra de discriminación como “++” o “--” para referirse que la alternativa es mucho mejor o mucho peor, respectivamente.⁵² Para este caso, se decidió utilizar los signos “+”, “-” y “=” para la creación de la matriz Pugh.

Para la selección de la mejor alternativa, se realiza una ponderación, donde se suman los positivos y negativos multiplicados por el peso de cada criterio, y finalmente, la suma ponderada de positivos se resta con la suma ponderada de negativos, obteniendo un valor para cada alternativa. La opción con el valor más

⁵² Ibid., p. 4.

alto será la mejor alternativa de acuerdo a la matriz de selección. Los criterios establecidos fueron asignados con un peso de 1 a 3 de acuerdo a su importancia (siendo 1 el menos importante y 3 el más importante).

2.5.2 Descripción de las alternativas. Las alternativas a estudiar para escoger el solvente a utilizar se tomaron de Loyao, Alger S.; *et al.*⁵³ por realizar un acercamiento al uso de nuevos solventes que puedan reemplazar al hexano y explorar las siguientes cuatro opciones como potenciales sustancias para este propósito.

2.5.2.1 Acetato de etilo. Es uno de los solventes menos tóxicos y cancerígenos para la salud humana. Por su bajo punto de ebullición (Tb:77°C) y su alta volatilidad, tiene la habilidad de extraer la cantidad de lípidos necesarios después de cuatro horas y por su carácter anfipático e hidrófobo los componentes solubles en agua no son extraídos en gran cantidad durante la extracción Soxhlet; además, se disminuye la cantidad de lípidos polares y ácidos grasos libres extraídos por causa de una ruptura hidrotermal o hidrólisis.⁵⁴ Por estas razones, el acetato de etilo puede llegar a tener rendimientos de extracto más altos que al usar hexano, sin embargo, una pequeña porción corresponderá a otros compuestos diferentes a los ácidos grasos. Por otra parte, el solvente es costoso y su adquisición puede llegar a ser difícil debido a la restringida oferta por parte de los proveedores, cuya venta se encuentra controlada por ser un precursor para la elaboración de drogas ilícitas.

2.5.2.2 Isopropanol. El isopropanol hace parte del grupo de solventes caracterizados por ser menos tóxicos y tener un menor riesgo para la salud humana. Se obtiene un rendimiento del 21,08% durante 6 horas. Desafortunadamente, no resulta una extracción completa de los lípidos disponibles ya que se extraen al menos un 90%. Este solvente es de naturaleza hidrofílica, es decir, que tiene afinidad por el agua. El alto rendimiento indica que se pueden extraer lípidos polares y demás compuestos. Se considera que se alcanza una menor cantidad de ácidos grasos disponibles que con hexano. Además, el isopropanol tiene un punto de ebullición, capacidad calorífica y calores de vaporización más altos que otros solventes, lo cual implica, junto con los otros factores, que la extracción no sea muy efectiva.⁵⁵ Este solvente no es costoso y puede encontrarse fácilmente en el mercado, aunque su venta, al igual que el acetato de etilo, se encuentra controlada por antinarcóticos.

2.5.2.3 Propanol. Este solvente tiene un punto de ebullición de 97°C con una naturaleza hidrofóbica lo que beneficia al proceso de extracción ya que no arrastra en gran cantidad compuestos solubles en agua. Otra razón por la que el propanol es un buen solvente para la extracción de lípidos es que, a diferencia de otros, los

⁵³ LOYAO. Op. Cit., p. 152-154.

⁵⁴ Ibid., p. 155.

⁵⁵ Ibid., p. 155-157.

extractos polares tienden a disminuir por su punto de ebullición, debido a que se descompone más rápidamente los lípidos polares expuestos a esta temperatura por lo que aumenta el rendimiento del proceso y también se obtiene un rendimiento mucho más alto en cuanto a ácidos grasos totales.⁵⁶ Al igual que el isopropanol, su costo no es elevado y es menor al costo del hexano, además de ser de fácil adquisición y no tener restricciones para su venta.

2.5.2.4 Etanol. El etanol es un solvente polar renovable y mucho menos costoso que otros solventes, además de ser uno de los productos más ofrecidos en el mercado por su gran variedad de aplicaciones. Tiene un punto de ebullición bajo (Tb:78°C), gracias a esto se alcanza el rendimiento de extractos crudos más alto (23,94%). Como producto de la extracción usando este tipo de solvente se recupera al menos un 90% de lípidos disponibles en tiempos más largos de al menos 6 h, sin embargo, no es posible realizar una extracción completa, esto es por causa de su naturaleza hidrofílica y su alto índice de polaridad, es decir, durante la extracción, se retira una gran cantidad de componentes polares, lo cual no es beneficioso para el proceso.⁵⁷

2.5.3 Criterios de selección. De acuerdo a lo presentado por Loyao, Alger S.; *et al*⁵⁸ y basados en el conocimiento obtenido hasta ahora, se procede a seleccionar los criterios que van a influir en la selección del solvente a utilizar. La referencia para la evaluación de los solventes será el proceso de extracción Soxhlet con hexano durante 30,4 minutos, cuyo rendimiento (15,28%) ha sido el mayor rendimiento obtenido para la extracción de lípidos del café gastado.⁵⁹

2.5.3.1 Naturaleza del Solvente. Es necesario contemplar si el solvente es hidrofílico, hidrofóbico o anfipático, debido a que esto determinará si la sustancia tiene afinidad por los lípidos para facilitar su remoción y obtener una mayor eficiencia en el proceso, además, permite predecir si el solvente puede extraer en gran cantidad compuestos polares junto con los ácidos grasos. Por ejemplo, los solventes etanol e isopropanol, por su naturaleza hidrofílica, tienden a retirar mayor cantidad de compuestos polares, a diferencia del propanol y el acetato de etilo, los cuales son hidrofóbicos y podrán extraer mayor cantidad de lípidos. Por la importancia de conocer el comportamiento del solvente en los procesos de extracción debido a su relación directa con el rendimiento y la pureza del extracto, este criterio es asignado con un peso de 2.

2.5.3.2 Rendimientos. Para tener un concepto previo a las pruebas de extracción, es necesario consultar lo realizado por Loyao, Alger S.; *et al*⁶⁰ para determinar si

⁵⁶ Ibid., p. 155, 156, 158.

⁵⁷ Ibid., p. 155-158.

⁵⁸ Ibid., p. 152, 153, 155, 157, 158.

⁵⁹ AL-HAMAMRE. Op. Cit., p. 72,73.

⁶⁰ LOYAO. Op. Cit., p. 156,157.

los solventes estudiados pueden llegar a tener un rendimiento de extracto similar o mayor al hexano, en un tiempo considerable. A este criterio se le asigna un peso de 1, por la importancia de conocer los estudios previos que se han hecho con los solventes a estudiar, para tener una referencia de los resultados que se pueden obtener. Sin embargo, no se le asigna un puntaje mayor porque los resultados pueden o no ser fieles a lo presentado por otros autores, y sólo es una referencia para las pruebas a realizar.

2.5.3.3 Costo. Es indispensable para cualquier proceso determinar el costo y, para este caso, conocer si el precio comercial de los solventes es mayor o menor al precio del hexano, para determinar si el proceso de extracción será rentable o no, o si la extracción con hexano sigue siendo más económico. Por esta razón, se le asigna un puntaje de 2 a este criterio. Los costos asociados a cada solvente fueron consultados el 13 de Marzo de 2020 en la empresa Disolventes y Soluciones Químicas S.A.S. (Ver Anexo B).

2.5.3.4 Toxicidad. Este es un aspecto fundamental para la elección del solvente, ya que uno de los motivos de este proyecto es encontrar una alternativa menos tóxica que el hexano, que sea más amigable con el medio ambiente y menos perjudicial para la salud humana, para que el proceso de extracción pueda desarrollarse de una manera más sostenible. Debido a esto, se le asigna a este criterio el mayor peso (3).

2.5.3.5 Adquisición del solvente. Otro factor importante a tener en cuenta es la fácil adquisición del solvente, ya que una amplia oferta de la sustancia de interés en el mercado permite que el proceso de extracción pueda mantenerse operando y no se detenga por problemas de escasez. Además, también es necesario considerar las restricciones en su venta (Ver Anexo C). La consecución del compuesto para la estabilidad del proceso es un aspecto de importancia, por lo tanto, se le asigna un puntaje de 2.

2.5.4 Elaboración de la matriz de selección. Los criterios establecidos fueron asignados con un peso de acuerdo a su importancia, en la siguiente tabla se muestra los pesos asignados a cada aspecto:

Tabla 3. Peso de los criterios para la selección del solvente

| Criterio | Peso |
|--------------------------|-------------|
| Naturaleza del Solvente | 2 |
| Rendimientos | 1 |
| Costo | 2 |
| Toxicidad | 3 |
| Adquisición del solvente | 2 |

Fuente: elaboración propia.

Finalmente, se procedió a realizar la matriz de selección, que se presenta a continuación:

Cuadro 2. Matriz para la selección del solvente.

| Criterios | Peso | Comparación | Solventes alternativos | | | |
|-----------------------------|------|-------------|------------------------|------------|-------------|------------------|
| | | | Etanol | n-Propanol | Isopropanol | Acetato de etilo |
| Naturaleza del Solvente | 2 | = | -- | - | -- | - |
| Rendimientos | 1 | = | + | + | - | + |
| Costos | 2 | = | + | + | + | - |
| Toxicidad | 3 | = | + | + | + | + |
| Adquisición del solvente | 2 | = | + | + | + | = |
| Suma Positivos | | | 4 | 4 | 3 | 2 |
| Suma Negativos | | | 2 | 1 | 3 | 2 |
| Suma Iguales | | | 0 | 0 | 0 | 1 |
| Suma Ponderada de Positivos | | | 8 | 8 | 7 | 4 |
| Suma Ponderada de Negativos | | | 4 | 2 | 5 | 4 |
| Totales | | | 4 | 6 | 2 | 0 |

Fuente: elaboración propia.

De acuerdo a los resultados de la matriz de selección, se concluyó que la mejor alternativa es el uso del n-propanol, el cual se convertirá en el solvente a utilizar en reemplazo del hexano.

2.6 DISEÑO DE EXPERIMENTOS

De acuerdo al método de extracción a realizar con el solvente elegido, es necesario determinar el rendimiento del proceso con respecto al tiempo, ya que, a un mayor tiempo, el porcentaje de extracto recuperado podría ser favorecido y aumentar considerablemente. Por esta razón, el tiempo es la variable independiente que se va a controlar para determinar su influencia en el rendimiento de extracción.

De acuerdo a esto, se formulan las hipótesis nula y alternativa como sigue:

- Hipótesis nula (H_0): El tiempo de extracción no influencia el porcentaje de extracto y aceite recuperado.
- Hipótesis alternativa (H_a): El tiempo de extracción influencia el porcentaje de extracto y aceite recuperado.

Luego de seleccionar el tiempo de extracción como variable independiente, se requiere seleccionar la(s) variable(s) dependiente(s) que se medirán para determinar su influencia. En este caso, existen dos variables a considerar: El porcentaje de extracto recuperado, y el porcentaje de lípidos recuperados, ya que, al usar un solvente que no es completamente apolar, es posible que también se recuperen ciertos compuestos polares y distintos a los ácidos grasos en el extracto, y su cantidad puede variar de acuerdo al tiempo.

Se eligieron 3 niveles para el estudio del efecto del tiempo: 30 minutos, 1 hora y 2 horas. El primer nivel se selecciona porque 30 minutos es también el tiempo que toma obtener el mayor rendimiento mediante la extracción Soxhlet con hexano, y es necesario realizar una comparación directa de los rendimientos en el mismo tiempo. Desde este tiempo, se eligió 1 hora como segundo nivel para determinar cuánto rendimiento se puede obtener en el doble de tiempo; y finalmente, se escogió 2 horas como el tercer y último nivel, duplicando de nuevo el tiempo de extracción. No se selecciona un tiempo mayor ya que implica un gran gasto de energía e implica mayores costos, además de que el porcentaje de aceite recuperado no aumenta considerablemente y la cantidad de compuestos distintos al aceite podrían aumentar significativamente, por lo tanto, no sería muy rentable con respecto a la extracción con hexano que sólo dura 30 minutos.⁶¹

Se realiza un diseño de experimentos de un factor y se realizarán dos réplicas para cada nivel, por lo tanto, el número de tratamientos (N_{trat}) se calcula de la siguiente manera:

Ecuación 8. Número de tratamientos.

$$N_{trat} = N_{niv} * N_{rep}$$

Fuente: MONTGOMERY, Douglas C. Diseño y análisis de experimentos. 2 ed. México D.F.: Limusa Wiley, 2004. p. 26. ISBN 968-18-6156-6.

Donde N_{niv} representa el número de niveles (3) y N_{rep} el número de réplicas (2). Como resultado, el número de tratamientos a realizar es 6.

⁶¹ LOYAO, *et al.* Op. Cit., p. 156.

Para medir el porcentaje de recuperación de extracto y lípidos, y luego de la rotaevaporación y purificación del aceite, se procede a pesar el extracto con una balanza analítica y, conociendo la masa de la muestra de borra utilizada en la prueba, se calcula como se muestra en la Ecuación 9. Luego, se realiza un lavado con hexano, se vuelve a rotaevaporar y se pesa la cantidad de aceite extraída en una balanza, el porcentaje de recuperación de aceite se halla como se muestra en la Ecuación 10.

De esta manera, el diseño de experimentos se puede resumir en el siguiente cuadro:

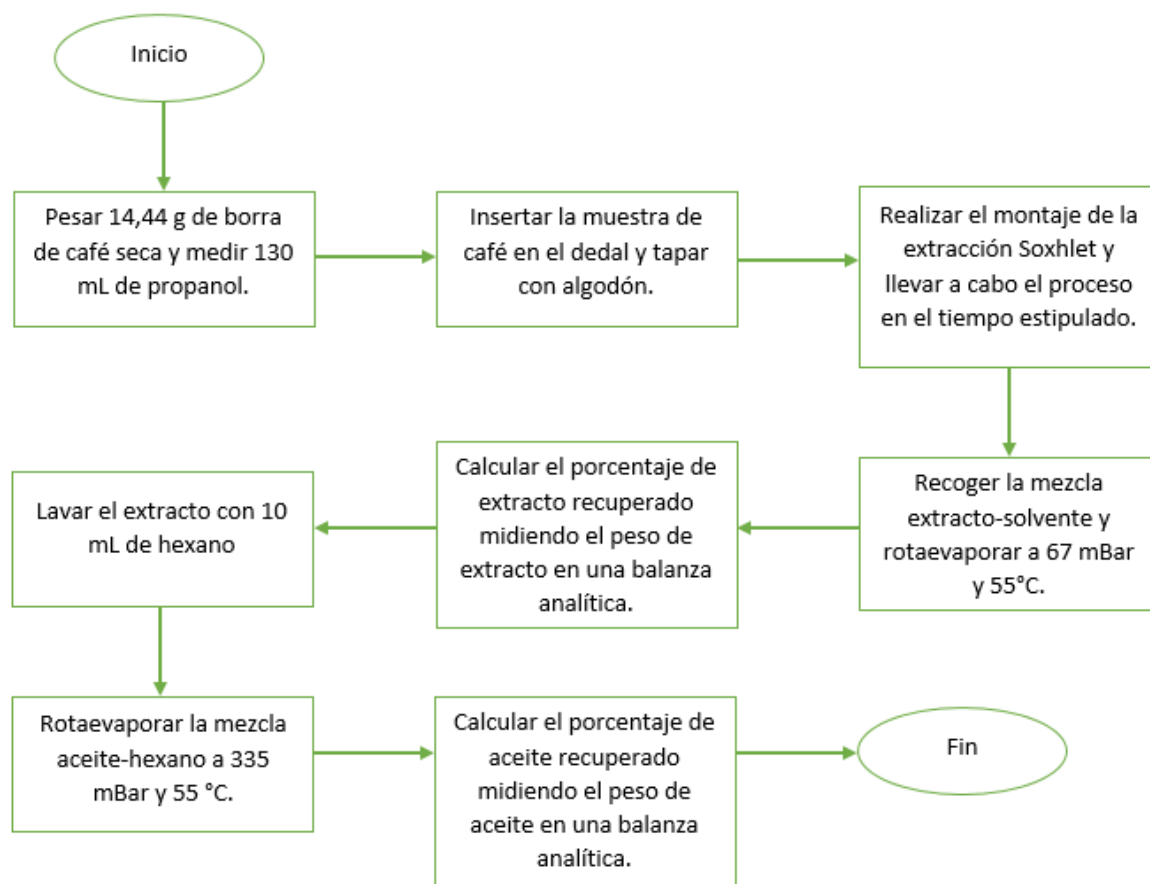
Cuadro 3. Diseño de experimentos.

| Tiempo de extracción | 30 min | 1h | 2h |
|-----------------------------------|-----------|-----------|-----------|
| Porcentaje de extracto recuperado | Réplica 1 | Réplica 1 | Réplica 1 |
| | Réplica 2 | Réplica 2 | Réplica 2 |
| Porcentaje de aceite recuperado | Réplica 1 | Réplica 1 | Réplica 1 |
| | Réplica 2 | Réplica 2 | Réplica 2 |

Fuente: elaboración propia.

El procedimiento a realizar se puede sintetizar en el siguiente diagrama de flujo:

Diagrama 1. Diagrama de flujo del proceso experimental para la extracción de lípidos con propanol.



Fuente: elaboración propia.

2.7 EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS CON EL SOLVENTE ALTERNATIVO SELECCIONADO

Luego de la selección del solvente (propanol), y teniendo en cuenta el diseño de experimentos planteado, se procedió a realizar las pruebas experimentales de la extracción de ácidos grasos, separando la mezcla aceite-solvente mediante rotaevaporación a 67 mBar (la condición estipulada para la ebullición del propanol a 40°C de acuerdo a los datos de disolventes del rotaevaporador, modelo Hei-VAP Precision, (Ver Anexo A) y 55°C (para facilitar y agilizar la evaporación del solvente); se calcula el porcentaje de extracto recuperado de acuerdo a la siguiente expresión:

Ecuación 9. Porcentaje de recuperación del extracto.

$$\%RE = \frac{W1}{W2} * 100\%$$

Fuente: AL-HAMAMRE, Zayed; *et al.* Oil extracted from spent coffee grounds as a renewable source for fatty acid methyl ester manufacturing. *Fuel.* 2012, Vol. 96, p. 71.

Donde $W1$ representa la masa de extracto obtenida luego del proceso y $W2$ la masa de café gastado utilizado, la cual, para todos los casos, fue de 14,44 g.

Además, luego de obtener el extracto, es necesario realizar un lavado con hexano para determinar si otros compuestos aparte de los ácidos grasos fueron arrastrados durante el proceso debido a la naturaleza del solvente. El hexano, por su naturaleza completamente apolar será el encargado de arrastrar exclusivamente los lípidos del extracto. Luego, se requiere realizar una nueva rotaevaporación a las mismas condiciones del numeral 3.3.4 para evaporar el hexano, y así obtener el aceite. Para este caso, se determina el porcentaje de recuperación del aceite a partir de la muestra de café gastado como sigue:

Ecuación 10. Porcentaje de recuperación de aceite.

$$\%RA = \frac{W3}{W2} * 100\%$$

Fuente: AL-HAMAMRE, Zayed; *et al.* Oil extracted from spent coffee grounds as a renewable source for fatty acid methyl ester manufacturing. *Fuel.* 2012, Vol. 96, p. 71.

Donde $W1$ representa la masa de aceite obtenida luego del lavado con hexano y $W2$ la masa de café gastado utilizado.

3. PRESENTACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

Luego de realizar la metodología descrita en el capítulo pasado, se requiere observar los resultados obtenidos y analizarlos. Este capítulo tiene como propósito presentar y elaborar un análisis de los datos obtenidos sobre la caracterización de la borra de café y los lípidos con el solvente seleccionado, además de determinar la naturaleza del aceite revisando teóricamente las propiedades fisicoquímicas más importantes aplicadas a estos lípidos.

3.1 CARACTERIZACIÓN DE LA BORRA DE CAFÉ

3.1.1 Cuantificación de humedad. El contenido de humedad es importante tenerlo en cuenta puesto que es una de las principales características de la borra que interviene en el proceso de extracción, haciendo que el solvente no penetre completamente el grano y que no se extraiga una cantidad considerable de aceite. Además, es importante su determinación para conocer la cantidad de borra seca que se obtiene a partir de la muestra recogida.

Se realizó un análisis gravimétrico de la muestra, obteniendo que la borra de café contiene aproximadamente un 58,85% de humedad; el análisis permitía pesar una cantidad de muestra entre 1 g a 5 g; para este caso, se pesó 2,7782 g de muestra de borra, para luego secarla en el horno a una temperatura de 105°C, midiendo la masa del café gastado en intervalos de tiempo regulares de 1 hora después de las dos horas iniciales, hasta obtener un peso constante con una diferencia no mayor a 0,005 g de la última medición; el proceso demoró 4 horas y el peso final fue de 1,1432 g.

