

DESARROLLO DE UNA PROPUESTA PARA LA EXTRACCIÓN DE UN PIGMENTO
OBTENIDO DESDE LA FASE MADURA DEL EXOCARPIO DEL CAFÉ

ANDRES FERNANDO CAMACHO CONTRERAS
DIANI CAROLINA SÁNCHEZ RUBIO

Proyecto integral de grado para optar al título de
INGENIERO QUÍMICO

DIRECTOR
FELIPE CORREA MAHECHA
MsC Desarrollo Sostenible y Medio Ambiente
INGENIERO QUÍMICO

CO DIRECTOR
DIANA MARCELA CUESTA
MsC Desarrollo Sostenible y Medio Ambiente
INGENIERA AMBIENTAL

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

2022

NOTA DE ACEPTACIÓN

Ing. Felipe Correa Mahecha

Jurado 1

Jurado 2

Bogotá D.C, Febrero del 2022

DIRECTIVOS 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. Alexandra Mejía Guzmán

Vicerrector de Administrativo y Financiero

Dr. Ricardo Alfonso Peñaranda Castro

Secretario General

Dr. José Luis Macías Rodríguez

Decana Encargada Facultad de Ingeniería

Dra. Alexandra Mejía Guzmán

Directora Programa Ingeniería Química

Ing. Nubia Liliana Becerra Ospina

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 mi madre y mi abuela agradezco por su apoyo para convertirme en el ingeniero que soy y más importante, el ser humano formado. Espero el apoyo que me dieron se los pueda retribuir, aunque el tiempo no me alcanzara para mostrarles cuanto las aprecio, estimo y agradezco.

Andrés Fernando Camacho Contreras

Le doy las gracias a mi madre, mis hermanas y abuela, por apoyarme y darme animo cuando más lo necesitaba; a mis profesores que a lo largo de la carrera me dieron el conocimiento y los consejos que me permitieron ser el profesional que soy hoy en día, y al profesor Felipe Correa por su guía y paciencia al asesorarnos en el proyecto

Diani Carolina Sanchez Rubio

TABLA DE CONTENIDO

	pag.
RESUMEN	11
INTRODUCCIÓN	13
OBJETIVOS	14
1. MARCO TEÓRICO	15
1.1 Café	15
<i>1.1.1 Clasificación taxonómica</i>	<i>15</i>
<i>1.1.2 Estructura del café</i>	<i>17</i>
<i>1.1.3 Producción colombiana de café</i>	<i>20</i>
<i>1.1.4 Métodos de maduración</i>	<i>23</i>
<i>1.1.5 Subproductos del exocarpio o pulpa de café</i>	<i>27</i>
1.2 Antocianinas	29
<i>1.2.1 Generalidades</i>	<i>29</i>
<i>1.2.2 Presencia en la naturaleza</i>	<i>30</i>
<i>1.2.3 Presencia en el café</i>	<i>31</i>
<i>1.2.4 Métodos de cuantificación de antocianinas</i>	<i>31</i>
1.3 Tipos de extracción	34
<i>1.3.1 Extracciones convencionales</i>	<i>35</i>
<i>1.3.2 Extracciones no-convencionales</i>	<i>37</i>
1.4 Fundamentos para impresión serigráfica textil	42
<i>1.4.1. Colorantes y pigmentos</i>	<i>42</i>
<i>1.4.2. Base textiles y Tintes</i>	<i>44</i>
<i>1.4.3. Sustratos textiles</i>	<i>45</i>
<i>1.4.4 Solidez al color</i>	<i>46</i>
2. ACONDICIONAMIENTO Y CARACTERIZACIÓN DE LA PULPA DE CAFÉ	47
2.1. Recolección del fruto de café	47
2.2. Grado de maduración del fruto	47
2.3 Humedad de la pulpa de café	49
2.4 pH de la pulpa de café	51
2.5 Acidez titulable de la pulpa de café	52