La determinación de la humedad se calculó con la ecuación 11.

Ecuación 11. Cálculo del contenido de humedad de la muestra.

$$\%w = \frac{2,7782 - 1,1432}{2,7782} * 100\% = 58,8511\%$$

El contenido de humedad obtenido concuerda con los resultados evidenciados en los estudios de Efthymiopoulos *et al.*⁶² (54,7-69,9%), Kondamudi *et al.*⁶³ (50-60%),

⁶²EFTHYMIOPOULOS, Ioannis, *et al.* Effect of Solvent Extraction Parameters on the Recovery of Oil From Spent Coffee Grounds for Biofuel Production. Op. Cit., p. 258.

⁶³ KONDAMUDI, Narasimharao, MOHAPATRA, Susanta & MISRA, Mano. Spent Coffee Grounds as a Versatile Source of Green Energy, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2008. Vol. 56, pp. 11758.

Oliveira *et al.*⁶⁴ (mayor a 50%), Haile⁶⁵ (57,6%) y Gómez de la Cruz *et al.*⁶⁶ (58,5%) ya que el dato se encuentra entre los intervalos establecidos en estos antecedentes y es muy cercano al resultado conseguido por Gómez de la Cruz y Haile. Por otro lado, la humedad de la muestra estudiada resultó menor al establecido por Abdullah y Bulent Koc⁶⁷ (67%), y mayor a los conseguidos por Deligiannis *et al.*⁶⁸ (18-45%) y Ahangari y Sargolzaei⁶⁹ (48%). La variación del contenido de humedad puede deberse a la procedencia del café y a los pretratamientos anteriormente aplicados a la borra de café para la producción de la bebida. En la Tabla 4, se observa la comparación del dato obtenido con los resultados de los autores consultados.

Tabla 4. Comparación de contenidos de humedad de distintas fuentes.

| Humedad (% m/m) | Fuente |
|-----------------|---------------------------------|
| 58,85 | Autores |
| 54,7-69,9 | Efthymiopoulos, <i>et al.</i> |
| 50 - 60 | Kondamudi, <i>et al.</i> |
| >50 | Oliveira, <i>et al.</i> |
| 57,6 | Haile |
| 58.5 | Gómez de la Cruz, <i>et al.</i> |
| 67 | Abdullah y Bulent Koc |
| 18-45 | Deligiannis, <i>et al.</i> |
| 48 | Ahangari y Sargolzaei |

Fuente: elaboración propia.

3.1.2 Determinación del diámetro promedio de partícula. La Tabla 5 muestra los resultados obtenidos de las masas retenidas en cada tamiz luego del proceso de tamizado:

⁶⁴ OLIVEIRA, Leandro, *et al.* Coffee oil as a potential feedstock for biodiesel production. *Bioresource Technology*. 2008. Vol. 99, p. 3244.

⁶⁵ HAILE, Mecrahtu. Integrated volarization of spent coffee grounds to biofuels. *Biofuel Research Journal*. 2014. Vol. 2, p. 66.

⁶⁶ GOMÉZ DE LA CRUZ, Francisco. A vital stage in the large-scale production of biofuels from spent coffee grounds: The drying kinetics. *Fuel Processing Technology*. 2015. Vol 130, p. 189.

⁶⁷ ABDULLAH, Mudafer, y BULENT KOC, A. Oil removal from waste coffee grounds using two-phase solvent extraction enhanced with ultrasonication. *Renewable Energy*, 2013. Vol. 50, p. 966.

⁶⁸ DELIGIANNIS, Alexandros, *et al.* Waste coffee grounds as an energy feedstock. 3rd International CEMEPE & SECOTOX Conference: Skiathos, 2011 [Conferencia], p. 618.

⁶⁹ AHANGARI, Behdad, y SARGOLZAEI, Javad. Extraction of lipids from spent coffee grounds using organic solvents and supercritical carbón dioxide. *Food Processing and Preservation*. 2012, vol. 37, p. 1016.

Tabla 5. Resultados del tamizado.

| Malla (ASTM E11) | Abertura de Orificio (mm) | Masa retenida (g) | Fracción Másica Retenida, Xi (Ecuación 2) | Diámetro Promedio por Tamiz, Dpi (Ecuación 3) |
|------------------|---------------------------|-------------------|---|---|
| 18 | 1,0000 | 15,7432 | 0,1054 | 1,0900 |
| 20 | 0,8500 | 15,4326 | 0,1034 | 0,9250 |
| 25 | 0,7100 | 24,1445 | 0,1617 | 0,7800 |
| 35 | 0,5000 | 16,7230 | 0,1120 | 0,6050 |
| 60 | 0,2500 | 60,8254 | 0,4073 | 0,3750 |
| 80 | 0,1800 | 16,4523 | 0,1102 | 0,2150 |

Fuente: elaboración propia.

Para el cálculo del porcentaje de masa retenida, se considera una masa total de 149,3210 g, el cual es el resultado de la sumatoria de las masas retenidas medidas en cada tamiz; se utilizaron 150 g de muestra para este proceso, por lo tanto, las pérdidas de material durante el tamizado fueron mínimas (0,679 g). El error se puede calcular de la siguiente manera:

Ecuación 12. Cálculo del error en el proceso de tamizado.

$$Error = \frac{150g - 149,3210g}{149,3210g} * 100\% = 0,4547\%$$

El error es igual a 0,4547% aproximadamente, el cual es un valor muy bueno y aceptable para el desarrollo de la prueba. El cálculo de la fracción másica retenida se realiza de acuerdo a la ecuación 2; la siguiente ecuación es un ejemplo de la forma de calcular esta variable para el primer tamiz.

Ecuación 13. Ejemplo para el cálculo de Xi.

$$X1 = \frac{15,7432 g}{149,3210g} = 0.1054$$

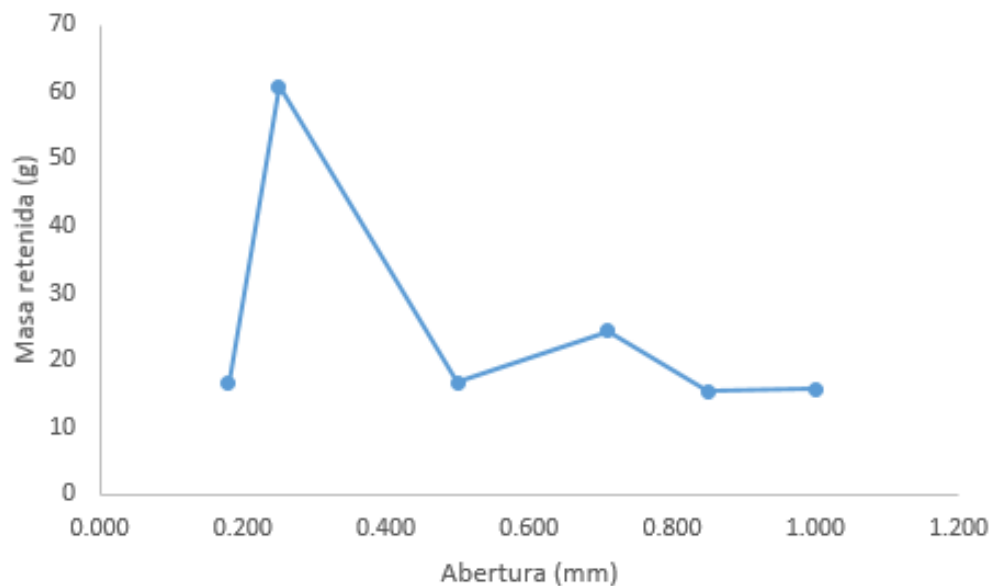
Asimismo, el diámetro promedio en cada tamiz se calculó con la Ecuación 3. Para el Dpi de la primera malla, se tomó como referencia la malla inmediatamente anterior (malla 16), la cual tiene una abertura de orificio de 1,1800 mm. La siguiente ecuación representa el cálculo del Dpi para el primer tamiz.

Ecuación 14. Ejemplo para el cálculo de D_{p1} .

$$D_{p1} = \frac{1,1800\text{mm} + 1,0000\text{mm}}{2} = 1,0900 \text{ mm}$$

En, la siguiente gráfica se observa la distribución de las partículas de la muestra de acuerdo a su tamaño.

Gráfica 2. Distribución de partículas en el tamizado.



Fuente: elaboración propia.

La muestra de materia prima es heterogénea y presenta baja uniformidad en el tamaño de sus partículas, ya que posee partículas gruesas y finas. La mayor cantidad de partículas (40,73% aproximadamente) fue retenida en la malla 60 (0,250 mm), mientras que las demás partículas se encuentran dispersadas en las mallas 18, 20, 25, 35 y 80. El mínimo tamaño de partícula es de 0,180 mm, ya que ninguna partícula atravesó el tamiz 80 y el diámetro máximo es de 1 mm debido a que los tamices con diámetros superiores no retenían nada de la muestra. Se concluye que existe cierta dispersión de los tamaños de partícula entre gruesos y finos, esto se puede evidenciar con el cálculo de la desviación estándar para observar el grado de dispersión del tamaño de partícula:

Ecuación 15. Cálculo de la desviación estándar del tamaño de partícula.

$$s^2 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_{pi} - \overline{Dp})^2}{n - 1}} = 0.3322 \text{ mm}$$

Fuente: MENDENHALL, William; BEAVER, Robert & BEAVER, Barbara. Introducción a la probabilidad y estadística. 13 ed. México D.F.: Cengage Learning, 2010. p. 62. ISBN 978-607-481-466-8.

Donde D_{pi} representa el diámetro de partícula promedio por tamiz, \overline{Dp} el promedio del diámetro de partícula, y n el número de tamices utilizados.

El valor indica que los tamaños de las partículas se encuentran dispersadas en promedio 0.3322 mm de la media aritmética del diámetro de partícula por tamiz (0.6650 mm), adicionalmente, el 78.4387% de la muestra presenta tamaños de partícula entre 0.3328 mm y 0.9972 mm (rango establecido por la resta y la suma de la desviación estándar a la media aritmética, respectivamente), el 10.5432% de la muestra corresponde a partículas muy finas con un tamaño menor a 0.3328 mm, mientras que el 11.0181% son partículas muy gruesas con diámetros más allá de 0.9972 mm.

El diámetro promedio de partícula se calcula con las ecuaciones 4, 5, 6 y 7, las cuales tienen en cuenta el diámetro promedio de partícula en cada tamiz con la fracción másica retenida en éste. La Tabla 6 muestra el resultado obtenido para cada tipo de diámetro promedio de partícula calculado.

Tabla 6. Resultados del diámetro promedio de partícula.

| Tipo de Diámetro Promedio | Diámetro Promedio (mm) |
|--|------------------------|
| Superficie-Volumen (Ecuación 4) | 0,4546 |
| Masa (Ecuación 5) | 0,5808 |
| Volumen (Ecuación 6) | 0,3692 |
| Aritmético (Ecuación 7) | 0,3051 |

Fuente: elaboración propia.

Hay que considerar que cada ecuación tiene en cuenta diferentes factores al calcular el diámetro promedio como el área superficial, el volumen, el número de partículas y/o la masa retenida; sin embargo, todas las expresiones hacen referencia a la misma variable. Para obtener un único dato del diámetro promedio de partícula que se encuentre más acercado a la realidad, y observando que los resultados difieren entre sí debido a la heterogeneidad de la muestra, se decidió realizar una mediana estadística, que permite obtener un valor central de los datos cuando éstos

se encuentran sesgados. Para este proceso, se ordenaron en orden ascendente los diámetros obtenidos y se realizó un promedio de los dos datos centrales para así obtener el valor de la mediana. La ecuación 16 expresa este promedio realizado:

Ecuación 16. Cálculo del diámetro promedio de partícula mediante mediana estadística.

$$D = \frac{0.4546mm + 0.3692mm}{2} = 0,4119 mm$$

El diámetro promedio de partícula resultó ser de 0,4119 mm, lo que implica que las partículas de la muestra tienden a ser finas (<0,5 mm), un valor menor a lo obtenido por Efthymiopoulos, *et al*⁷⁰ en sus distintas muestras (0,50 mm-1,18 mm); además, de acuerdo a esta fuente, el rendimiento de la extracción de lípidos resulta beneficiosa cuando el diámetro es intermedio (0,5 mm – 0,75 mm), e incluso es más favorable cuando no se separa las partículas de la muestra de acuerdo a su tamaño. Con el valor obtenido, no es necesario realizar una molienda ya que un diámetro aún más pequeño podría dificultar la transferencia de masa del soluto presente en la muestra sólida al solvente en estado líquido durante la extracción, debido a que las partículas se aglomeran y compactan impidiendo el flujo de solvente a través de la borra de café y, por ende, disminuyendo el área superficial.

3.1.3 Extracción de lípidos por el método estándar. Se realizó el proceso de extracción utilizando hexano con las condiciones establecidas en el numeral 2.3.3, los datos obtenidos se muestran en la tabla 7:

Tabla 7. Resultados de la extracción con hexano a condiciones estándar.

| Masa Aceite Extraído | Masa Inicial de Muestra | Rendimiento (%) |
|-----------------------------|--------------------------------|------------------------|
| W1 (g) | W2 (g) | |
| 2,1797 | 14,4444 | 15,0906 |

Fuente: elaboración propia.

El rendimiento se calcula con las masas del aceite y la muestra como sigue:

⁷⁰ EFTHYMIPOULOS. Effect of Solvent Extraction Parameters on the Recovery of Oil From Spent Coffee Grounds for Biofuel Production. Op. Cit., p. 258.

Ecuación 17. Cálculo del rendimiento de la extracción de lípidos con hexano.

$$\text{Rendimiento}(\%) = \frac{2,1797g}{14,4444g} * 100\% = 15,0906\%$$

El rendimiento para esta extracción fue de 15,0906%; comparando con el resultado óptimo obtenido por Al-Hamamre⁷¹ (15,28%), se considera que el resultado fue muy cercano, con una diferencia de 0,1894% y se colocó por debajo del valor óptimo. El error relativo causado al momento de la experimentación se puede calcular con la siguiente ecuación:

Ecuación 18. Cálculo del error relativo.

$$\text{Error} = \frac{15,28\% - 15,0906\%}{15,28\%} * 100\% = 1,2395\%$$

El error es menor al 2%, por lo que se corrobora el resultado expuesto por Al-Hamamre, y se puede proceder a comparar el dato obtenido experimentalmente con los resultados que se obtuvieron durante los procesos de extracción con el solvente seleccionado.

3.1.3.1 Cromatografía de gases. Con los lípidos extraídos por el método Soxhlet, se procedió a realizar la cromatografía de gases a las condiciones estipuladas en el numeral 2.3.5, obteniendo un perfil cromatográfico (Ver Anexo D). Los resultados se expresaron en porcentajes relativos (al total de aceite en la muestra) de cada ácido graso, calculados por normalización interna de las áreas de los picos cromatográficos obtenidos.

⁷¹ AL-HAMAMRE. Op. Cit., p. 72, 73.

Tabla 8. Resultados de la cromatografía del aceite extraído con hexano.

| Tiempo de retención (min) | Componente | Porcentaje % |
|---------------------------|------------------------|--------------|
| 7,39 | C8 (Caprílico) | 0,06 |
| 7,73 | C10 (Cáprico) | 0,04 |
| 8,32 | C12:0 Iso | 0,02 |
| 8,41 | C12:0 (Láurico) | 0,11 |
| 8,51 | C13:0 Iso | 0,06 |
| 9,39 | C14 (Mirístico) | 0,16 |
| 10,09 | C15:0 (Pentadecanoato) | 0,03 |
| 10,61 | C16:0 Iso | 0,02 |
| 11,04 | C16 (Palmítico) | 33,22 |
| 11,82 | TRANS | 0,03 |
| 11,95 | C16:1 | 0,02 |
| 12,14 | C17:0 | 0,11 |
| 12,40 | C18:0 Iso | 0,03 |
| 13,64 | C18 (Estearico) | 7,14 |
| 14,98 | C18:1 (Oleico) | 10,19 |
| 15,12 | C18:1 11C | 0,64 |
| 17,34 | C18:2 (Linoleico) | 42,74 |
| 17,92 | C20:0 (Araquídico) | 2,63 |
| 18,95 | C18:3 | 0,02 |
| 19,31 | C18:3 (G-Linoleico) | 0,01 |
| 19,71 | C20:1 9C | 0,03 |
| 19,89 | C20:1 (Eicocianato) | 0,36 |
| 20,44 | C18:3N3 (Linolénico) | 1,58 |
| 20,94 | C18:2 9C,16C | 0,08 |
| 23,41 | C20:2 (Eicosadionato) | 0,05 |
| 24,90 | C22:0 (Behénico) | 0,63 |
| | TOTAL | 100 |

Tabla 9. Resultados de ácidos grasos Trans en el aceite extraído con hexano.

| Tiempo de retención (min) | Componente | Porcentaje % |
|---------------------------|--------------------------|--------------|
| 11,82 | C16:1T | 97,18 |
| 14,54 | C18:1N9T (Elaídico) | 2,81 |
| 16,62 | C18:2 6T (Linoelaídico) | 0,01 |
| 16,85 | C18:2 11T (Linoelaídico) | 0,00 |
| | TOTAL | 100 |

Lo primero que se puede observar de los resultados obtenidos es que el aceite extraído no contiene cadenas medias y está compuesto principalmente por los ácidos linoleico (42,74%), palmítico (33,22%), oleico (10,19%), esteárico (7,14%), araquídico (2,63%) y linolénico (1,58%). Además, existe una mayor cantidad de ácidos grasos insaturados presentes en el aceite que ácidos grasos saturados, ya que el porcentaje de ácidos con una o más insaturaciones (Oleico, linoleico y linolénico) es de 54,51% aproximadamente, mientras que los ácidos grasos que no presentan insaturaciones (Palmítico, esteárico y araquídico) representan aproximadamente el 42,99% del aceite. Los demás componentes presentes en la muestra pueden ser despreciados por su mínima composición. Esto implica que los lípidos extraídos de la borra de café conforman un aceite balanceado entre saturados e insaturados, con una ligeramente mayor composición de insaturados que permiten que el aceite se encuentre en estado líquido a temperatura ambiente. Además, también se observó que el contenido de ácidos grasos Trans es mínimo (0,03%) y no representa un problema, la composición de este tipo de ácidos grasos se profundiza en la Tabla 9, donde el ácido palmitoleico predomina considerablemente con un contenido de 97,18% de los ácidos Trans totales.

Las composiciones obtenidas concuerdan con Ramírez Ovalle⁷², quien encontró un contenido de ácido palmítico de 35,33% y de ácido linoleico de 44,39%. Los ácidos oleico, esteárico, araquídico y linolénico complementaban el aceite con composiciones de 7,63%, 7,72%, 2,95% y 1,50% respectivamente, datos cercanos a los encontrados en el presente trabajo, cuya mayor diferencia entre los resultados de este antecedente fue de 2,56%. El contenido de los ácidos grasos en el aceite varía de acuerdo al tipo de grano de café del que proviene el residuo y a los procesos a los que pudo haber sido sometido. La presencia de los ácidos linoleico y palmítico hace que el aceite tenga potenciales usos en la industria cosmética, especialmente para la producción de cremas y bloqueadores solares, ya que el ácido linoleico posee propiedades emolientes y puede ser utilizado como componente para la prolongación de la protección cutánea, mientras que el ácido palmítico puede proteger la piel de los rayos ultravioleta.⁷³

Una particularidad de este aceite es la presencia del ácido araquídico con un contenido de 2,63%, un ácido graso poco común en los aceites más usados; en la mayoría de aceites vegetales, se encuentra entre un 0,4% y un 0,6%. El ácido araquídico es un compuesto fácilmente oxidable lo que disminuiría la calidad del aceite, sin embargo, este aceite contiene naturalmente una alta cantidad de antioxidantes, lo cual hace que el aceite sea muy estable y no se descomponga fácilmente.⁷⁴

⁷² RAMIREZ OVALLE. Op. Cit., p. 117,118.

⁷³ ATABANI, A.E. *et. al.* Valorization of spent coffee grounds into biofuels and value-added products: Pathway towards integrated bio-refinery. *Fuel*, 2019. 254:115640, p. 5.

⁷⁴ AL-HAMAMRE, *et. al.* Op. Cit., p. 71.

En resumen, las propiedades de la borra de café pueden influir en gran medida en el proceso de extracción de lípidos, los factores más importantes a considerar en este caso fueron la humedad y el tamaño de partícula, obteniendo un porcentaje de humedad de 58.8511% por medio del método de gravimetría y un diámetro promedio de partícula de 0.4119 mm, la humedad indica que es necesario realizar un secado para favorecer la extracción mientras que el valor del diámetro de partícula sugiere que no se debe reducir su tamaño. Después de caracterizar y secar la borra de café, la materia prima se encuentra en las condiciones adecuadas para realizar la extracción. La extracción con hexano durante 30 minutos permite tener una referencia del rendimiento esperado para las pruebas que se van a desarrollar con el solvente alternativo, por esta razón, se procede a extraer el aceite con el solvente seleccionado (propanol) para comparar los rendimientos que se pueden obtener en distintos tiempos de extracción con el rendimiento utilizando hexano, los cuales se explicarán a continuación.

3.2 EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS CON EL SOLVENTE SELECCIONADO

Para la extracción de aceite a partir de la borra de café con el solvente alternativo seleccionado (propanol) y de acuerdo al diseño de experimentos planteado, se realizaron las pruebas en tres diferentes tiempos (30 min, 1h y 2h) llevando a cabo dos réplicas para calcular el porcentaje de extracto recuperado (que incluyen los lípidos y otros compuestos extraídos) y el porcentaje de aceite recuperado; el primero se calculó después del proceso de extracción y rotaevaporación, y el segundo se calculó después del lavado con hexano del extracto y una posterior rotaevaporación, obteniendo un aceite más puro.

El tiempo es una variable muy importante a tener en cuenta, ya que a medida que aumenta el tiempo de extracción es posible que se extraiga una mayor cantidad de lípidos. El Cuadro 4 muestra los resultados conseguidos para cada experimento realizado:

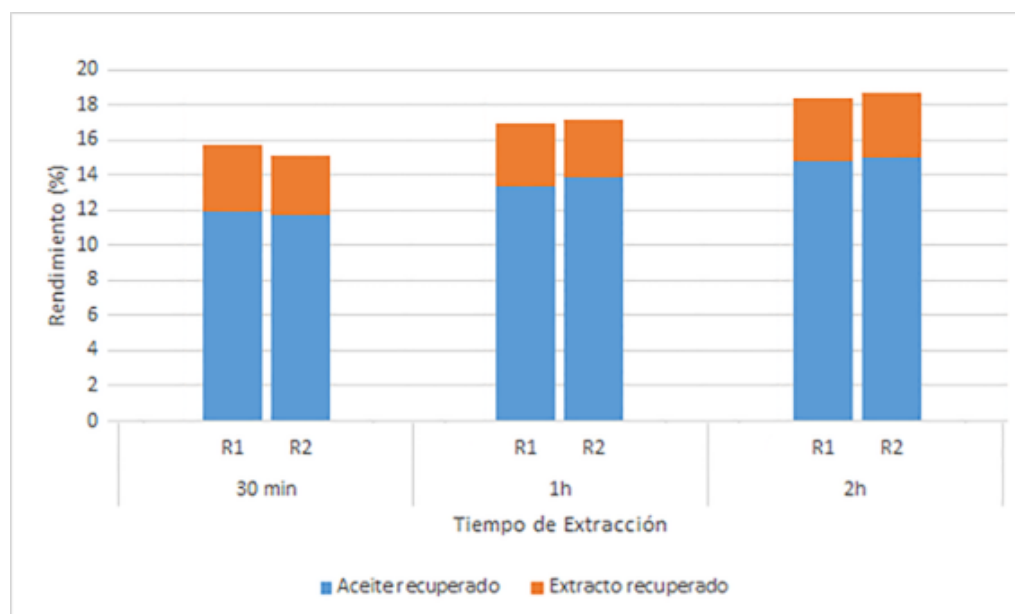
Cuadro 4. Resultados de la extracción de lípidos con propanol.

| Tiempo de extracción | 30 min | 1 h | 2 h |
|--|---------------|------------|------------|
| Porcentaje de extracto recuperado (%) | 15,6531 | 16,8924 | 18,3462 |
| | 15,1032 | 17,1536 | 18,6614 |
| Porcentaje de aceite recuperado (%) | 11,8874 | 13,3145 | 14,7836 |
| | 11,6713 | 13,8859 | 14,9743 |

Fuente: elaboración propia.

Como primera consideración, se observa que en el tiempo de 2 horas se obtuvo un mayor rendimiento en las dos réplicas, tanto para el extracto recuperado como en el aceite recuperado, con un resultado promedio de 18,5038% y 14,8789% respectivamente. Además, se evidencia que los resultados entre réplicas son muy cercanos y no existe una gran diferencia entre los datos. La máxima diferencia obtenida entre réplicas para el porcentaje de extracto recuperado fue de 0.5499% y para el porcentaje de aceite recuperado es de 0.5714%. En la Gráfica 3, se representan los datos conseguidos, y se observa que a medida que el tiempo sea mayor, los porcentajes de extracto y aceite recuperados aumentan.

Gráfica 3. Porcentajes de extracto y aceite recuperado a 30 min, 1 h y 2 h.



Fuente: elaboración propia.

Con este comportamiento, es posible afirmar que, a un tiempo mayor a 2 horas, el porcentaje de aceite extraído va a aumentar, sin embargo, el aumento en la cantidad de aceite que es posible de extraer disminuirá con el tiempo. El aumento de extracto recuperado de 30 minutos a 1 hora de haber iniciado el proceso fue en promedio 1.6449%, y el aumento entre 1 hora y 2 horas resultó ser de 1.4808% en promedio. Esto implica que la cantidad de extracto aumentará con mayores tiempos, pero requerirá de tiempos más largos para obtener un cambio significativo en los rendimientos hasta llegar a un tiempo en el cual no será posible recuperar más extracto, el cual se estima en 8 horas. En este caso, con una diferencia de 1 hora, el aumento en la cantidad de extracto fue similar pero ligeramente inferior al aumento obtenido durante la diferencia de los dos primeros tiempos de extracción.

(30 minutos). Por lo tanto, si se desea obtener un rendimiento similar al hexano (15.28%), se requiere de tiempos entre 2 y 4 horas, y si se necesita de un mayor aumento en el extracto recuperado, es necesario llevar el proceso a tiempos más largos (4 horas, 6 horas u 8 horas), sin embargo, el costo energético durante la extracción será alto y el proceso podría no ser rentable respecto a la cantidad que se logró extraer.

Ahora bien, si se analiza el porcentaje de aceite recuperado, el cual será de mayor importancia por ser el propósito del proceso, se observa que el aumento obtenido entre los dos primeros tiempos de extracción es de aproximadamente 1.8209%, y entre los tiempos de 1 hora y 2 horas resultó ser de 1.2788%. Al igual que el porcentaje de extracto recuperado, la variación en el rendimiento de aceite disminuirá a lo largo de intervalos de tiempo menores o iguales a 1 hora, por lo que se necesitarán mayores intervalos de tiempo para observar un aumento considerable, aunque llegará un momento en que es imposible obtener más aceite; además, conforme pase el tiempo de extracción, se recuperará mayor cantidad de otros compuestos distintos a los lípidos como antioxidantes y compuestos polares o anfipáticos (que conforman el extracto junto con el aceite), sin embargo, se espera que el aumento en la cantidad de lípidos extraídos sea mayor que el aumento en la cantidad extraída de otros compuestos. Entre los tiempos de 30 minutos y 1 hora, el aumento en el aceite recuperado fue mayor que el obtenido en el extracto, lo que implica que se extrajo más lípidos que otros compuestos, durante los tiempos de 1 hora y 2 horas, la variación del porcentaje de lípidos fue inferior, lo que quiere decir que se alcanzó a extraer un poco más de otros compuestos.

Estos resultados concuerdan con los datos obtenidos por Loyao, et al⁷⁵, quienes realizaron pruebas de extracción a 2 horas, 4 horas y 6 horas utilizando 100 gramos de borra de café, y observaron que la variación en la extracción de lípidos crudos y extracto disminuía con el paso del tiempo, aunque el aumento en la cantidad de aceite recuperado era ligeramente superior al aumento en la cantidad de otros compuestos diferentes. Además, a un mayor tiempo de extracción, la posibilidad de que el extracto tuviera una mayor cantidad de ácidos grasos libres (que afectan la estabilidad oxidativa del aceite) es más alta.

Para determinar la influencia del tiempo de extracción en la variabilidad de los porcentajes de extracto y aceite recuperados, se realizó un análisis ANOVA para la varianza de un factor en Excel (Ver los Anexos E y F), el cual permite calcular las variaciones debido a los tratamientos y al error y evidenciar si hay un efecto de la variable independiente (tiempo de extracción) en las variables de respuesta, y así aceptar o rechazar la hipótesis propuesta.

Se asumió un intervalo de confianza del 95%, y a partir de esto se calculó el estadístico de prueba y se comparó con el valor crítico a este intervalo de confianza

⁷⁵ LOYAO, *et al.* Op. Cit., p. 156.

que permite saber si existe o no un efecto de la variable en la respuesta. En el Cuadro 5 se observa el resumen de los resultados obtenidos.

Cuadro 5. Resultados del análisis ANOVA.

| Variable de Respuesta | Estadístico de Prueba F_o | Valor Crítico F |
|-----------------------------------|--|------------------------|
| Porcentaje de extracto recuperado | 62.4214 | 9.5521 |
| Porcentaje de aceite recuperado | 71.0913 | |

Fuente: elaboración propia.

Debido a que los valores de los estadísticos de prueba son mayores al valor crítico F (9.5521) a un intervalo de confianza de 95%, se dice que hay un efecto del tiempo de extracción en los porcentajes de extracto y aceite recuperado, se rechaza la hipótesis nula H_0 y se acepta la hipótesis alternativa, que afirma esta influencia del tiempo en las variables estudiadas.

Realizando la comparación con el rendimiento obtenido por hexano (15.0906%), los rendimientos del extracto recuperado por los tres tiempos de extracción fueron superiores, aunque el porcentaje de aceite recuperado (el cual es la variable de mayor importancia) fue menor para todos los tratamientos. Sin embargo, el tiempo de extracción de 2 horas obtuvo un rendimiento ligeramente inferior y muy cercano a esta referencia, con una diferencia de 0.2117%. La extracción de compuestos polares no es un problema ya que algunos son compuestos antioxidantes que ayudan a la estabilidad del aceite, y si se desea obtener un producto puro, generalmente los aceites pasan por un proceso de refinación que retiran estos compuestos y otros volátiles como los ácidos grasos libres, además de las trazas de solvente que pudieron permanecer. Por esta razón, el proceso de extracción Soxhlet utilizando 1-propanol como solvente en un tiempo de 2 horas obtiene rendimientos similares al proceso de 30 minutos usando hexano, obteniendo menos pérdidas de solvente y utilizando una sustancia menos tóxica y mucho más económica; si se desea obtener rendimientos que sobrepasen este valor, se debería aumentar el tiempo de extracción, teniendo en cuenta que los costos operativos y la cantidad de otros compuestos distintos al aceite se elevarán. Aunque el tiempo necesario para obtener rendimientos parecidos al hexano es mayor, el producto final que se obtiene es más valioso, ya que no posee trazas de solventes contaminantes, y, por lo tanto, su uso no está restringido a la producción de biodiesel, sino que su aplicación puede llegar a otros productos como los cosméticos, que obtienen un mayor valor agregado y que pueden venderse a precios más altos. Adicionalmente, el propanol es más fácil de adquirir que el hexano y reduce la contaminación al medio ambiente y la toxicidad que conlleva el proceso y el producto final.

Cabe resaltar que, aunque el objetivo del proyecto es extraer lípidos para su posterior uso en la industria, los demás compuestos que se encuentran en el extracto también pueden ser aprovechables, estos compuestos principalmente son carbohidratos y azúcares que pueden ser utilizados para producir bioetanol mediante fermentación, o pueden ser usados como aditivos en industrias de alimentos, farmacéuticos, cosméticos, entre otros. Adicionalmente, estos compuestos también se pueden polimerizar para producir polihidroxialcanoatos (PHA).⁷⁶ Este tipo de compuestos tiene una amplia gama de aplicaciones, por lo tanto, todo el extracto es aprovechable y puede ser usado en distintos sectores.

Luego de realizar las experimentaciones, se observa que la borra de café puede ser una importante fuente de lípidos aprovechables, solo en Colombia se producen 22000 toneladas de borra de café seca al año a nivel industrial⁷⁷, si se utilizara toda esta cantidad obtenida, se podrían obtener aproximadamente 3274 toneladas de aceite en Colombia al año; este valor no tiene en cuenta la producción de borra a nivel local y doméstico, si se contara toda la borra producida en diferentes sectores, se podría extraer más de 85000 toneladas al año de lípidos en Colombia. A nivel mundial, la borra de café producida supera los 6 millones de toneladas⁷⁸, siendo posible obtener más de 890000 toneladas al año de aceite a nivel mundial. Con estos datos, se observa que es posible extraer una gran cantidad de aceite de café utilizable en diversos sectores a partir de un residuo tan abundante en el mundo como el café gastado, adicionalmente, luego de la extracción de lípidos, se puede utilizar el residuo restante para la extracción de otros compuestos como carbohidratos y proteínas, o para su uso como combustible, filtros de adsorción, entre otros.

3.3 PRUEBAS FISICOQUÍMICAS

Para conocer la calidad del aceite y los parámetros más importantes que permiten conocer su estabilidad y los usos que se le pueden dar en la industria, se requiere realizar una investigación sobre las pruebas fisicoquímicas más determinantes.

3.3.1 Valor de acidez y contenido de ácidos grasos libres. Uno de los valores más importantes es el índice de acidez y/o el contenido de ácidos grasos libres (AGL). El valor de acidez indica el número de miligramos de KOH que se necesitan para neutralizar los ácidos grasos libres en 1 g de aceite de café. Este valor indica la acidez total, es decir, la cantidad de ácidos grasos que se encuentran libres y sin unir a la estructura del glicerol. Por otra parte, el contenido de ácidos grasos libres representa el porcentaje en masa de estos compuestos en el aceite; un alto porcentaje aumenta la susceptibilidad a la oxidación y degradación.⁷⁹ El valor del

⁷⁶ CAMPOS-VEGA, Rocío, *et. al.* Spent coffee grounds: A review on current research and future prospects. *Trends in food science and technology*, 2015. Vol. 45, p. 25, 26.

⁷⁷ RIAÑO LUNA. *Op. Cit.*, p. 211.

⁷⁸ MATA, *et. al.* *Op. Cit.*, p. 1079.

⁷⁹ AL-HAMAMRE, *et. al.* *Op. Cit.*, p. 71.

índice de acidez se determina por medio de una titulación con una solución estándar de KOH.

De acuerdo a la norma técnica, el valor obtenido de acidez (W_{AV}) se reemplaza en la siguiente ecuación para hallar el contenido de ácidos grasos libres (W_{FFA}):

Ecuación 19. Cálculo del contenido de ácidos grasos libres.

$$W_{FFA} = 0,5 \times W_{AV}$$

Fuente: INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de acidez y de la acidez. NTC 218:2011. Bogotá D.C: El instituto, 2011. p. 12.

La siguiente tabla presenta los resultados obtenidos del índice de acidez y contenido de AGL por varios autores:

Tabla 10. Valor de acidez y contenido de AGL registrado por algunos autores.

| Referente | Valor de Acidez (mg KOH/g aceite) | Contenido de AGL (%) | Solvente utilizado |
|----------------------------------|-----------------------------------|----------------------|--------------------|
| Ramírez Ovalle ⁸⁰ | 5.984 | 2.992 | Hexano |
| Castro Hernández ⁸¹ | 9.45 | 4.725 | Hexano |
| Al-Hamamre et. al. ⁸² | 7.3 | 3.65 | Hexano |
| Loyao, et. al. ⁸³ | 6.8 | 3.4 aprox. | Propanol (2h) |
| Loyao, et. al. ⁸⁴ | 7.4 | 3.7 aprox. | Hexano (2h) |

Fuente: elaboración propia.

*Nota: los valores en negrita fueron calculados por los autores de este proyecto utilizando la ecuación 18, y de acuerdo a los datos disponibles en las fuentes revisadas.

De acuerdo a lo presentado en la tabla 10, se observa que los valores pueden diferir considerablemente y esto se debe a la especie y condición del café, y a las condiciones de los procesos de extracción como tiempo, temperatura y solvente; el

⁸⁰RAMIREZ OVALLE. Op. Cit., p. 116.

⁸¹ CASTRO HERNÁNDEZ, Camila Angélica. Evaluación del Biodiésel producido a partir de aserrín de café bajo un proceso de transesterificación a nivel laboratorio como fuente de energía alternativa. Tesis de Pregrado. Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América, 2020. p. 51.

⁸² AL-HAMAMRE, et. al. Op. Cit., p. 73.

⁸³ LOYAO, et. al. Op.Cit., p. 157.

⁸⁴ Íbid, p. 157.

contenido de AGL para el proceso de referencia (Soxhlet a 30,4 minutos) es de 3.65% (índice de acidez de 7.3 mg KOH/g aceite), un valor bajo comparado con el obtenido utilizando otros solventes; se espera que la acidez aumente cuando se utilizan solventes más polares (por ejemplo, de acuerdo a Al-Hamamre et. al., el valor ácido obtenido para un aceite extraído con isopropanol es de 12,8 mg KOH/g aceite, el cual representa un contenido de AGL de 6,40%). De acuerdo a Loyao, et. al., el aceite extraído con propanol en un tiempo de 2 horas presentó valores similares y ligeramente menores a los resultados obtenidos con hexano, y esto es debido a su alta apolaridad; sin embargo, otros autores afirman que la acidez usando propanol como solvente de extracción suele ser mayor a la obtenida mediante hexano porque presenta cierto grado de polaridad, aun así la diferencia entre los resultados es pequeña, por lo que el valor ácido obtenido con propanol es comparable y similar a la acidez resultante con hexano. Adicionalmente, se observa que, si el tiempo de extracción se extiende, la cantidad de ácidos grasos libres aumenta significativamente debido a la exposición del aceite a altas temperaturas por tiempos más largos, lo que causa que se liberen más ácidos grasos que se encontraban unidos a la estructura del glicerol.

De acuerdo a los valores esperados para la acidez del aceite de café, este no es recomendable para su uso como aceite de cocina debido a que la norma indica que el porcentaje de AGL debe ser máximo 0.1%⁸⁵.

Se espera que el aceite de café sea muy adecuado para la producción de biodiesel. Si se desea producir biodiesel con el aceite obtenido, es necesario disminuir el valor de acidez ya que el resultado se encuentra encima del límite permitido para este biocombustible (valor ácido máximo de 0.5 mg KOH/g)⁸⁶ y puede formar jabones y emulsiones que aumentan la viscosidad afectando los rendimientos del proceso de transesterificación; por esta razón, es necesario realizar una refinación al aceite y/o realizar un pretratamiento donde gran parte de los AGL se convierten a ésteres mediante el uso de metanol en presencia de ácido sulfúrico como catalizador.⁸⁷

Para el uso en cosmética, es posible realizar comparaciones con otros aceites con aplicaciones en este campo como el aceite de germen de trigo para conocer los posibles límites máximos de acidez, esta propiedad debe ser máximo de 5 mg KOH/g⁸⁸, sin embargo, para la mayoría de cremas y ungüentos, el contenido de ácidos grasos libres debería ser menor al 2%⁸⁹. Existen diversos parámetros

⁸⁵ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Aceites y grasas animales y vegetales comestibles. Buenas prácticas para el almacenamiento, uso y disposición del aceite de cocina empleado en fritura. GTC 306:2019. Bogotá D.C: El instituto, 2019. p. 11.

⁸⁶ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Biodiesel para uso en Motores Diésel. Especificaciones. NTC 5444:2018. Bogotá D.C: El instituto, 2018. p. 9.

⁸⁷ AL-HAMAMRE, et. al. Op. Cit., p. 73.

⁸⁸ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Productos para la industria cosmética. Aceite de germen de trigo. NTC 3758:1995. Bogotá D.C: El instituto, 1995. p. 5.

⁸⁹ MUJICA, Viky, et. al. Formulación de un producto cosmético con propiedades antiarrugas a partir del aceite de semilla de merey (*Anacardium Occidentale* L). *Revista de la Facultad de Ingeniería*

teniendo en cuenta el tipo de aceite y al uso específico al cual se va a aplicar; sin embargo, el valor de acidez reportado para el aceite de café se encuentra ligeramente alto, por lo tanto, es recomendable realizar un pretratamiento para disminuir el contenido de ácidos grasos libres, excepto cuando se desea saponificar el aceite.

3.3.2 Índice de saponificación y materia insaponificable. El índice de saponificación Indica la cantidad de hidróxido de potasio (KOH) en miligramos que se necesita para saponificar 1g de aceite, y especifica el contenido de ácidos grasos totales (libres y los que se encuentran enlazados al glicerol). Para su determinación se utiliza una solución etanólica de hidróxido de potasio que se mezcla con la muestra y se calienta hasta ebullición, para luego titular con una solución normalizada de ácido clorhídrico.⁹⁰

La Tabla 11 presenta los resultados obtenido por distintos autores del índice de saponificación.