3. SELECCIÓN DEL SOLVENTE DE EXTRACCIÓN PARA RECUPERACIÓN DE ANTOCIANINAS A PARTIR DE REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA Y EXPERIMENTALMENTE	56
3.1 Matriz para preselección del solvente mediante extracción sólido-solvente	56
<i>3.1.1 Criterios económicos</i>	<i>57</i>
<i>3.1.2 Criterios técnicos</i>	<i>57</i>
<i>3.1.3 Criterios legales</i>	<i>58</i>
<i>3.1.4 Criterios ambientales</i>	<i>58</i>
3.2 Selección del solvente mediante diseño de un factor	59
<i>3.2.1 Variables controladas, de respuesta y parametrizadas del diseño para selección del solvente</i>	<i>59</i>
<i>3.2.2 Procedimiento del diseño para selección del solvente</i>	<i>60</i>
<i>3.2.3 ANOVA del diseño para la selección del solvente</i>	<i>64</i>
4.DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS ÓPTIMOS DE EXTRACCIÓN DE ANTOCIANINAS MEDIANTE DISEÑO COMPUESTO CENTRAL ANALIZADO CON MÉTODO DE SUPERFICIE DE RESPUESTA	67
4.1 Diseño compuesto central	67
<i>4.1.1 Variables controladas, de respuesta y parametrizadas del diseño central</i>	<i>67</i>
<i>4.1.2 Procedimiento del diseño central</i>	<i>68</i>
<i>4.1.3 Superficie de respuesta del diseño central</i>	<i>70</i>
4.2 Concentración de la solución de antocianinas obtenidas	74
<i>4.2.1. Selección del método de concentración para la solución de antocianinas</i>	<i>74</i>
5.APLICACIÓN DEL PIGMENTO RECUPERADO DE LAS ANTOCIANINAS EN SERIGRAFÍA MANUAL	78
5.1 Método de aplicación del pigmento de antocianinas obtenidas	78
<i>5.1.1 Selección de la técnica serigráfica</i>	<i>78</i>
<i>5.1.2 Serigrafía manual</i>	<i>79</i>
5.2 Estudio del desempeño mediante diseño de un factor evaluado con solidez al color	81
<i>5.3.2 Variables controladas, de respuesta y parametrizadas del diseño para elección del sustrato textil</i>	<i>81</i>
<i>5.3.2. Introducción a la norma AATCC 8</i>	<i>82</i>
<i>5.3.3 Introducción a la norma AATCC 61</i>	<i>84</i>
<i>5.3.4 Procedimiento del diseño para elección del sustrato textil</i>	<i>85</i>

<i>5.3.5 ANOVA del diseño de un factor para la elección del sustrato textil</i>	<i>87</i>
6.CONCLUSIONES	90
BIBLIOGRAFIA	92
ANEXOS	100