Tabla 11. Índices de saponificación registrados por varios autores.

| Referencia | Índice de saponificación (mg KOH/g aceite) | Solvente utilizado |
|----------------------------------|--|--------------------|
| Castro Hernández ⁹¹ | 179.76 | Hexano |
| Al-Hamamre, et al. ⁹² | 173.9 | Hexano |
| Al-Hamamre, et al. ⁹³ | 183 | Etanol |
| Al-Hamamre, et al. ⁹⁴ | 187 | Isopropanol |
| Dang & Nguyen ⁹⁵ | 185.13 | Hexano |

Fuente: elaboración propia.

Se observa que los resultados obtenidos por distintos autores son similares, consiguiendo índices de saponificación entre un intervalo aproximado de 173 y 187 mg KOH/g aceite. Los valores varían de acuerdo a las condiciones del café (almacenamiento, especie, humedad, etc.) y a los procesos realizados, como ya se ha mencionado anteriormente. Aunque hay escasez de datos de esta propiedad

Universidad Central de Venezuela, 2010. Vol. 25(2), p. 119-131. Disponible en: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0798-40652010000200013&lng=es&tlng=es.

⁹⁰ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de saponificación. NTC 335:2019. Bogotá D.C: El instituto, 2019. p. 9,10.

⁹¹ CASTRO HERNÁNDEZ, Camila Angélica. Op. Cit., p.51.

⁹² AL-HAMAMRE, et. al. Op. Cit., p. 73.

⁹³ Íbid, p. 73.

⁹⁴ Íbid, p. 73.

⁹⁵ DANG, Chi-Hien & NGUYEN, Thanh-Danh. Physicochemical characterization of Robusta Septn Coffee Ground Oil for Biodiesel Manufacturing. *Waste and Biomass Valorization*, 2018. p. 7.

con el solvente propanol, se observa que el uso de otros solventes diferentes al hexano no afecta considerablemente este índice, por lo que se esperan resultados que se encuentren dentro de este rango con el uso de propanol. El índice de saponificación esperado es relativamente bajo, lo cual permite que el aceite se encuentre en valores adecuados para su uso en la fabricación de biodiesel, jabones y otros cosméticos; sin embargo, no es recomendable para usarlo como aceite de cocina ya que se requiere de valores mucho más bajos para esta aplicación. Adicionalmente, por la presencia de ácido araquídico, el aceite fácilmente puede degradarse ante la presencia de calor si se somete repetidamente.

Por otra parte, la materia insaponificable hace referencia a todas las sustancias presentes en el aceite que no se pueden saponificar con un álcali y no son volátiles bajo las condiciones especificadas, e incluye compuestos como esteroides, terpenos y tocoferoles. Para su determinación, se saponifica la muestra con una solución de hidróxido de potasio a altas temperaturas, y cuando la saponificación se completa, se realiza una extracción con hexano para separar la materia insaponificable y calcular su cantidad. El valor se expresa en términos de porcentaje (g materia insaponificable/gramos de aceite). La Tabla 12 expone los datos recogidos de la materia insaponificable:

Tabla 12. Materia insaponificable registrado por varios autores.

| Referencia | Materia Insaponificable (% peso/peso) | Solvente utilizado en la extracción |
|------------------------------|--|--|
| Ramírez Ovalle ⁹⁶ | 1.680 | Hexano |
| Loyao, et al. ⁹⁷ | 13.8 aprox. | Hexano |
| Loyao, et al. ⁹⁸ | 10.26 | Etanol |
| Loyao, et al. ⁹⁹ | 10.3 aprox. | Propanol |
| Loyao, et al. ¹⁰⁰ | 10.2 aprox. | Isopropanol |

Fuente: elaboración propia.

Con los resultados recogidos, se concluye que el aceite presenta niveles bajos de materia insaponificable, y se espera que, al aumentar el tiempo de extracción, este porcentaje aumente. El valor presentado por Ramírez Ovalle es muy bajo y se puede deber al tiempo y al método utilizado para la extracción. Los datos conseguidos por Loyao, et. al. (a un tiempo de extracción de 2 horas) se encuentran entre el rango

⁹⁶ RAMIREZ OVALLE. Op. Cit., p. 116

⁹⁷ LOYAO, *et. al.* Op.Cit., p. 158.

⁹⁸ *Íbid*, p. 158.

⁹⁹ *Íbid*, p. 158.

¹⁰⁰ *Íbid*, p. 158.

de 10%-20% de lípidos totales manifestado por Jenkins, et. al.¹⁰¹: adicionalmente, los valores varían al usar hexano u otros solventes, sin embargo, la diferencia no es considerable y siguen dentro del rango reportado por la literatura. Esta fracción del aceite representa los compuestos que no reaccionan con una base para producir jabón; como el valor es bajo, significa que el aceite es muy adecuado para la producción de jabones y otros productos cosméticos, obteniendo altos rendimientos en la saponificación. La materia insaponificable consiste en compuestos bioactivos de gran importancia para las industrias farmacéutica y cosmética, entre ellos se encuentran los terpenos, esteroides y tocoferoles; los tocoferoles actúan como antioxidantes cuya función es mantener la estabilidad oxidativa del producto y son beneficiosos para el almacenamiento de biocombustibles.¹⁰²

3.3.3 Pruebas adicionales. La Tabla 13 presenta un resumen de pruebas fisicoquímicas complementarias aplicadas al aceite extraído de la borra de café por diversos autores.

¹⁰¹ JENKINS, Rhodri W., *et. al.* Effect of the type of bean, processing and geographical location on the biodiesel produced from waste coffee grounds. *Energy Fuels*, 2014. Vol. 28(2), p. 1166.

¹⁰² LOYAO, *et. al.* Op.Cit., p. 158.

Tabla 13. Pruebas fisicoquímicas adicionales registradas por varios autores.

| Prueba | Ramírez Ovalle ¹⁰³ | Castro Hernández ¹⁰⁴ | Al-Hamamre, et. al. ¹⁰⁵ | Caetano, et. al. ¹⁰⁶ | Deligiannis et. al. ¹⁰⁷ |
|--|-------------------------------|---------------------------------|------------------------------------|---------------------------------|------------------------------------|
| Índice de yodo (gl ₂ /100 g) | 96.500 | 86.480 | - | 62.980 | 82.00 |
| Índice de peróxidos (meq O ₂ /kg) | 0.749 | - | - | - | - |
| Densidad (g/cm ³) | 0.923 (a 23.2 °C) | 0.894 (a 40°C) | 0.919 (a 40°C) | 0.903 (a 15°C) | 0.934 (a 15°C) |
| Viscosidad cinemática (mm ² /s) | - | 27.920 (a 40°C) | 55.473 (a 40°C) | 38.040 (a 40°C) | 46.965 (a 40°C) |

Fuente: elaboración propia.

El índice de yodo permite calcular el grado de insaturación del aceite, es decir, la cantidad de dobles enlaces, el cual se relaciona con el punto de fusión ya que, a mayor número de insaturaciones, el aceite presenta un punto de fusión más bajo. Este índice se mide mediante la cantidad de yodo adsorbido por los dobles enlaces del aceite. Los valores dependen del solvente, las condiciones de operación y las características de la materia prima, ya que la cantidad de cada tipo de ácido graso extraído varían de acuerdo a estos factores en las pruebas realizadas por diversos autores. Sin embargo, el índice de yodo no supera los 100 gl₂/100 g de muestra, lo que implica que se tienen valores relativamente bajos que permite que exista cierto balance de ácidos grasos saturados e insaturados; esto se puede confirmar en la cromatografía realizada para el aceite, donde se observa que los ácidos grasos insaturados representan un poco más del 50% de los ácidos grasos totales, y permitiendo que el aceite se encuentre en estado líquido a temperatura ambiente. Estos valores para este índice son adecuados para la producción de biodiesel (cuyo

¹⁰³ RAMIREZ OVALLE. Op. Cit., p. 115.

¹⁰⁴ CASTRO HERNANDEZ. Op. Cit., p. 51.

¹⁰⁵ AL-HAMAMRE, et. al. Op. Cit., p.74.

¹⁰⁶ CAETANO, N.S., et. al. Valorisation of spent coffee grounds: Production of Biodiesel via Enzymatic Catalysis with Ethanol and a Co-Solvent. *Waste and Biomass Valorization*, 2017. Vol. 8, pp. 1983.

¹⁰⁷ DELIGIANNIS, et. al. Op. Cit., p. 620.

límite máximo permitido es de 120 g_l/100 g¹⁰⁸) y para la elaboración de cremas y jabones.¹⁰⁹

El índice de peróxidos permite determinar el estado de conservación del aceite por medio de la cantidad de peróxidos finales del proceso de oxidación del aceite, es decir, mide la oxidación del aceite fresco o el grado de rancidez al momento de la prueba en unidades de miliequivalentes de oxígeno por kilogramo; se considera que un aceite con más de 2 meq O₂/kg de muestra es altamente propenso a mostrar rancidez.¹¹⁰ El valor obtenido por Ramírez Ovalle es un valor muy bajo y menor al límite establecido, lo cual permite que el aceite sea muy adecuado para los usos estudiados y confirma que es muy estable a los procesos de oxidación.

La densidad varía en las diversas fuentes consultadas de acuerdo a la cantidad de cada compuesto extraído, sin embargo, todas confirman que la densidad del aceite es menor a la del agua, y que el aumento en la temperatura disminuye la densidad. La densidad del aceite de la borra de café generalmente se encuentra entre un rango aproximado de 0.880-0.950 g/cm³.

Finalmente, la viscosidad cinemática varía considerablemente y está directamente relacionada con el contenido de ácidos grasos libres en el aceite; las viscosidades consultadas en las diversas fuentes a 40°C suelen ser altas debido a que el contenido de AGL también lo es, esto implica que es más dificultoso y requiere de mayor energía su mezclado en el reactor de transesterificación para el proceso de producción de biodiesel, obteniendo rendimientos bajos; es por esta razón que los aceites no pueden ser usados directamente como combustible y necesitan transesterificarse, disminuyendo su viscosidad. Adicionalmente, la viscosidad del aceite de café puede disminuir significativamente al aumentar la temperatura, lo que permitiría una manipulación más fácil en los procesos que lo requieren.¹¹¹

Con toda la información obtenida sobre las pruebas fisicoquímicas, se observa que el aceite de la borra de café es muy apto para la producción de biodiesel¹¹², y de productos cosméticos como jabones de tocador, bloqueadores solares y cremas antienvjecimiento y antiarrugas, incluso si se desean utilizar los lípidos para la producción de jabones no es necesario realizar un pretratamiento para disminuir los ácidos grasos libres ya que la saponificación incluye estos ácidos y los que se

¹⁰⁸ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Biodiesel para uso en Motores Diésel. Especificaciones. Op. Cit., p. 9.

¹⁰⁹ LAFONT, Jennifer; PÁEZ, Manuel y PORTACIO, Alfonso. Extracción y Caracterización Fisicoquímica del Aceite de la Semilla (Almendra) del Marañón (*Anacardium Occidentale L*). *Información tecnológica*, 2011. Vol. 22(1), p. 55.

¹¹⁰ *Ibid*, p. 55.

¹¹¹ AL-HAMAMRE, *et. al.* Op. Cit., p. 75.

¹¹² MASSAYA, Jackie.; *et al.* Conceptualization of a spent coffee grounds biorefinery: A review of existing valorisation approaches. *Food and Bioproducts Processing*. 2019, Vol. 118, p. 153.

encuentran enlazados al glicerol, por esta razón, el aceite extraído puede destinarse directamente a este propósito. Existen otro tipo de aplicaciones menos estudiadas para este producto como componente de productos de limpieza (aromatizantes ambientales y jabones opacos) o como aditivo en chocolatería, pastelería, confitería y bebidas debido a su sabor y aroma característicos, sin embargo, para este último uso, es necesario que el aceite se encuentre en alto grado de pureza (el cual se obtiene mediante otros métodos de extracción como el fluido supercrítico) y refinado para su consumo humano.¹¹³

Con los usos establecidos, ahora se procede a realizar una matriz de selección Pugh (Véase numeral 2.5.1) con el fin de elegir el uso más adecuado para el aceite extraído. Para ello, se va a calificar si las propiedades de estos lípidos se encuentran dentro o fuera de los requisitos establecidos para cada aplicación, además de considerar si es necesario un alto grado de pureza o un pretratamiento para su uso. Se asignará valores de “+” si la característica del aceite es apta para la aplicación, “-” si no lo es, y “=” si no afecta considerablemente en el uso; adicionalmente se asignará “+” si el aceite no requiere de un alto grado de pureza o de un pretratamiento (puesto que se están ahorrando procesos posteriores a la extracción) y “-” para el caso contrario; finalmente, se evaluará si el producto obtenido en cada aplicación posee un mayor (+), igual (=) o menor (-) valor agregado (debido a sus propiedades) respecto a otros productos de su sector. Se estudian las aplicaciones con suficiente información para su evaluación: Biodiesel, cosméticos y para la industria de alimentos. El sector cosmético se separó en jabones y otros productos como cremas y bloqueadores debido a que los requerimientos necesarios en las propiedades y estado del aceite son diferentes. A continuación, se presenta los pesos que se le asignaron a cada criterio de acuerdo a su importancia, siendo 1 menos importante y 3 más importante:

¹¹³ DORADO ACHICANOY, Jhazmin Daniela. Extracción y caracterización de aceite de café (*Coffea arábica*) a partir grano tostado con CO₂ supercrítico. [En Línea] Tesis de pregrado. Universidad de Nariño, San Juan de pasto:2013. [Consultado el 2020-07-31]. Disponible en: <http://biblioteca.udenar.edu.co:8085/atenea/biblioteca/89678.pdf>

Tabla 14. Peso de los criterios para la selección de la aplicación.

| Criterio | Peso |
|--|-------------|
| Índice de acidez y contenido de AGL | 3 |
| Índice de saponificación y materia insaponificable | 2 |
| Índice de yodo | 2 |
| Índice de peróxidos | 2 |
| Viscosidad | 1 |
| Alto grado de pureza | 3 |
| Pretratamiento requerido | 3 |
| Valor agregado del producto | 3 |

Fuente: elaboración propia.

Se asigna con el mayor peso (3) al contenido de ácidos grasos libres debido a que es una propiedad que contribuye a la estabilidad del aceite y del producto, haciendo que sea necesario o no realizar pretratamientos para adaptar el aceite de acuerdo a la aplicación determinada, adicionalmente, se valora a la pureza, el pretratamiento y el valor agregado con el mayor peso porque son factores que indican si la elaboración del producto será más costosa debido al pretratamiento de los lípidos, viable si se requiere o no un alto grado de pureza del aceite y rentable si el producto se puede vender a mejor precio y ofrece mayores beneficios que otros productos similares. Los demás índices son importantes a considerar de acuerdo al uso, pero no influyen tanto como el índice de acidez, por esta razón se asigna un peso intermedio (2). Finalmente, se asigna el menor peso (1) a la viscosidad ya que es una propiedad que, aunque afecta la manipulación del aceite en ciertos usos, este conflicto se puede superar aumentando la temperatura para disminuir este valor o realizando el pretratamiento para eliminar los AGL, ya que se encuentran directamente relacionados.

Cuadro 6. Matriz para la selección de la aplicación.

| Criterio | Peso | Aplicaciones | | | |
|--|------|--------------|---------------------|---|-----------------------|
| | | Biodiesel | Cosmética (Jabones) | Cosmética (Cremas, bloqueadores, entre otros) | Aditivos en alimentos |
| Índice de acidez y contenido de AGL | 3 | - | = | - | - |
| Índice de saponificación y materia insaponificable | 2 | + | + | + | = |
| Índice de yodo | 2 | + | + | + | + |
| Índice de peróxidos | 2 | + | + | + | + |
| Viscosidad | 1 | - | = | = | = |
| Alto grado de pureza | 3 | + | + | + | - |
| Pretratamiento requerido | 3 | - | + | - | - |
| Valor agregado del producto | 3 | = | + | + | + |
| Suma Positivos | | 4 | 6 | 5 | 3 |
| Suma Negativos | | 3 | 0 | 2 | 3 |
| Suma Iguales | | 1 | 2 | 1 | 2 |
| Suma Ponderada de Positivos | | 9 | 15 | 12 | 7 |
| Suma Ponderada de Negativos | | 7 | 0 | 6 | 9 |
| TOTAL | | 2 | 15 | 6 | -2 |

Fuente: elaboración propia.

Según los resultados obtenidos mediante la matriz de selección, la mejor aplicación que se le puede dar al aceite de café extraído con propanol es en el sector cosmético, principalmente en la producción de jabones y otros productos como protectores solares y cremas, gracias a la alta presencia de ácido linoleico y palmítico, que ofrece protección ultravioleta y cutánea (Ver numeral 3.1.3.1). Además, para la fabricación de jabones no se requiere realizar un pretratamiento o

un proceso de refinación por su alto valor de acidez y contenido de ácidos grasos libres, facilitando el proceso de producción como uso directo. A pesar de que el aceite presenta un bajo contenido de materia insaponificable, esto permite que los productos cosméticos tengan una mayor calidad, así como lo afirma Wagemaker. *et al.*¹¹⁴ El contenido de materia insaponificable permite una mayor fijación y penetración de humedad en la piel, junto con los ácidos grasos insaturados y un alto factor de protección solar; esto hace que el aceite sea un ingrediente con un valor agregado para la elaboración de cosméticos capaz de proporcionar una mayor protección solar y retención de humedad en la piel. Esta aplicación no sería posible con aceite extraído con hexano debido a la toxicidad y efecto perjudicial en la salud humana de las trazas de solvente que permanecen en el aceite.

En segundo lugar, se encuentra la producción de biodiesel, el costo de fabricación de este combustible es inferior al de los combustibles fósiles y este precio está asociado a la materia prima utilizada en el proceso de transesterificación, la cual es un residuo que hace que el costo del producto sea mínimo, esto convierte al contenido de aceite que está presente en la borra de café en una fuente potencial para la producción del biodiesel¹¹⁵; otro factor que contribuye para su producción es su bajo índice de yodo, peróxidos y saponificación. El alto contenido de ácidos grasos libres (AGL) presentes en el aceite de café tiene un efecto negativo sobre la producción de ésteres metílicos (FAME), el alto valor de acidez puede neutralizar un catalizador alcalino, el cual se utiliza usualmente en la síntesis del biodiesel, fomentando la formación de jabones y disminuyendo el rendimiento del proceso y la calidad del producto, por lo tanto, previamente se debe realizar el lavado del aceite con metanol como se menciona en Tuntiwiwattanapun, *et al.*¹¹⁶

Al igual que en la producción de biodiesel, si se quiere utilizar este tipo de aceite en el área de alimentos es necesario aplicar un proceso de refinación para que el contenido de ácidos grasos libres sea muy mínimo y al mismo tiempo se eliminan completamente las trazas de solvente presentes en el aceite, debido a que este producto está destinado para consumo humano y por ello se requiere que tenga una mayor pureza haciendo que los costos aumenten. Es muy posible que el aceite se pueda disponer para varios usos. Según Ramírez Ovalle. *et al.*¹¹⁷ existen algunas aplicaciones del aceite de café en la industria de alimentos como aceite de pastelería, dado a la presencia de ácidos grasos y su característico aroma y sabor que puede ser de gran utilidad en la repostería; otro uso que se le puede dar al

¹¹⁴ WAGEMAKER, Tais, *et al.* Sun protection factor, content and composition of lipid fraction of green coffee beans. *Industrial crops and products*. 2011, vol. 33, p. 472.

¹¹⁵ KONDAMUDI, Narasimharao, *et al.* *Op. Cit.*, p. 11757.

¹¹⁶ TUNTIWIWATTANAPUN, Nattapong, *et al.* Sequential extraction and reactive extraction processing of spent coffee grounds: An alternative approach for pretreatment of biodiesel feedstocks and biodiesel production. *Industrial crops and products*. 2018, vol. 117, p. 359.

¹¹⁷ RAMIREZ OVALLE. *Op. Cit.*, p. 87.

aceite es como aditivo alimentario en confitería y heladería proporcionándoles aroma a los helados y bombones.

Luego de realizar las pruebas experimentales con el método Soxhlet y el solvente alternativo seleccionado (1-propanol) mediante la matriz Pugh, se obtiene un rendimiento de 18.5038% de extracto y 14,8789% de aceite en un tiempo de extracción de 2 horas, un valor muy cercano a la referencia obtenida con hexano (15.0906%). Debido a la extracción de otros compuestos distintos a los lípidos y los costos energéticos que conlleva mantener el proceso a tiempos más largos, no se recomienda demorar más de 2 horas en la extracción. El producto que se obtiene es un aceite muy estable oxidativamente, con índice de acidez ligeramente alto e índices bajos de yodo, saponificación y peróxidos, que permite que el aceite pueda destinarse a producir jabones y productos para la piel en el campo cosmético y, en segundo lugar, para la producción de biocombustible. Después de realizar las pruebas de extracción y obtener los resultados de rendimientos y condiciones del proceso, se inicia con el diseño básico conceptual del proceso de extracción de lípidos, el cual abarca el cálculo de balance de materia y energía.

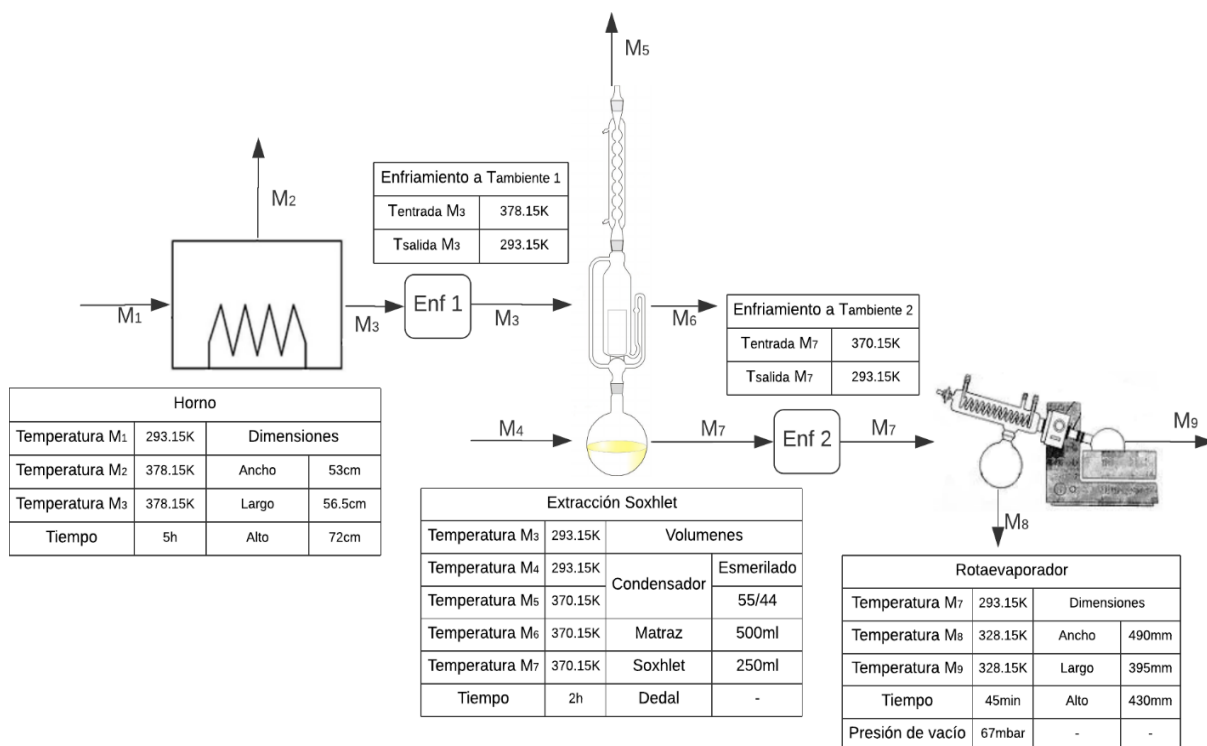
4. DISEÑO CONCEPTUAL BÁSICO DEL PROCESO

En esta sección se realiza un diseño a escala laboratorio del proceso de extracción de lípidos con el solvente alternativo seleccionado durante el tiempo de extracción que mayor rendimiento haya conseguido durante las experimentaciones. Además, se realizan los balances de masa y energía en las operaciones involucradas.

4.1 BALANCE DE MATERIA

El diagrama de proceso de la extracción de lípidos se puede ver a continuación:

Diagrama 2. Diagrama de proceso.



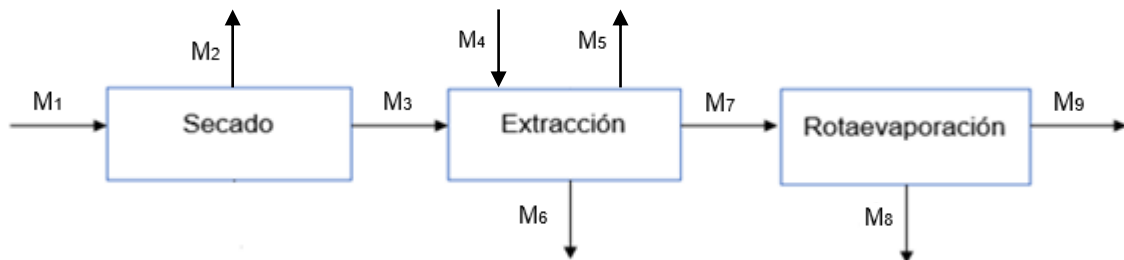
Fuente: elaboración propia.

Este proceso se desarrolla por lotes a escala laboratorio, debido a que la empresa produce 10 Kg de borra de café a la semana, un valor bajo e insuficiente para diseñar un proceso a escala piloto, el cual necesitaría de mayores cantidades de materia prima para su constante operación. Es posible utilizar materia prima proveniente de otras fuentes, sin embargo, las características de la borra de café van a variar por su procedencia, especie, y procesos a los que fue sometido, y no

estarán sujetas a las especificaciones realizadas en este proyecto, que se elaboraron con las propiedades de la materia prima obtenida por Catación Pública, por esta razón, este trabajo desea ser un acercamiento al proceso de extracción de lípidos, para que en futuros proyectos se profundice y se diseñen procesos a escala piloto con mayores cantidades de materia prima disponible.

Para la extracción del aceite de la borra de café por medio del método Soxhlet se utiliza el solvente propanol durante 2 horas, ya que fue el tiempo de extracción que obtuvo una mayor cantidad de extracto recuperado (18.5038% en promedio), se realizó un balance de materia con el objetivo de cuantificar lo obtenido en tres unidades: Secado, extracción y rotaevaporación. En el caso del secado se busca calcular la cantidad de borra seca y el agua retirada; en el proceso de extracción la cantidad de extracto-solvente extraído, el residuo del solvente utilizado (Propanol) y la borra al final del proceso, y finalmente en la rotaevaporación el solvente recuperado y el extracto resultante.

Diagrama 3. Balance de materia.



Fuente: elaboración propia.

Se decidió utilizar una base de cálculo de 50 g para la corriente M_1 debido a que en la unidad de proceso de extracción se emplea un cartucho extractor (dedal) en el cual se deposita la borra de café seca, el cual tiene una capacidad máxima entre 25 g y 30 g de muestra. En caso de que se sobrepase esta medida, sería necesario realizar varias corridas experimentales para tratar toda la borra entrante; adicionalmente, se utilizaría una mayor cantidad de solvente y se necesitará disponer de balones lo suficientemente grandes para almacenar el volumen de la mezcla extracto-solvente en la rotaevaporación.

Se usaron las siguientes ecuaciones con el fin de realizar el balance de materia de dichas operaciones:

Ecuación 20. Balance de Materia en la unidad de secado.

$$M_1 = M_2 + M_3$$

Donde:

M_1 = Masa de borra a la entrada del horno, en gramos.

M_2 = Masa del agua retirada, en gramos

M_3 = Masa de borra seca a la salida del horno, en gramos.

Ecuación 21. Balance de Materia en la unidad de extracción Soxhlet.

$$M_3 + M_4 = M_5 + M_6 + M_7$$

Donde:

M_3 = Masa correspondiente a la borra seca en la salida del horno y la entrada de la extracción, en gramos

M_4 = Masa del solvente (propanol) utilizado, en gramos

M_5 = Masa del solvente perdido, en gramos

M_6 = Masa de la borra de café luego de la extracción, en gramos

M_7 = Masa de la mezcla aceite-solvente, en gramos

Ecuación 22. Balance de materia en la unidad de rotaevaporación.

$$M_7 = M_8 + M_9$$

Donde:

M_7 = Masa correspondiente a la mezcla aceite-solvente en la salida del proceso de extracción y la entrada de la rotaevaporación, en gramos

M_8 = Masa del solvente recuperado, en gramos

M_9 = Masa de extracto obtenido, en gramos

Finalmente, el balance de materia global del proceso se presenta en la Ecuación 23:

Ecuación 23. Balance General de Materia del proceso de extracción de aceite

$$M_1 + M_4 = M_2 + M_5 + M_6 + M_8 + M_9$$

4.1.1 Secado. En esta unidad se realiza la reducción de humedad de una muestra de 50 g de borra de café húmeda en un horno de bandejas a una temperatura de 105°C durante 5 horas, se siguieron estas condiciones según Mata, *et al*¹¹⁸; debido a que las propiedades y calidad del aceite no se ven afectados considerablemente por estas condiciones y no es favorable secar la muestra de borra en un mayor tiempo debido al consumo energético que se genera. El principal objetivo de este proceso es secar completamente la muestra y que la humedad no obstaculice una extracción de aceite efectiva. En cuanto a los resultados, se calcularon teniendo en cuenta el porcentaje de humedad de 58.8511% presente en la muestra de borra de café (Ver numeral 3.1.1); se sabe que la corriente de entrada M_1 corresponde a la borra húmeda, residuo de la producción de café soluble, de manera que se obtendrán dos corrientes de salida M_2 y M_3 , las cuales hacen referencia a la masa de agua retirada y a la masa de borra seca respectivamente. Luego del proceso de secado, la borra de café está lista para someterse al proceso de extracción.

La Tabla 15 presenta los datos obtenidos en gramos para las corrientes involucradas en el secado:

Tabla 15. Corrientes involucradas en el secado.

| CORRIENTE | DESCRIPCIÓN | MASA (g) |
|-----------|----------------------|----------|
| M1 | Borra de café húmeda | 50 |
| M2 | Agua retirada | 29.4255 |
| M3 | Borra de café seca | 20.5745 |

Fuente: elaboración propia.

Después del proceso de secado, se obtiene 20.5745 g de borra de café seca que se llevan a la extracción por el método Soxhlet.

4.1.2 Extracción Soxhlet. En esta unidad, se extrae aceite de una muestra de borra de café seca M_3 utilizando como solvente el propanol M_4 teniendo en cuenta la relación borra/solvente de 1:9 g/mL¹¹⁹ y una densidad del solvente de 0.803 g/mL. El solvente es de naturaleza hidrofóbica y procediendo con las condiciones de operación adecuadas (T:97°C en un tiempo de 2 horas) se consigue un rendimiento promedio de 18.5038% de acuerdo a las réplicas durante la experimentación.

¹¹⁸ MATA, *et al.* Op. Cit., p. 1081.

¹¹⁹ EFTHYMIPOULOS, Ioannis, *et al.* Influence of solvent selection and extraction temperature on yield and composition of lipids extracted from spent coffee grounds. Op. Cit., p. 51.

Se calculó el porcentaje de pérdidas del solvente conociendo el volumen que entró a la extracción, y el volumen que se recuperó en la rotaevaporación, el resultado fue de 26.50% de pérdidas del solvente propanol (M_5) en volumen (menor a las pérdidas obtenidas con hexano durante 30 minutos: 33.08%) ; cabe aclarar que este porcentaje representa las pérdidas generadas en los procesos de extracción y rotaevaporación, sin embargo, por la dificultad de calcular las pérdidas en cada unidad y sabiendo que las pérdidas en la rotaevaporación son mínimas en comparación a las pérdidas obtenidas en la extracción, se asume que todas las pérdidas fueron generadas durante la extracción Soxhlet. Adicionalmente, en la extracción se obtiene una mezcla de extracto-solvente M_7 y una cantidad de borra de café seca al final del proceso de extracción M_6 . La Tabla 16 presenta los resultados obtenidos de las corrientes involucradas para esta unidad.

Tabla 16. Corrientes involucradas en la extracción Soxhlet.

| CORRIENTE | DESCRIPCIÓN | MASA TOTAL (g) |
|------------------|------------------------------|-----------------------|
| M3 | Borra seca | 20.5745 |
| M4 | Solvente a la entrada | 148.6916 |
| M5 | Solvente perdido | 39.4033 |
| M6 | Borra luego de la extracción | 16.7674 |
| M7 | Solvente+Extracto | 113.0954 |

Fuente: elaboración propia.

Luego del proceso de extracción, se obtiene una mezcla extracto-solvente con una masa de 113.0954 g, la cual se conduce a la unidad de rotaevaporación para su posterior separación.

4.1.3 Rotaevaporación. Se efectúa la separación de la mezcla extracto-solvente M_7 en un rotaevaporador, retirando y así mismo recuperando la mayor cantidad de solvente posible M_8 para lograr un aceite con mayor pureza M_9 mediante una presión de vacío de 67 mbar. A esta presión, el propanol ebulle a 40°C, sin embargo, para facilitar la separación del solvente y obtener un aceite con trazas indetectables y despreciables de solvente, el proceso se somete a una mayor temperatura (55°C), la cual no afecta la calidad del aceite. Por lo tanto, en el balance de masa se puede asumir que todo el solvente se recupera. Como se mencionó anteriormente, se asume que las pérdidas de solvente son mínimas en esta unidad, por lo tanto, no se tienen en cuenta dentro del balance de materia.

Tabla 17. Corrientes involucradas en la rotaevaporación.

| CORRIENTE | DESCRIPCIÓN | MASA TOTAL (g) |
|-----------|---------------------|----------------|
| M7 | Solvente+Extracto | 113.0954 |
| M8 | Solvente recuperado | 109.2883 |
| M9 | Extracto | 3.8071 |

Fuente: elaboración propia.

Luego del proceso de rotaevaporación, se obtiene 3.8071 g de extracto, de los cuales 3.0613 g corresponden a lípidos. El extracto se puede destinar a un pretratamiento y/o una refinación para eliminar las trazas de solvente que pudieron permanecer, y eliminar los ácidos grasos libres y otros compuestos distintos a los ácidos grasos si es necesario, de acuerdo al uso planeado para éste (biodiesel o cosméticos). Por otra parte, el solvente recuperado puede volver a utilizarse para la extracción.

4.2 BALANCE DE ENERGÍA

Con las masas de cada corriente calculadas, ahora se procede a calcular el calor neto necesario en cada unidad; para ello se requiere calcular las entalpías de cada corriente. El calor específico de la borra de café y el extracto se calcularon de acuerdo a Choi y Okos¹²⁰, que permite calcular este parámetro de acuerdo a la composición del material.

Ecuación 24. Calor específico (J/kg*K) de acuerdo a Choi y Okos.

| | |
|----------------------|---|
| <i>Proteína</i> | $C_p = 2.0082 * 10^3 + 1.2089 * T - 1.3129 * 10^{-3} * T^2$ |
| <i>Lípidos</i> | $C_p = 1.9842 * 10^3 + 1.4733 * T - 4.8008 * 10^{-3} * T^2$ |
| <i>Carbohidratos</i> | $C_p = 1.5488 * 10^3 + 1.9625 * T - 5.9399 * 10^{-3} * T^2$ |
| <i>Fibra</i> | $C_p = 1.8459 * 10^3 + 1.8306 * T - 4.6509 * 10^{-3} * T^2$ |
| <i>Cenizas</i> | $C_p = 1.0926 * 10^3 + 1.8896 * T - 3.6817 * 10^{-3} * T^2$ |
| <i>Humedad</i> | $C_p = 4.1762 * 10^3 - 9.0864 * 10^{-2} * T + 5.4731 * 10^{-3} * T^2$ |

Fuente: CHOI, Y. & OKOS, M.R. Effects of Temperature and Composition on the Thermal Properties of Foods. *Food Engineering and Process Applications*, 1986. Vol. 1, pp. 93-101.

¹²⁰ CHOI, Y. & OKOS, M.R. Effects of Temperature and Composition on the Thermal Properties of Foods. *Food Engineering and Process Applications*, 1986. Vol. 1, p. 96.

Con estas ecuaciones establecidas, se realizó una ponderación del calor específico teniendo en cuenta el Cp y la composición de cada componente, obteniendo un único resultado. La composición de la borra de café húmeda, seca y luego de la extracción se obtuvieron de acuerdo a los rangos establecidos por Atabani, et al.¹²¹, Kourmentza, et. al.¹²² y Somnuk, et. al.¹²³. El calor específico del extracto se calculó teniendo en cuenta que, de acuerdo a las experimentaciones realizadas, el 80.4010% corresponde a lípidos, mientras que el 19.5990% corresponde a otros compuestos, principalmente azúcares y carbohidratos de bajo peso molecular.

La Tabla 18 presenta los diferentes valores calculados para las corrientes involucradas.

Tabla 18. Calor específico para la borra de café y el extracto.

| CORRIENTE | DESCRIPCIÓN | TEMPERATURA (K) | CALOR ESPECÍFICO, Cp (kJ/kg*K) |
|-----------|--------------------------------------|-----------------|--------------------------------|
| M1 | Borra de café húmeda | 293.15 | 3.5259 |
| M3 | Borra de café seca | 378.15 | 1.8562 |
| M3 | Borra de café seca | 293.15 | 1.9613 |
| M6 | Borra de café luego de la extracción | 370.15 | 1.8881 |
| M7 | Extracto presente en la mezcla | 370.15 | 1.7914 |
| M7 | Extracto presente en la mezcla | 293.15 | 1.9272 |
| M9 | Extracto | 328.15 | 1.8728 |

Fuente: elaboración propia.

Para la entalpía específica de la mezcla solvente-extracto, y conociendo la masa presente de ambos componentes, se realiza una ponderación de la multiplicación de cada entalpía por la correspondiente composición másica.

Las entalpías del propanol se calcularon con las constantes de Kayode¹²⁴ (Ver Anexo G), que permitían calcular el calor específico molar de acuerdo a la temperatura y al estado del solvente, y dividiendo este resultado por la masa molar

¹²¹ ATABANI, et. al. Op. Cit., p. 13.

¹²² KOURMENTZA, C. et. al. Op. Cit., p. 981.

¹²³ SOMNUK, K., EAWLEX, P. & PRATEEPCHAIKUL, G. Op. Cit., p. 182.

¹²⁴ KAYODE COKER, Akintunde. Ludwig's Applied Process Design for Chemical and Petrochemical Plants. 4 ed. Derby: Gulf Professional Publishing, 2010. 1008p. ISBN: 9780750683661.

del propanol (60.0952 g/mol), se obtiene el calor específico en términos másicos (Cp). Adicionalmente, se obtiene la entalpía de vaporización.

Ecuación 25. Calor específico molar del propanol en estado líquido.

$$\bar{C}_p = A + BT + CT^2 + DT^3$$

Fuente: KAYODE COKER, Akintunde. Ludwig's Applied Process Design for Chemical and Petrochemical Plants. 4 ed. Derby: Gulf Professional Publishing, 2010. 1008p. ISBN: 9780750683661.

Ecuación 26. Calor específico molar del propanol en estado gaseoso.

$$\bar{C}_p = A + BT + CT^2 + DT^3 + ET^4$$

Fuente: KAYODE COKER, Akintunde. Ludwig's Applied Process Design for Chemical and Petrochemical Plants. 4 ed. Derby: Gulf Professional Publishing, 2010. 1008p. ISBN: 9780750683661.

Los datos utilizados en los balances de energía para el propanol se presentan en la Tabla 19:

Tabla 19. Datos caloríficos obtenidos para el propanol

| Parámetro | Estado del solvente | Unidades | Resultado |
|--------------------------------|---------------------|----------|-----------|
| Cp (a 293.15 K) | Líquido | kJ/kg*K | 2.3891 |
| Cp (a 370.15 K) | Líquido | kJ/kg*K | 2.6326 |
| Cp (a 370.15 K) | Gas | kJ/kg*K | 1.7716 |
| Entalpía de vaporización, hvap | - | kJ/kg | 688.9428 |

Fuente: elaboración propia.

Con los calores específicos determinados, se calcula la entalpía específica de la corriente mediante la ecuación 27:

Ecuación 27. Cálculo de la entalpía específica.

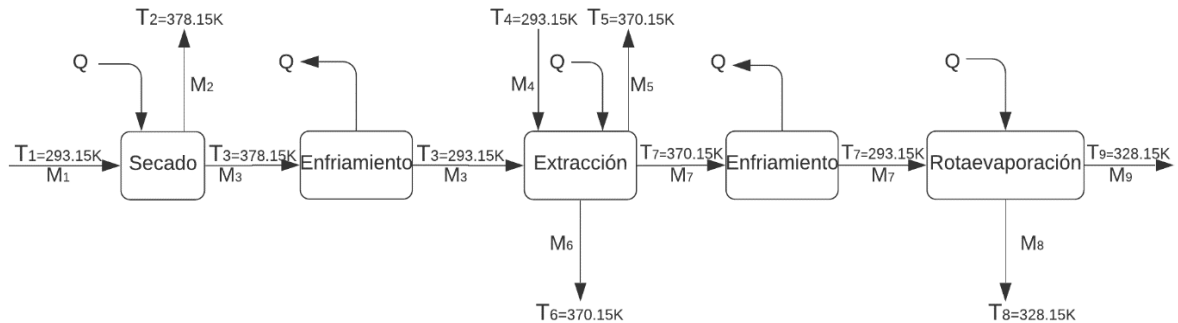
$$h\left(\frac{kJ}{kg}\right) = Cp\left(\frac{kJ}{kg * K}\right) * T(K)$$

Fuente: CENGEL, Yunus A., CIMBALA, John M. y TURNER, Robert H. Fundamentals of thermal-fluid sciences. 5 ed. Nueva York: McGraw-Hill, 2017. p. 931. ISBN 978-0-07-802768-0.

Finalmente, el valor de la entalpía específica del agua se obtuvo de Cengel, Cimbala y Turner¹²⁵, a una temperatura de 105 °C (378.15 K) y a la presión de Bogotá (74.6605 kPa). El agua sale del secado como vapor sobrecalentado con una entalpía resultante de 2689.0728 kJ/kg.

El diagrama 4 presenta el balance de energía del proceso. Cabe resaltar que cada operación se realizó con un día de diferencia debido a la disponibilidad de los equipos en el Sena, por esta razón, las corrientes M_3 y M_7 se enfrían y entran al siguiente equipo a temperatura ambiente (20°C).

Diagrama 4. Balance de energía.



Fuente: elaboración propia.

4.2.1 Secado. Para este caso, el horno de secado trabaja a 105°C porque se requiere aplicar calor para permitir que el agua presente en la borra de café se evapore. La ecuación 28 presenta el balance de energía en esta unidad y el calor neto resultante:

¹²⁵ CENGEL, Yunus A., CIMBALA, John M. y TURNER, Robert H. Fundamentals of thermal-fluid sciences. Appendix 1: Property tables and charts (SI units). 5 ed. Nueva York: McGraw-Hill, 2017. p. 980. ISBN 978-0-07-802768-0.

Ecuación 28. Balance de energía del proceso de secado.

$$M1h1 + Q = M2h2 + M3h3;$$
$$Q = 41.8876 \text{ kJ}$$

Fuente: elaboración propia.

Como se mencionó anteriormente, el proceso de extracción se lleva a cabo al día siguiente del secado, por esta razón, la borra seca se enfría a temperatura ambiente. El calor perdido en este enfriamiento se observa en la Ecuación 29.

Ecuación 29. Calor perdido por el enfriamiento de la borra de café seca.

$$M3h3_{378.15K} = Q_{perdido} + M3h3_{293.15K}$$
$$Q_{perdido} = -2.6119 \text{ kJ}$$

Fuente: elaboración propia.

4.2.2 Extracción Soxhlet. Para este proceso, se especifica que la temperatura de operación es de 97°C y el propanol a la entrada ingresa a una temperatura de 20°C en estado líquido. La corriente M_5 (solvente perdido) sale del proceso en estado gaseoso. Este proceso involucra la interacción de la borra de café con el solvente, el calentamiento necesario para evaporar el solvente y el calor transferido hacia el agua de servicio utilizada para condensar el propanol que no se pierde. La Ecuación 30 presenta el balance de energía global en esta unidad y el calor neto:

Ecuación 30. Balance de energía del proceso de extracción.

$$M3h3 + M4h4 + Q_{neto} = M5h5 + M6h6 + M7h7$$
$$Q_{neto} = 57.7558 \text{ kJ}$$

Fuente: elaboración propia.

Ahora bien, el calor representado en la Ecuación 30 es el calor neto, resultante de todos los procesos y corrientes involucrados en la extracción. Para conocer cuánto calor se debe aplicar con la fuente de calentamiento para calentar el solvente de entrada desde la temperatura de entrada hasta la temperatura de operación del proceso y evaporarlo, se utiliza la Ecuación 31:

Ecuación 31. Calor necesario para calentar y evaporar el solvente en la extracción.

$$Q = M4 * \left((h_{370.15K} - h_{293.15K}) + h_{vap} \right)$$
$$Q = 143.1942 \text{ kJ}$$

Fuente: elaboración propia.

Adicionalmente, el calor que debe transferirse del propanol evaporado (masa de solvente que no se pierde, sale en la mezcla extracto-solvente y posteriormente se recupera en la rotaevaporación) al agua de servicio se representa en la Ecuación 32:

Ecuación 32. Calor de condensación para el proceso de extracción.

$$Q_c = M8 * -h_{vap}$$
$$Q_c = -75.2934 \text{ kJ}$$

Fuente: elaboración propia.

Finalmente, como ocurre luego del proceso de secado, la mezcla extracto-solvente se enfría a temperatura ambiente hasta el siguiente día, cuando se realiza la rotaevaporación.

Ecuación 33. Calor perdido por el enfriamiento de la mezcla extracto-solvente.

$$M7 * h_{370.15K} = Q_{perdido} + M7 * h_{293.15K}$$
$$Q_{perdido} = -30.3280 \text{ kJ}$$

Fuente: elaboración propia.

4.2.3 Rotaevaporación. Este proceso está constituido por dos partes: La evaporación del solvente y su posterior condensación para la recuperación. La mezcla extracto-solvente entra a una temperatura de 20°C y la temperatura del proceso se especifica a 55°C y a una presión de 67 mBar. El balance de energía global de la unidad y el calor neto del proceso se presenta a continuación, en donde el propanol ya se encuentra recuperado (en estado líquido):

Ecuación 34. Balance de energía en el proceso de rotaevaporación.

$$M7h7 + Q_{neto} = M8h8(l) + M9h9$$
$$Q_{neto} = 12.7286 \text{ kJ}$$

Fuente: elaboración propia.

A continuación, se presenta el calor que se necesita en el baño maría para el primer proceso (evaporar el propanol):

Ecuación 35. Calor necesario para la evaporación del solvente en la rotaevaporación.

$$M7h7 + Q_e = M8h8(g) + M9h9$$
$$Q_e = 88.0220 \text{ kJ}$$

Fuente: elaboración propia.

Finalmente, el calor que se debe transferir para condensar el propanol evaporado con agua de servicio se presenta en la Ecuación 36:

Ecuación 36. Calor de condensación para el proceso de rotaevaporación.

$$Q_c = M8 * -h_{vap}$$
$$Q_c = -75.2934 \text{ kJ}$$

Fuente: elaboración propia.

En resumen, el calor total que se necesita aplicar en todo el proceso (en el secado, en la plancha de calentamiento durante la extracción y en el baño maría del rotaevaporador) para tratar 50 gramos de borra de café es de 273.1038 kJ, lo que equivale a $7.5862 \cdot 10^{-2}$ kW-h. La energía requerida se elevará proporcionalmente si se aumenta la masa de borra de café a tratar.

El diseño realizado de la extracción de lípidos usando propanol como solvente permitió establecer las especificaciones propias del proceso y calcular la masa de extracto y aceite que se puede obtener a partir de una muestra de borra húmeda proveniente de la empresa Catación Pública; si se tratan 50 gramos de esta materia

prima, se obtienen 3.8071 g de extracto, de los cuales 3.0613 g corresponde a aceite. Además, se calculó la energía que se necesita aplicar durante el proceso. A continuación, se calculan los costos que involucra el diseño realizado, en el cual se incluyen los equipos, la materia prima y la energía necesaria.

5. ANÁLISIS DE COSTOS

En esta sección se calculan los costos de materia prima, solvente, equipos y energía involucrados en el proceso de extracción de lípidos con el solvente seleccionado.

5.1 COSTO DE MATERIA PRIMA Y SOLVENTE

Como se mencionó previamente, se producen aproximadamente 10 kg de borra de café a la semana en la empresa Catación Pública, los cuales no son aprovechados y son desechados; por esta razón, la materia prima no tiene ningún costo. Sin embargo, la borra de café tiene un valor económico asociado al costo del café; de acuerdo a Catación Pública, un paquete de 340 gramos de café para la elaboración de la bebida tiene un costo promedio de \$26.000, el café gastado resultante presenta una reducción considerable en su contenido de cafeína (aproximadamente 80%), uno de los compuestos más importantes presentes en la bebida de café, aunque todavía contiene cantidades considerables de otros compuestos de interés; por esta razón, se asume que la borra de café tiene un valor de la mitad del precio del café. Se decide recolectar 340 g, el equivalente a un paquete de café, para evitar transportar una mayor cantidad que no vaya a ser utilizada y recoger la porción para el proceso a partir de esta muestra. Por otra parte, el 1-propanol se vende por litro a un precio de \$14000 (Ver Anexo B). El Cuadro 7 presenta los costos de estos materiales y el costo asociado a su transporte desde los proveedores hasta los laboratorios.

Cuadro 7. Costos de materia prima y solvente.

| INSUMO | CANTIDAD | COSTO (COP) | PROVEEDOR |
|--|-----------------|--------------------|---|
| Borra de café | 340 g | \$13.000 | Catación Pública |
| 1-propanol (pureza de 99.5%) | 1 L | \$14.000 | Disolventes y Soluciones Químicas S.A.S |
| COSTO POR TRANSPORTE DE LOS INSUMOS | | \$25.000 | - |
| TOTAL | | \$52.000 | - |

Fuente: elaboración propia.

El total de costos que involucra la borra de café y el solvente es de \$52.000. Adicionalmente, el volumen de propanol puede ser usado durante varias extracciones.

5.2 COSTO DE EQUIPOS

Este costo involucra los precios de los equipos disponibles en el SENA y el material de laboratorio requerido para el desarrollo del proceso de extracción de lípidos. Para este proceso, se requiere de un horno de secado, el montaje de la extracción Soxhlet junto con la manta de calentamiento, y el rotaevaporador con su bomba de vacío. Los costos de los elementos en COP fueron calculados de acuerdo a la tasa representativa del mercado del día 7 de Julio de 2020. En el Cuadro 8 se observan los costos de los equipos y materiales de laboratorio.

Cuadro 8. Costo de los equipos y materiales.

| OPERACIÓN | EQUIPO/MATERIAL | MODELO | COSTO (COP) |
|-----------------------|---|---|--------------------------------|
| Secado | Horno de secado | Heratherm Thermo Scientific Advanced Protocol OGH60 | \$7'073.857,37 ¹²⁶ |
| Extracción Soxhlet | Refrigerante Dimroth (Condensador) | - | \$233.744,85 ¹²⁷ |
| | Cuerpo Extractor 250 mL | - | \$233.744,85 ¹²⁸ |
| | Matraz fondo plano 500 mL | - | \$44.698,58 ¹²⁹ |
| | Dedal de celulosa de pared 1 mm (25 unidades) | - | \$158.290,37 ¹³⁰ |
| | Manta de calentamiento | Electrothermal EM 1000/CEX1 | \$2'009.183,31 ¹³¹ |
| Rotaevaporación | Rotaevaporador | Heidolph HEI- VAP Precision | \$18'463.956,96 ¹³² |
| | Bomba de vacío | Vacuubrand MZ 2C NT | \$7'340.408,52 ¹³³ |
| TOTAL | | | \$35'557.884,81 |

Fuente: elaboración propia.

¹²⁶ FISCHER SCIENTIFIC. Thermo Scientific Estufas de Protocolo Avanzado HERatherm. 2020. [Sitio Web] [Consultado el 2020-07-07] Disponible en: <https://www.fishersci.es/shop/products/heratherm-advanced-protocol-ovens/p-4530056#?keyword=thermo+scientific+advanced+protocol+OGH60>

¹²⁷ FARMAMUNDI. Material de laboratorio. 2020, p. 8. [Catálogo] [Consultado el 2020-07-07] Disponible en:

https://www.farmaceuticosmundi.org/farmamundi/descargas/pdf/LABORATORY_SUPPLIES_09.pdf

¹²⁸ Íbid, p. 8.

¹²⁹ Íbid, p. 8.

¹³⁰ QUERCUSLAB. Cartuchos extracción Soxhlet. [Sitio Web] [Consultado el 2020-07-07] Disponible en: <https://quercuslab.es/accesorios-para-destilacion/745-cartuchos-extraccion.html>

¹³¹ CLARKSON LABORATORY. Electromantle 1000ml Controlled Grounded EM Mantle 115V. 2020. [Sitio Web] [Consultado el 2020-07-07] Disponible en: <https://store.clarksonlab.com/EM1000/CEX1.aspx>

¹³² FISCHER SCIENTIFIC. Heidolph Rotavapor modelo Hei-Vap Precision. 2020. [Sitio Web] [Consultado el 2020-07-07] Disponible en: <https://www.fishersci.es/shop/products/hei-vap-precision-hl-model-rotary-evaporator-1/p-8257007>

¹³³ FISCHER SCIENTIFIC. VACUUBRAND Bombas de vacío con diafragma químico VACUUBRAND MZ2C NT Dry. 2020. [Sitio Web] [Consultado el 2020-07-07] Disponible en: <https://www.fishersci.es/shop/products/brandtech-vacuubrand-mz2c-nt-dry-chemistry-diaphragm-vacuum-pump-2/10735774#?keyword=Vacuubrand+MZ2C+NT>

5.3 COSTOS ENERGÉTICOS

Los costos energéticos se calcularon teniendo en cuenta la potencia que requiere cada equipo para su funcionamiento y la energía resultante que se debe aplicar de acuerdo a los balances de energía. El costo del Kw-h se obtuvo de las tarifas de energía eléctrica para el mes de Junio de 2020 (Ver Anexo H). Los datos de potencia de los equipos se obtuvieron directamente del SENA.

Cuadro 9. Costos energéticos del proceso.

| Equipo | Potencia (kW) | Tiempo de operación (h) | Energía consumida (kW-h) | Costo (COP) |
|---------------------------------------|---------------|-------------------------|--------------------------|-------------------|
| Horno de secado | 1.73 | 5 | 8.65 | \$4.490,15 |
| Manta de calentamiento | 0.30 | 2 | 0.60 | \$311,46 |
| Rotaevaporador | 1.40 | 0.75 | 1.05 | \$545,05 |
| Bomba de vacío | 0.40 | 0.75 | 0.30 | \$155,73 |
| Energía aplicada (Balance de energía) | | | $7.59 \cdot 10^{-2}$ | \$39,38 |
| TOTAL | | | 10.68 | \$5.541,77 |

Fuente: elaboración propia.

El costo de energía para procesar 50 g de borra de café y mantener los equipos en funcionamiento durante el tiempo de operación es de \$5541,77; el costo de la energía que se requiere aplicar crece proporcionalmente con el aumento de la masa a tratar, mientras que los costos por las potencias de los equipos se mantendrán constantes; sin embargo, si se desea procesar una mayor cantidad de borra de café, hay que tener en cuenta la capacidad del montaje de la extracción Soxhlet y el rotaevaporador.

Con los costos calculados de los equipos, la materia prima, el solvente y la energía, el costo total para el proceso de extracción de lípidos usando propanol como solvente alternativo es de \$35'615.427. Este valor difiere de los costos del proceso utilizando hexano como solvente, ya que el precio del propanol es menor al del hexano y se obtienen menores pérdidas con el solvente alternativo, lo que implica que 1 litro de propanol podrá utilizarse más veces dentro del proceso que 1 litro de hexano, cuya alta volatilidad hace que se produzcan mayores pérdidas, afectando económicamente la extracción. El costo de la energía es mayor en el proceso con propanol debido a que su punto de ebullición es mayor y su volatilidad es menor, requiriendo más calor para su calentamiento y evaporación; sin embargo, el aceite

extraído con propanol puede venderse a un mayor precio que los lípidos extraídos por hexano debido a su menor toxicidad y su amplia gama de aplicaciones en nuevos sectores.

6. CONCLUSIONES

- La extracción de lípidos a partir de la borra de café se ve influenciada por el contenido de humedad y el diámetro de partícula de la materia prima. Con el café gastado suministrado por Catación Pública, el contenido de humedad resultó ser de 58.8511% y el diámetro de partícula obtuvo un valor de 0.4119 mm. Para facilitar y aumentar el rendimiento de la extracción, se requirió realizar un secado para eliminar la humedad presente mientras que no fue necesario moler la muestra por tener un diámetro bastante pequeño. Adicionalmente, la extracción Soxhlet utilizando hexano durante 30 minutos permitió obtener una referencia del rendimiento esperado de aceite (15.0906%), el cual es un valor que concuerda con la literatura.
- Se seleccionó el método Soxhlet para la extracción de lípidos debido al alto rendimiento reportado por la literatura y la disponibilidad de los equipos, mientras que el 1-propanol fue elegido como el solvente alternativo a utilizar por su fácil adquisición, naturaleza hidrofóbica, y baja toxicidad y costo en comparación con los otros solventes estudiados. El mayor rendimiento se obtuvo a un tiempo de 2 horas con porcentajes de extracto y aceite extraído de 18,5038% y 14,8789% respectivamente, un valor muy cercano al porcentaje extraído con hexano (15.0906%). El resultado es un aceite estable a la oxidación y rico en ácidos linoleico (42.74%), palmítico (33.22%) y oleico (10.19%), diferenciándose de otros aceites vegetales por la presencia de ácido araquídico (2.63%); presenta un índice de acidez ligeramente alto, y bajos índices de saponificación, yodo y peróxidos, lo que hace que este aceite pueda ser aplicado a la producción de cosméticos y biodiesel.
- El diseño básico conceptual del proceso por lotes de extracción de lípidos con propanol a nivel laboratorio se realizó de acuerdo al tiempo de extracción que mayor rendimiento haya obtenido (2 h). El proceso incluye 3 unidades: Secado, extracción y rotaevaporación. Dentro de las especificaciones, se estableció una masa de 50 g de borra de café húmeda, obteniendo al final del proceso 3.8071 g de extracto, de los cuales 3.0613 g corresponden a lípidos. De acuerdo a los balances energéticos, la energía que se requiere aplicar para procesar esta masa de borra entrante es de 273.1038 kJ, este valor aumentará proporcionalmente con el aumento de la masa de borra a tratar.
- Luego de conocer las especificaciones del proceso utilizando 1-propanol como solvente, se calcularon los costos involucrados, obteniendo un precio de \$52.000 para la obtención de la materia prima y el solvente, \$35'557.885 para la compra

de los equipos necesarios (horno, montaje Soxhlet y rotaevaporador) y \$5.542 para suplir los costos energéticos de los equipos. El total de los costos estudiados fue de \$35'615.427.

- A partir de la borra de café proveída por la empresa Catación Pública, una materia prima que es constantemente desechada y desaprovechada, la extracción de lípidos a escala laboratorio utilizando 1-propanol como solvente alternativo permite obtener un rendimiento similar al obtenido con hexano mediante el método Soxhlet; al usar un solvente menos costoso y menos tóxico, el proceso se vuelve más sostenible y permite obtener un aceite de un mayor valor agregado que puede ser utilizado en diversos campos de la industria.

7. RECOMENDACIONES

- Se sugiere caracterizar varias muestras de borra de café provenientes de diferentes especies de café, de distintas empresas y/o locales y que hayan sido sometidas a diferentes procesos, para comparar y evaluar los rendimientos.
- Profundizar en el estudio de otros métodos de extracción como el de fluido supercrítico y los asistidos por microondas y ultrasonido, para comparar y evaluar los rendimientos de lípidos que se pueden obtener.
- Utilizar otro tipo de solventes orgánicos para la extracción de lípidos, o una mezcla de solventes que permita obtener rendimientos mayores.
- Se recomienda realizar las especificaciones del proceso de extracción de lípidos a una escala piloto.
- Establecer un diseño de experimentos más complejo y con mayor número de repeticiones para conseguir datos más precisos y confiables.
- Se sugiere realizar experimentalmente las pruebas fisicoquímicas del aceite extraído que permitan conocer su calidad y propiedades.
- Se recomienda profundizar en los procesos posteriores a la extracción de lípidos, como los procesos involucrados en la refinación del aceite y la fabricación de un producto final.

BIBLIOGRAFÍA

ABDULLAH, Mudafer, y BULENT KOC, A. Oil removal from waste coffee grounds using two-phase solvent extraction enhanced with ultrasonication. *Renewable Energy*, 2013. Vol. 50, pp. 965-970.

AHANGARI, Behdad, y SARGOLZAEI, Javad. Extraction of lipids from spent coffee grounds using organic solvents and supercritical carbon dioxide. *Food Processing and Preservation*. 2012, vol. 37, pp. 1014-1021.

AL-HAMAMRE, Zayed; *et al.* Oil extracted from spent coffee grounds as a renewable source for fatty acid methyl ester manufacturing. *Fuel*. 2012, Vol. 96, pp. 70-76.

ATABANI, A.E. *et al.* Valorization of spent coffee grounds into biofuels and value-added products: Pathway towards integrated bio-refinery. *Fuel*, 2019. 254:115640.

AZUOLA, Rocío y VARGAS, Pedro. Extracción de sustancias asistida por ultrasonido (EUA). *Tecnología en marcha*. 2007, Vol. 20-4, pp. 30-40. [en línea] [Consultado el 2020-02-02]. Disponible en: https://campus.exactas.uba.ar/pluginfile.php/62406/mod_resource/content/1/extracci%C3%B3n%20usae.pdf

BURGE, Stuart. Pugh Matrix (PM). The Systems Engineering Tool Box. 2009. [En Línea] Disponible en: <https://www.burgehugheswalsh.co.uk/uploaded/1/documents/pugh-matrix-v1.1.pdf>

CAETANO, N.S., *et al.* Valorisation of spent coffee grounds: Production of Biodiesel via Enzymatic Catalysis with Ethanol and a Co-Solvent. *Waste and Biomass Valorization*, 2017. Vol. 8, pp. 1981-1994.

CAFÉ DE COLOMBIA. Producción de Café Soluble. [Sitio Web] [Consultado en 2020-02-11] Disponible en: http://www.cafedecolombia.com/particulares/es/sobre_el_cafe/el_cafe/industrializacion/produccion_de_cafe_soluble/

CAFÉ PARA CARDIÓLOGOS [Anónimo]. Revista colombiana de cardiología. {En línea} 2005, Vol. 11, nro. 8, p. 357-365. ISSN 0120-5633. Disponible en: <http://www.scielo.org.co/pdf/rcca/v11n8/v11n8a1.pdf>

CAMPOS-VEGA, Rocío, *et al.* Spent coffee grounds: A review on current research and future prospects. *Trends in food science and technology*, 2015. Vol. 45, pp. 24-36.

CASTRO HERNÁNDEZ, Camila Angélica. Evaluación del Biodiésel producido a partir de aserrín de café bajo un proceso de transesterificación a nivel laboratorio como fuente de energía alternativa. Tesis de Pregrado. Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América, 2020. p. 1-76.

CENGEL, Yunus A., CIMBALA, John M. y TURNER, Robert H. Fundamentals of thermal-fluid sciences. 5 ed. Nueva York: McGraw-Hill, 2017. 1065 p. ISBN 978-0-07-802768-0.

CHOI, Y. & OKOS, M.R. Effects of Temperature and Composition on the Thermal Properties of Foods. *Food Engineering and Process Applications*, 1986. Vol. 1, pp. 93-101.

CLARKSON LABORATORY. Electromantle 1000ml Controlled Grounded EM Mantle 115V. 2020. [Sitio Web] [Consultado el 2020-07-07] Disponible en: <https://store.clarksonlab.com/EM1000/CEX1.aspx>

CLASES DE QUIMICA. [sitio web]. Madrid: Técnicas de separación, Técnicas de laboratorio para química ambiental. [Consultado 19, marzo, 2020]. Disponible en: <https://clasesdequimica2015.jimdofree.com/>

DANG, Chi-Hien & NGUYEN, Thanh-Danh. Physicochemical characterization of Robusta Septn Coffee Ground Oil for Biodiesel Manufacturing. *Waste and Biomass Valorization*, 2018. P. 1-10.

DELIGIANNIS, Alexandros, *et al.* Waste coffee grounds as an energy feedstock. 3rd International CEMEPE & SECOTOX Conference: Skiathos, 2011 [Conferencia], pp. 617-622.

DESTANDAU, Emilie, ELFAKIR, Claire & MICHEL, Thomas. Microwave-assisted Extraction. *RSC Green Chemistry*. 2013, vol. 115, pp. 113-155.

DORADO ACHICANOY, Jhazmin Daniela. Extracción y caracterización de aceite de café (*Coffea arabica*) a partir grano tostado con CO₂ supercrítico. [En Línea] Tesis de Pregrado. Universidad de Nariño, San Juan de pasto: 2013. [Consultado el 2020-07-31]. Disponible en: <http://biblioteca.udenar.edu.co:8085/atenea/biblioteca/89678.pdf>

ENEL CODENSA. Tarifas de Energía. 2020. [En Línea] [Consultado el 2020-07-05] Disponible en: <https://www.enel.com.co/es/personas/tarifas-energia-enel-codensa.html>

EFTHYMIPOULOS, Ioannis, *et al.* Effect of Solvent Extraction Parameters on the Recovery of Oil From Spent Coffee Grounds for Biofuel Production. *Waste and Biomass Valorization*. 2019, Vol. 10, pp. 253-264.

EFTHYMIPOULOS, Ioannis, *et al.* Influence of solvent selection and extraction temperature on yield and composition of lipids extracted from spent coffee grounds. *Industrial crops and products*. 2018, vol. 119, pp. 49-56.

FARMAMUNDI. Material de laboratorio. 2020, p. 8. [Catálogo] [Consultado el 2020-07-07] Disponible en: https://www.farmacocosmundi.org/farmamundi/descargas/pdf/LABORATORY_SUPPLIES_09.pdf

FEDERACIÓN NACIONAL DE CAFETEROS DE COLOMBIA. Producción de café de Colombia cerró el 2019 en 14.8 millones de sacos. 2020. [Sitio Web] [Consultado el 2020-02-07] Disponible en: <https://federaciondecafeteros.org/wp/listado-noticias/produccion-de-cafe-de-colombia-cerro-el-2019-en-148-millones-de-sacos/#:~:text=Bogot%C3%A1%2C%20enero%2014%20de%202020,millones%20de%20sacos%20en%201992>).

FISCHER SCIENTIFIC. Heidolph Rotavapor modelo Hei-Vap Precision. 2020. [Sitio Web] [Consultado el 2020-07-07] Disponible en: <https://www.fishersci.es/shop/products/hei-vap-precision-hl-model-rotary-evaporator-1/p-8257007>

FISCHER SCIENTIFIC. Thermo Scientific Estufas de Protocolo Avanzado HERatherm. 2020. [Sitio Web] [Consultado el 2020-07-07] Disponible en: <https://www.fishersci.es/shop/products/heratherm-advanced-protocol-ovens/p-4530056#?keyword=thermo+scientific+advanced+protocol+OGH60>

FISCHER SCIENTIFIC. VACUUBRAND Bombas de vacío con diafragma químico VACUUBRAND MZ2C NT Dry. 2020. [Sitio Web] [Consultado el 2020-07-07] Disponible en: <https://www.fishersci.es/shop/products/brandtech-vacuubrand-mz2c-nt-dry-chemistry-diaphragm-vacuum-pump-2/10735774#?keyword=Vacuubrand+MZ2C+NT>

GÓMEZ DE LA CRUZ, Francisco. A vital stage in the large-scale production of biofuels from spent coffee grounds: The drying kinetics. *Fuel Processing Technology*. 2015. Vol 130, pp. 188-196.

HAILE, Mebrahtu. Integrated valorization of spent coffee grounds to biofuels. *Biofuel Research Journal*. 2014. Vol. 2, pp. 66.

HEIDOLPH. Operating Instructions Hei-Vap Value, Hei-Vap Advantage. 2009. 84 p. [En Línea] Disponible en: https://nano.tbzmed.ac.ir/Uploads/User/40/Instruction,%20guidelines%20and%20p rotocols%20of%20facilities/manual_hei_vap_value.pdf

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACIÓN. Aceites y grasas animales y vegetales comestibles. Buenas prácticas para el almacenamiento, uso y disposición del aceite de cocina empleado en fritura. GTC 306:2019. Bogotá D.C: El instituto, 2019. 13 p.

_____. Biodiesel para uso en Motores Diésel. Especificaciones. NTC 5444:2018. Bogotá D.C: El instituto, 2018. 16 p.

_____. Compendio de normas para trabajos escritos. NTC-1486-6166. Bogotá D.C. El instituto, 2018 ISBN 9789588585673 153 p.

_____. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de acidez y de la acidez. NTC 218:2011. Bogotá D.C: El instituto, 2011. 23 p.

_____. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de saponificación. NTC 335:2019. Bogotá D.C: El instituto, 2019. 19 p.

_____. Oleaginosas. Determinación del contenido de humedad y materia volátil. NTC 2228:2019. Bogotá D.C: El instituto, 2019. 16 p.

_____. Productos para la industria cosmética. Aceite de germen de trigo. NTC 3758:1995. Bogotá D.C: El instituto, 1995. 7 p.

INTERNATIONAL COFFEE ORGANIZATION. What's new. 2020. [Sitio web] [Consultado el 2020-02-07]. Disponible en: <http://www.ico.org/>

JENKINS, Rhodri W., *et al.* Effect of the type of bean, processing and geographical location on the biodiesel produced from waste coffee grounds. *Energy Fuels*, 2014. Vol. 28(2), p. 1166-1174.

KAYODE COKER, Akintunde. Ludwig's Applied Process Design for Chemical and Petrochemical Plants. 4 ed. Derby: Gulf Professional Publishing, 2010. 1008p. ISBN: 9780750683661.

KONDAMUDI, Narasimharao, MOHAPATRA, Susanta & MISRA, Mano. Spent Coffee Grounds as a Versatile Source of Green Energy, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2008. Vol. 56, pp. 11757-11760.

KOURMENTZA, C., *et al.* Spent coffee grounds make much more tan waste: Exploring recent advances and future exploitation strategies for the valorization of an emerging food waste stream. *Journal of Cleaner Production*. 2018, vol. 172, pp. 980-992.

LAFONT, Jennifer; PÁEZ, Manuel y PORTACIO, Alfonso. Extracción y Caracterización Físicoquímica del Aceite de la Semilla (Almendra) del Marañón (*Anacardium Occidentale L*). *Información tecnológica*, 2011. Vol. 22(1), pp. 51-58.

LOYAO, Alger S.; *et al.* Extraction of lipids from spent coffee grounds with non-polar renewable solvents as alternative. *Industrial Crops and Products*. 2018, Vol. 119, pp. 152-161.

MASSAYA, Jackie.; *et al.* Conceptualization of a spent coffee grounds biorefinery: A review of existing valorisation approaches. *Food and Bioproducts Processing*. 2019, Vol. 118, pp. 149-166.

MATA, Teresa M.; MARTINS, António A. & CAETANO, Nídia S. Bio-refinery approach for spent coffee grounds valorization. *Bioresource technology*. 2018, vol. 247, pp. 1077-1084.

McCABE, Warren; SMITH, Julian & HARRIOTT, Peter. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. 4 ed. Madrid: McGraw-Hill, 1991. p. 1-1095. ISBN 84-481-1918-5.

McNUTT, Josiah & HE, Quan (Sophia). Spent coffee grounds: A review on current utilization. 2019. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, Vol. 71, p.1-37.

MENDENHALL, William; BEAVER, Robert & BEAVER, Barbara. Introducción a la probabilidad y estadística. 13 ed. México D.F.: Cengage Learning, 2010. 780 p. ISBN 978-607-481-466-8.

MINITAB. ¿Qué es un estadístico de prueba? [Sitio Web]. Chicago. La entidad. [Consultado el 31-07-2020]. Disponible en: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/18/help-and-how-to/statistics/basic-statistics/supporting-topics/basics/what-is-a-test-statistic/#:~:text=Un%20estad%C3%ADstico%20de%20prueba%20es,espera%20bajo%20la%20hip%C3%B3tesis%20nula>.

MONTGOMERY, Douglas C. Diseño y análisis de experimentos. 2 ed. México D.F.: Limusa Wiley, 2004. p. 26-32. ISBN 968-18-6156-6.

MORALES BERMÚDEZ, María Fernanda. Determinación de hidrocarburos en muestras de agua por extracción líquido-líquido. Tesis de pregrado. Alicante: Universidad de Alicante, 2011 [en línea] [Consultado el 2020-02-02]. Disponible en: <https://iuaca.ua.es/es/master-agua/documentos/-gestadm/trabajos-fin-de-master/maria-fernanda-morales.pdf>

MUJICA, Viky, *et. al.* Formulación de un producto cosmético con propiedades antiarrugas a partir del aceite de semilla de merey (*Anacardium Occidentale* L). *Revista de la Facultad de Ingeniería Universidad Central de Venezuela*, 2010. Vol. 25(2), p. 119-131. Disponible en: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0798-40652010000200013&lng=es&tlng=es.

NUÑEZ, Carlos Eduardo. Extracciones con equipo Soxhlet. Centro Nacional de Investigaciones de Café, Fondo Nacional del Café, Cenicafe. 2008. [Sitio Web] [Consultado el 2020-03-03] Disponible en: http://www.cenunez.com.ar/archivos/39-ExtraccinconequipoSoxhlet.pdf?fbclid=IwAR1BJQO66tfYxWY6IbLnCYoOLa_NkOkUsziiHnVzwCPcrsHMthPTtB9FrYQ

OLAYA, Martha. ¿Cuánto café compra y consume el colombiano al año? Entérese. *RCN Radio*. 2018. [Sitio Web] [Consultado el 2020-02-07] Disponible en: <https://www.rcnradio.com/economia/cuanto-cafe-compra-y-consume-el-colombiano-al-ano-enterese>

OLIVEIRA, Leandro, *et al.* Coffee oil as a potential feedstock for biodiesel production. *Bioresource. Technology*. 2008. Vol. 99, pp. 3244-3250.

OLGUÍN PÉREZ, Laura Patricia y RODRÍGUEZ MADAGÁN, Héctor. Cromatografía de gases. [en línea]. Material de estudio. Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México: 2004. [Consultado 16, marzo, 2020]. Disponible en: http://www.ibt.unam.mx/computo/pdfs/met/cromatografia_de_gases.pdf

POLICÍA NACIONAL. Dirección Antinarcoóticos. Sustancias Químicas en el Proceso de Producción de Estupefacientes. 2017. 20 p. [En Línea] [Consultado el 2020-02-25] Disponible en: www.policia.gov.co

PORTO ANDIÓN, Alejandro. Tema 6:Lípidos. [Sitio Web]. Oleiros: La entidad. [Consultado 17, marzo, 2020]. Disponible en: <http://www.bionova.org.es/biocast/documentos/tema06.pdf>

PUERTA QUINTERO, Gloria Inés. Composición química de una taza de café. Centro Nacional de Investigaciones de Café, Fondo Nacional del Café, Cenicafe. 2011. [Sitio Web] [consultado el 2020-02-09] Disponible en: <https://www.cenicafe.org/es/publications/avt04142.pdf>

QUERCUSLAB. Cartuchos extracción Soxhlet. [Sitio Web] [Consultado el 2020-07-07] Disponible en: <https://quercuslab.es/accesorios-para-destilacion/745-cartuchos-extraccion.html>

RAMIREZ, Alejandra. CRIOCONCENTRACIÓN EN BLOQUE DE SOLUCIONES ACUOSAS DE CAFÉ. *Vitae*. 2012. Vol.19. pp. 54-56. ISSN 0121-4004

RAMIREZ OVALLE, Lourdes María. Evaluación del rendimiento de extracción y caracterización del aceite fijo de café tostado tipo genuino antigua obtenido por el proceso de prensado. Tesis. Universidad de San Carlos de Guatemala, Guatemala:2008. [en línea]. [Consultado el 2020-03-04]. Disponible en: http://biblioteca.usac.edu.gt/tesis/08/08_1093_Q.pdf

RIAÑO LUNA, Campo Elías. Tecnología del café. Universidad Nacional Abierta y a Distancia, Facultad de Ing. De Alimentos, Curso de Tecnología del Café. Recuperado de: http://infocafes.com/portal/wp-content/uploads/2017/02/213956_2-9-1-13.pdf

RODRÍGUEZ VALENCIA, Nelson y ZAMBRANO FRANCO, Diego Antonio. Los subproductos del café: Fuente de energía renovable. *Avances técnicos Cenicafé*. 2010, 393, pp 1-8. ISSN 0120-0178. Disponible en: <http://www.jotagallos.com/agricola/assets/cenicafe-avance-tecnico-393-subproductos-del-cafe.pdf>

RUIZ SALA, Pedro. Aplicación del dióxido de carbono supercrítico al procesado de alimentos: Nata, subproductos del refinado de aceites vegetales y aceite de naranja. Tesis de pregrado. Madrid: Universidad Complutense de Madrid, 1996. [en línea] [Consultado el 2020-02-24] Disponible en: <http://webs.ucm.es/BUCM/tesis//19911996/D/1/AD1013201.pdf>

SALINAS VILLADA, Juan Felipe. Análisis instrumental II preparación de muestras para análisis cromatográfico. Pereira: Universidad tecnológica de Pereira, 2014 [Informe de laboratorio] [en línea] [Consultado el 2020-03-10]. Disponible en: <http://blog.utp.edu.co/docenciaedwin/files/2014/03/Preparaci%C3%B3n-Muestras.pdf>

SOMNUK, Krit, EAWLEX, Pichai, & 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*. 2017, Vol. 51, nro. 3, pp. 181–189.

STARRK, George. Procesos de extracción por percolación e inmersión. 2010. [Presentaciones] [En línea] [Consultado el 2020-03-10]. Disponible en: <https://prezi.com/nttsiafmrjky/procesos-de-extraccion-por-percolacion-e-inmersion/>

TABIO GARCÍA, Danger, *et al.* Extracción de aceites de origen vegetal. Monografía. Universidad Tecnológica de La Habana, La Habana: 2017. [en línea]. [Consultado el 2020-03-12]. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/317007345_Extraccion_de_aceites_de_origen_vegetal

TORRES CORTÉS, María Camila. Propuesta para el aprovechamiento de los lodos generados en la PTAR de la empresa regional Aguas del Tequendama. Tesis de Pregrado. Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América, 2017. 100 p.

TUNTIWIWATTANAPUN, Nattapong, et al. Sequential extraction and reactive extraction processing of spent coffee grounds: An alternative approach for pretreatment of biodiesel feedstocks and biodiesel production. *Industrial crops and products*. 2018, vol. 117, p. 359-365.

UNIVERSIDAD DE BURGOS. Extracción Líquido-Líquido. [Sitio Web]. Burgos: La entidad. [Consultado 17, marzo, 2020]. Disponible en: <https://riubu.ubu.es/bitstream/handle/10259.3/62/20.3%20-%20Extracci%F3n%20l%EDquido-l%EDquido.pdf;jsessionid=8C28C1527608F75D94641C1DEF6CF9C2?sequence=3>

UNIVERSIDAD DE SEVILLA. Rotavapor. Sevilla: La entidad. [En Línea]. [Consultado el 2020-02-10]. Disponible en: https://rodas5.us.es/file/116d23b8-c458-2012-481b2357ffa2b34/2/modulo_general_SCORM.zip/pagina_19.htm

UNIVERSIDAD PABLO DE OLAVIDE. Determinación del contenido graso de leche en polvo: Extracción Soxhlet. Sevilla: 2004. [Práctica de laboratorio]. [Consultado el 2020-02-13]. Disponible en: https://www.upo.es/depa/webdex/quimfis/docencia/TAQ/curso0405/TAQP5_0405.pdf

VAZQUEZ DE FRUTOS, Luis. Extracción con fluidos supercríticos y síntesis enzimática para la obtención de lípidos funcionales. Tesis doctoral. Madrid: Universidad autónoma de Madrid, 2008. [en línea] [Consultado el 2020-02-24] Disponible en: https://repositorio.uam.es/bitstream/handle/10486/1830/5441_vazquez_frutos_luis.pdf?sequence=1&isAllowed=y

WAGEMAKER, Tais, et al. Sun protection factor, content and composition of lipid fraction of green coffee beans. *Industrial crops and products*. 2011, vol. 33, p. 469-473.

YADAV, Nikhta., SHARMA, Shubham. & JOYS, Jaison. Microwaved assisted extraction. Tesis de pregrado. Prayagraj: MNNIT Allahabad Departamento de Ingeniería Química, 2019 [en línea]. [Consultado el 2020-02-02]. Disponible en: <https://www.slideshare.net/NikhitaYadav1/microwave-assisted-extraction-182404298>

ANEXOS

ANEXO A
DATOS DE SOLVENTES PARA SOMETER A ROTA EVAPORACIÓN

| Solvents | Total formula | MW [g/mol] | Boiling point [°C] | Δh_{vap} [J/g] | Vacuum for a boiling point at 40 °C | |
|---|---|------------|--------------------|------------------------|-------------------------------------|----------|
| | | | | | [mbar] | [mm(Hg)] |
| 1,2 Dichloroethylene (cis) | C ₂ H ₂ Cl ₂ | 96,94 | 59,0 | 320 | 479 | 134 |
| 1,2 Dichloroethylene (trans) | C ₂ H ₂ Cl ₂ | 96,94 | 47,8 | 313 | 751 | 563 |
| Dichloromethane (methylene chloride) | CH ₂ Cl ₂ | 84,93 | 40,7 | 373 | atm. | atm. |
| Diethyl ether | C ₄ H ₁₀ O | 74,12 | 34,6 | 392 | atm. | atm. |
| Diisopropyl ether | C ₆ H ₁₄ O | 102,20 | 67,5 | 318 | 375 | 281 |
| Dimethylformamide | C ₃ H ₇ NO | 73,09 | 153,0 | | 11 | 8 |
| 1,4-Dioxane | C ₄ H ₈ O ₂ | 88,11 | 101,1 | 406 | 107 | 80 |
| Ethanol | C ₂ H ₆ O | 46,07 | 78,4 | 879 | 175 | 131 |
| Ethylacetate | C ₄ H ₈ O ₂ | 88,11 | 77,1 | 394 | 240 | 180 |
| Heptane | C ₇ H ₁₆ | 85,09 | 98,4 | 439 | 120 | 90 |
| Hexane | C ₆ H ₁₄ | 86,18 | 68,7 | 370 | 335 | 251 |
| Methanol | CH ₄ O | 32,04 | 64,7 | 1225 | 337 | 253 |
| 3-Methyl-1-butanol (Isoamyl alcohol) | C ₅ H ₁₂ O | 88,15 | 130,6 | 593 | 14 | 11 |
| Pentachlorinated Ethane | C ₂ HCl ₅ | 202,30 | 160,5 | 203 | 13 | 10 |
| Pentane | C ₅ H ₁₂ | 72,15 | 36,1 | 382 | atm. | atm. |
| n-Pentanol (amyl alcohol) | C ₅ H ₁₂ O | 88,15 | 137,8 | 593 | 11 | 8 |
| 1-Propanol (n-propyl alcohol) | C ₃ H ₈ O | 60,10 | 97,8 | 787 | 67 | 50 |
| 2-Propanol (isopropyl alcohol) | C ₃ H ₈ O | 60,10 | 82,5 | 701 | 137 | 103 |
| 1,1,2,2-Tetrachloroethane | C ₂ H ₂ Cl ₄ | 167,90 | 145,9 | 247 | 35 | 26 |
| Tetrachloroethylene | C ₂ Cl ₄ | 165,80 | 120,8 | 233 | 53 | 40 |
| Tetrachloromethane (carbon tetrachloride) | CCl ₄ | 153,80 | 76,7 | 225 | 271 | 203 |
| Tetrahydrofuran (THF) | C ₄ H ₈ O | 72,11 | 66,0 | – | 357 | 268 |
| Toluene | C ₇ H ₈ | 92,14 | 110,6 | 425 | 77 | 58 |
| 1,1,1-Trichloroethane | C ₂ H ₃ Cl ₃ | 133,40 | 74,1 | 251 | 300 | 225 |
| Trichloroethylene | C ₂ HCl ₃ | 131,40 | 86,7 | 265 | 183 | 137 |
| Trichloromethane (chloroform) | CHCl ₃ | 119,40 | 61,3 | 263 | 474 | 356 |
| Water | H ₂ O | 18,02 | 100,0 | 2259 | 72 | 54 |
| Xylene (isomers mixture) | C ₈ H ₁₀ | 106,20 | 137–143 | 390 | 25 | 19 |

Fuente: HEIDOLPH. Operating Instructions Hei-Vap Value, Hei-Vap Advantage. 2009. p. 80. [En Línea] Disponible en: https://nano.tbzmed.ac.ir/Uploads/User/40/Instruction,%20guidelines%20and%20protocols%20of%20facilities/manual_hei_vap_value.pdf

**ANEXO B
COSTOS DE LOS SOLVENTES**

| SOLVENTE | CANTIDAD | PRECIO (COP) | PUREZA |
|------------------|-----------------|---------------------|---------------|
| Propanol | 1 L | \$14.000 | 99.5% |
| | 1 galón (3.8 L) | \$38.000 | |
| Isopropanol | 1 galón (3.8 L) | \$40.000 | 99.9% |
| Etanol | 1 galón (3.8 L) | \$25.000 | 96% |
| Acetato de etilo | 1 galón (3.8 L) | \$38.000 | 98% |

Fuente: Disolventes y Soluciones Químicas S.A.S [Consultado el 2020-03-13]

ANEXO C

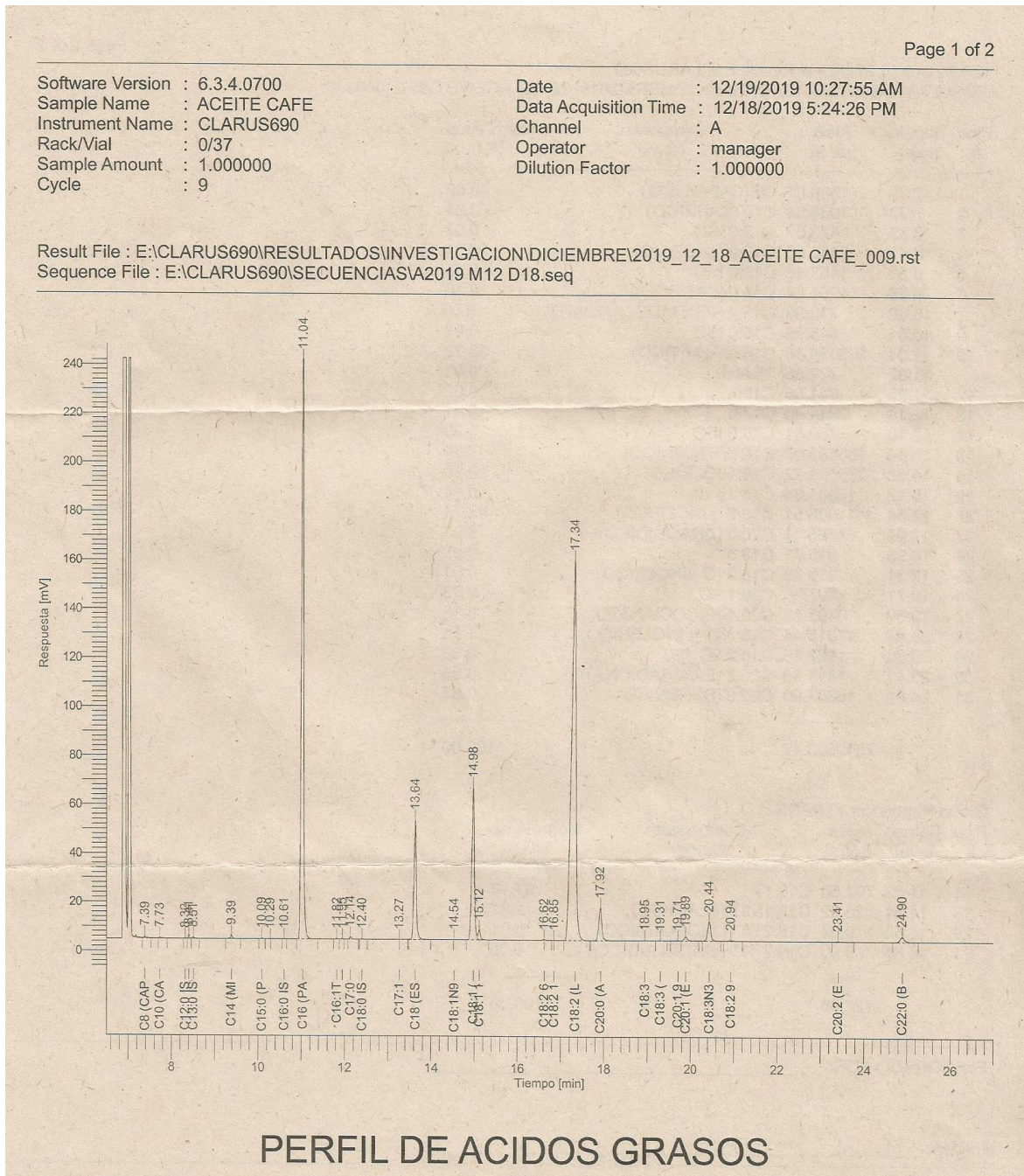
SUSTANCIAS CONTROLADAS POR DIRECCIÓN ANTINARCÓTICOS

| Sustancia | También se encuentran como... |
|-------------------------|---|
| Acetato de Butilo | Ester Butílico del Ácido Acético, Acetato de n-Butilo |
| Acetato de Etilo | Ester Acético, Ester Etilico del Ácido Acético, Ester Etiloacético, Etanoato de Etilo |
| Acetato de Isopropilo | Ester Isopropílico del Ácido Acético, Ester Isopropilacético, Isopropanoato de Etilo |
| Acetona | Dimetilcetona, Propanona, 2-Propanona, Beta Cetopropanona |
| Ácido Clorhídrico | Ácido Muriático, Cloruro de Hidrógeno en Solución Acuosa |
| Ácido Sulfúrico | Aceite de Vitriolo, Óleum, Sulfato de Hidrogeno, Ácido de Batería |
| Alcohol Isopropílico | 2-Propanol, Isopropanol, Alcohol Propílico Secundario, Dimetilcarbinol, Petrolol, IPA |
| Amoníaco | Hidróxido de Amonio, Agua Amoniacal, Hidrato Amónico, Amoníaco Acuoso |
| Anhidrido Acético | Óxido Acético, Anhidrido del Ácido Acético, Óxido de Acetilo, Anhidrido Etanóico |
| Butanol | Alcohol Butílico, 1-Butanol, n-Butanol, Hidróxido Butílico, 1-Hidroxibutano, n- Propilcarbinol |
| Carbonato de Sodio | Ceniza de Sosa, Sosa Calcinada, Sosa de Solvay, Soda Solvay, Carbonato Sódico Anhidro, Carbonato Disódico, Carbonato Neutro de Sodio |
| Cloroformo | Triclorometano |
| Diacetona Alcohol | Diacetona, 4-Hidroxí-4-Metil-2-Pentanona, 4-Hidroxí-2-Cetona-4-Metilpentano |
| Dióxido de Manganeso | Pirolusita |
| Disolvente No. 1a | Disolvente 1020, Apiasol, Shellsol No. 1, Gas Condensado de Petróleo, Disolvente Alifático No. 1 |
| Disolvente no. 2 | Disolvente 1125, Shellsol no. 2, Gas Condensado de Petróleo, Disolvente Alifático No. 2 |
| Éter Etilico | éter, Óxido de Etilo, Óxido Dietílico, Éter Sulfúrico, Éter Anestésico, Éter Dietílico, Etoxietano |
| Hexano | n-Hexano, Normal Hexano, Hidrido de Caproilo, Hidrido Hexílico |
| Metanol | Alcohol Metílico, Carbinol, Alcohol de Madera, Espiritu de Madera, Monohidroximetano, Metilhidroxido |
| Metil Etil Cetona | MEK, 2-Butanona, Butanona, Etil Metil Cetona, 2-Oxobutano |
| Metil isobutil cetona | MIBK, Isopropilacetona, Hexona, 4-Metil-2-Pentanona |
| Manganato de Potasio | Sal de Potasio del Ácido Permangánico, Material Camaleón |
| Permanganato de Potasio | Permanganato de Potasa, Permanganato Potásico, Sal de Potasio del Ácido Permangánico, Camaleón Mineral (cuando está en solución), Calrox (nombre comercial) |
| Thinner | Gas Condensado de Petróleo, Disolvente Para Pinturas, Disolvente Limpiador. |
| Tolueno | Metilbenceno, Toluol, Fenilmetano, Metacide, Metilbenzol. |

Fuente: POLICÍA NACIONAL. Dirección Antinarcoáticos. Sustancias Químicas en el Proceso de Producción de Estupefacientes. 2017. p. 14. [En Línea] [Consultado el 2020-02-25] Disponible en: www.policia.gov.co

ANEXO D CROMATOGRAFÍA DE GASES DEL ACEITE EXTRAÍDO

Fecha: Diciembre 19 de 2019.



12/19/2019 10:27:55 AM Result: E:\CLARUS690
 \RESULTADOS\INVESTIGACION\DICIEMBRE\2019_12_18_ACEITE CAFE_009.rst

| Pico # | Tiempo [min] | Area [$\mu\text{V}\cdot\text{s}$] | Component Name | Norm. Area [%] |
|--------|--------------|-------------------------------------|------------------------|----------------|
| 1 | 7.39 | 1580.07 | C8 (CAPRILICO) | 0.06 |
| 2 | 7.73 | 1082.54 | C10 (CAPRICO) | 0.04 |
| 3 | 8.32 | 423.37 | C12:0 ISO | 0.02 |
| 4 | 8.41 | 2886.95 | C12:0 (LAURICO) | 0.11 |
| 5 | 8.51 | 1457.46 | C13:0 ISO | 0.06 |
| 6 | 9.39 | 4201.74 | C14 (MIRISTICO) | 0.16 |
| 7 | 10.09 | 712.99 | C15:0 (PENTADECANOATO) | 0.03 |
| 9 | 10.61 | 445.99 | C16:0 ISO | 0.02 |
| 10 | 11.04 | 863519.18 | C16 (PALMITICO) | 33.22 |
| | 11.82 | 722.86 | TRANS | 0.03 |
| 12 | 11.95 | 641.85 | C16:1 | 0.02 |
| 13 | 12.14 | 2944.66 | C17:0 | 0.11 |
| 14 | 12.40 | 769.81 | C18:0 ISO | 0.03 |
| 16 | 13.64 | 185481.02 | C18 (ESTEARICO) | 7.14 |
| 18 | 14.98 | 265024.92 | C18:1 (OLEICO) | 10.19 |
| 19 | 15.12 | 16681.64 | C18:1 11C | 0.64 |
| 22 | 17.34 | 1111005.51 | C18:2 (LINOLEICO) | 42.74 |
| 23 | 17.92 | 68365.11 | C20:0 (ARAQUIDICO) | 2.63 |
| 24 | 18.95 | 516.71 | C18:3 | 0.02 |
| 25 | 19.31 | 255.23 | C18:3 (G-LINOLEICO) | 0.01 |
| 26 | 19.71 | 707.30 | C20:1 9C | 0.03 |
| 27 | 19.89 | 9405.88 | C20:1 (EICOCIANATO) | 0.36 |
| 28 | 20.44 | 41018.44 | C18:3N3 (LINOLENICO) | 1.58 |
| 29 | 20.94 | 1987.55 | C18:2 9C,16C | 0.08 |
| 30 | 23.41 | 1416.68 | C20:2 (EICOSADIONATO) | 0.05 |
| 31 | 24.90 | 16307.99 | C22:0 (BEHENICO) | 0.63 |
| | | | | 100.00 |
| | | 2599563.47 | | 100.00 |

Group Report For : TRANS

| Pico # | Tiempo [min] | Area [$\mu\text{V}\cdot\text{s}$] | Component Name | Norm. Area [%] |
|--------|--------------|-------------------------------------|--------------------------|----------------|
| 11 | 11.82 | 702.50 | C16:1T | 97.18 |
| 17 | 14.54 | 20.32 | C18:1N9T (ELAIDICO) | 2.81 |
| 20 | 16.62 | 0.04 | C18:2 6T (LINOELAIDICO) | 0.01 |
| 21 | 16.85 | 0.00 | C18:2 11T (LINOELAIDICO) | 0.00 |
| | | | | 100.00 |
| | | 722.86 | | 100.00 |

ANEXO E

ANÁLISIS ANOVA PARA EL PORCENTAJE DE EXTRACTO RECUPERADO

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

| <i>Grupos</i> | <i>Cuenta</i> | <i>Suma</i> | <i>Promedio</i> | <i>Varianza</i> |
|---------------|---------------|-------------|-----------------|-----------------|
| 30 min | 2 | 30.7563 | 15.37815 | 0.151195005 |
| 1h | 2 | 34.046 | 17.023 | 0.03411272 |
| 2h | 2 | 37.0076 | 18.5038 | 0.04967552 |

ANÁLISIS DE VARIANZA

| <i>Origen de las variaciones</i> | <i>Suma de cuadrados</i> | <i>Grados de libertad</i> | <i>Promedio de los cuadrados</i> | <i>F</i> | <i>Probabilidad</i> | <i>Valor crítico para F</i> |
|----------------------------------|--------------------------|---------------------------|----------------------------------|-------------|---------------------|-----------------------------|
| Entre grupos | 9.778658723 | 2 | 4.889329362 | 62.42142109 | 0.003594738 | 9.552094496 |
| Dentro de los grupos | 0.234983245 | 3 | 0.078327748 | | | |
| Total | 10.01364197 | 5 | | | | |

ANEXO F ANÁLISIS ANOVA PARA EL PORCENTAJE DE ACEITE RECUPERADO

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

| <i>Grupos</i> | <i>Cuenta</i> | <i>Suma</i> | <i>Promedio</i> | <i>Varianza</i> |
|---------------|---------------|-------------|-----------------|-----------------|
| 30 min | 2 | 23.5587 | 11.77935 | 0.023349605 |
| 1h | 2 | 27.2004 | 13.6002 | 0.16324898 |
| 2h | 2 | 29.7579 | 14.87895 | 0.018183245 |

ANÁLISIS DE VARIANZA

| <i>Origen de las variaciones</i> | <i>Suma de cuadrados</i> | <i>Grados de libertad</i> | <i>Promedio de los cuadrados</i> | <i>F</i> | <i>Probabilidad</i> | <i>Valor crítico para F</i> |
|----------------------------------|--------------------------|---------------------------|----------------------------------|-------------|---------------------|-----------------------------|
| Entre grupos | 9.70547763 | 2 | 4.852738815 | 71.09134851 | 0.002970363 | 9.552094496 |
| Dentro de los grupos | 0.20478183 | 3 | 0.06826061 | | | |
| Total | 9.91025946 | 5 | | | | |

ANEXO G
DATOS DEL 1-PROPANOL

| | | | | | |
|--|----------------|-----------|------------|-----------|------------|
| Temperatura de ebullición | 370.15 K | | | | |
| Masa Molar | 60.0952 g/mol | | | | |
| Entalpía de vaporización (370.15 K) | 688.9428 kJ/kg | | | | |
| Coefficientes para el cálculo del calor específico | | | | | |
| Estado Líquido $\bar{C}_p = A + BT + CT^2 + DT^3$ | 88.080 | 4.0224E-1 | -1.3032E-3 | 1.9677E-6 | - |
| Estado Gaseoso $\bar{C}_p = A + BT + CT^2 + DT^3 + ET^4$ | 31.507 | 2.3082E-1 | -7.8983E-5 | 6.3696E-9 | 8.6908E-13 |

Fuente: KAYODE COKER, Akintunde. Ludwig's Applied Process Design for Chemical and Petrochemical Plants. 4 ed. Derby: Gulf Professional Publishing, 2010. 1008p. ISBN: 9780750683661.

ANEXO H TARIFA DE ENERGÍA JUNIO DE 2020

TARIFAS DE ENERGÍA ELÉCTRICA (\$/kWh) REGULADAS POR LA COMISIÓN DE REGULACIÓN DE ENERGÍA Y GAS (CREG) JUNIO DE 2020

| ESTRATO (E) | RANGO DE CONSUMO (kWh-mes) | SECTOR RESIDENCIAL NIVEL DE TENSION I | | | |
|-------------|----------------------------|---------------------------------------|------------------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|
| | | PROPIEDAD DE CODENSA (\$/kWh) | PROPIEDAD DEL CLIENTE (*) (\$/kWh) | PROPIEDAD COMPARTIDA (*) (\$/kWh) | PROPIEDAD DEL CLIENTE (*) (\$/kWh) |
| E1 | 0-6S (+) | 221,4541 | 205,6072 | 213,6807 | 489,7885 |
| | Más de 6S | 538,4175 | 489,7885 | 519,0930 | 489,7885 |
| E2 | 0-6S (+) | 276,8176 | 257,3840 | 267,1010 | 489,7885 |
| | Más de 6S | 538,4175 | 489,7885 | 519,0930 | 489,7885 |
| E3 | 0-6S (+) | 457,0549 | 424,8032 | 441,2291 | 489,7885 |
| | Más de 6S | 538,4175 | 489,7885 | 519,0930 | 489,7885 |
| E4 | Todo consumo | 538,4175 | 489,7885 | 519,0930 | 589,7222 |
| | Todo consumo | 648,1010 | 589,7222 | 622,8116 | 489,7885 |
| E5 | | | | | |
| E6 | | | | | |

(+) CS: Consumo de Subsistencia

| ESTRATO (E) | RANGO DE CONSUMO (kWh-mes) | SECTOR RESIDENCIAL NIVEL DE TENSION I | | | |
|---|----------------------------|---------------------------------------|------------------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|
| | | PROPIEDAD DE CODENSA (\$/kWh) | PROPIEDAD DEL CLIENTE (*) (\$/kWh) | PROPIEDAD COMPARTIDA (*) (\$/kWh) | PROPIEDAD DEL CLIENTE (*) (\$/kWh) |
| INDUSTRIAL SIN CONTRIBUCIÓN | SEÑILLA | 538,4175 | 489,7885 | 519,0930 | 589,7222 |
| | OPCIONES HORARIAS (**) | 541,0526 | 502,4006 | 521,7281 | 430,2028 |
| INDUSTRIAL Y COMERCIAL CON CONTRIBUCIÓN | SEÑILLA | 538,5071 | 500,8581 | 520,1826 | 432,4040 |
| | OPCIONES HORARIAS (**) | 649,2631 | 599,7222 | 622,8116 | 431,2997 |
| INDUSTRIAL SIN CONTRIBUCIÓN | SEÑILLA | 647,4085 | 607,0297 | 624,2181 | 518,2434 |
| | OPCIONES HORARIAS (**) | 541,2048 | 502,5558 | 521,8603 | 437,6638 |
| INDUSTRIAL CON CONTRIBUCIÓN | SEÑILLA | 649,4458 | 603,0970 | 626,2564 | 431,1504 |
| | OPCIONES HORARIAS (**) | 647,3335 | 600,9547 | 624,1461 | 437,6638 |

Fuente: ENEL CODENSA. Tarifas de Energía. 2020. [En Línea] [Consultado el 2020-07-05] Disponible en: <https://www.enel.com.co/es/personas/tarifas-energia-enel-codensa.html>