LISTA DE FIGURAS

	pág
<i>Figura 1. Árbol de la familia de café.</i>	15
<i>Figura 2. Estructura del café</i>	18
<i>Figura 3. Composición química del mesocarpio</i>	19
<i>Figura 4. Producción mensual de café en Colombia</i>	21
<i>Figura 5. Promedio de toneladas de café producido en el último lustro en Colombia</i>	21
<i>Figura 6. Zonas de mayor producción cafetera de café arábigo según la compañía nacional de café.</i>	22
<i>Figura 7. Zonas de mayor producción cafetera de café arábigo según federación nacional de cafeteros.</i>	23
<i>Figura 8. Procesamiento de café mediante diferentes rutas</i>	24
<i>Figura 9. Diagrama de flujo de producción de café por vía seca</i>	25
<i>Figura 10. Diagrama de flujo de producción de café por vía seca</i>	26
<i>Figura 11. Procesamiento de café en el módulo de beneficio ecológico.</i>	27
<i>Figura 12. Estructura general de las antocianinas con la respectiva aglicona y sus sustituyentes</i>	30
<i>Figura 13. Explicación de los compuestos presentes con la longitud de onda y pH.</i>	33
<i>Figura 14. Curvas de absorbancias de las antocianinas a diferentes pH</i>	33
<i>Figura 15. Clasificación de los colorantes-pigmentos por su estructura</i>	43
<i>Figura 16. Descripción de los diferentes tipos de bases serigráficas y su aplicación como tintas</i>	44
<i>Figura 17. Recopilación de diferentes sustratos textil con su origen</i>	45
<i>Figura 18. Grado de maduración del fruto</i>	48
<i>Figura 19. Selección realizada previamente a la etapa de experimentación</i>	49
<i>Figura 20. Metodología para hallar la humedad con NTC 2558</i>	50
<i>Figura 21. Gráfica humedad promedio de las muestras de pulpa en función del tiempo de secado</i>	51
<i>Figura 22. Metodología para determinación de pH en muestras solidas NTC 4592</i>	52
<i>Figura 23. Estandarización de hidróxido de sodio a partir de ácido ftálico</i>	53
<i>Figura 24. Procedimiento para titulación de muestra a partir de la NTC 4623</i>	54
<i>Figura 25. Procedimiento para la preparación de la materia prima antes de la extracción</i>	¡Error! Marcador no definido.
<i>Figura 26. Procedimiento de extracción de antocianinas con diferentes solventes</i>	62
<i>Figura 27. Extracción con diferentes solventes para el diseño de un factor</i>	63
<i>Figura 28. Procedimiento norma AOAC 2005.2 para caracterización de antocianinas en una muestra</i>	64
<i>Figura 29. Gráfico de análisis ANOVA para los solventes elegidos</i>	66
<i>Figura 30. Comparación de diferentes extracciones solido-liquido</i>	36
<i>Figura 31. Filtrado de muestras con papel Whatman #1.</i>	69
<i>Figura 32. Cuantificación de antocianinas con a diferentes pH</i>	69
<i>Figura 33. Gráfico de superficie de respuesta con las variables de temperatura y tiempo de extracción contra la deseabilidad.</i>	71
<i>Figura 34. Diagrama de pareto estandarizado para concentración de antocianinas.</i>	73
<i>Figura 35. Grafica de efectos principales para la concentración de antocianinas.</i>	74
<i>Figura 36. Separación de solvente del extracto experimentalmente.</i>	76
<i>Figura 37. Pigmento obtenido de la solución concentrada de antocianinas.</i>	77
<i>Figura 38. Procedimiento para la aplicación de serigrafía manual.</i>	80
<i>Figura 39. Aplicación experimental de la tinta mediante la malla serigráfica.</i>	81
<i>Figura 40. Esquema de la norma AATCC 8 para el ensayo de solidez.</i>	83
<i>Figura 41. Frictometro avalado por la norma AATCC 8.</i>	84
<i>Figura 42. Equipo y escala de grises utilizadas para evaluación de la norma AATCC 61.</i>	85
<i>Figura 43. Serigrafía textil manual con el pigmento obtenido en algodón y poliéster.</i>	86
<i>Figura 44. Serigrafía textil manual con el pigmento obtenido en nylon y rayón.</i>	86
<i>Figura 45. Gráfico de análisis ANOVA para solidez al lavado en los sustratos textiles elegidos.</i>	88
<i>Figura 46. Gráfico de análisis ANOVA para solidez al frote seco en los sustratos textiles elegidos.</i>	88
<i>Figura 47. Gráfico de análisis ANOVA para solidez al frote húmedo en los sustratos textiles elegidos</i>	89

LISTA DE TABLAS

	pág
<i>Tabla 1. Diferencia café Arábico y café Canephora.</i>	16
<i>Tabla 2. Composiciones y nombre común de las diferentes partes del fruto de café.</i>	18
<i>Tabla 3. Matriz Pugh multicriterio para selección de solventes a partir de literatura</i>	57
<i>Tabla 4. Resumen de los datos ingresados para el diseño de un factor.</i>	65
<i>Tabla 5. Resultados análisis ANOVA en el diseño de un factor para elección del solvente.</i>	65
<i>Tabla 6. Temperaturas del diseño central compuesto.</i>	67
<i>Tabla 7. Tiempos para el diseño central compuesto</i>	68
<i>Tabla 8. Resumen de resultados por el programa Statgrafics para el diseño central compuesto</i>	70
<i>Tabla 9. Efecto de las variables en la concentración de antocianinas.</i>	71
<i>Tabla 10. Resumen de datos del ANOVA para cada tipo de solidez.</i>	87

RESUMEN

Colombia es el tercer productor más grande de café en el mundo, durante el proceso de producción se generan importantes cantidades de residuos, se estima que solo el 5% de la masa del fruto termina convirtiéndose en una taza de café [1]; la pulpa es por mucho, el principal residuo de esta industria ya que representa el 43.2 % [1] del fruto en base húmeda, su inadecuado manejo y disposición es responsable de la contaminación en ríos y suelos a lo largo de toda la geografía nacional; dependiendo el nivel de maduración del grano es posible obtener sustancias como la clorofila, los carotenoides y las antocianinas, las cuales pueden ser empleadas como pigmentos y colorantes en diferentes industrias [2].

Por otro lado, para el 2018 la industria de “acabados de productos textiles” representó un mercado de 68.095 millones de pesos sólo en Colombia [3], generados a partir de procesos que involucran la aplicación y fijación de pigmentos y colorantes, la industria textil también está experimentando una importante tendencia mundial hacia la mejora de la sostenibilidad con el uso de insumos de origen natural [4].

El presente trabajo evaluó la recuperación de antocianinas para la aplicación como pigmento / colorante en serigrafía textil, para lograr una extracción eficiente es necesario que las variables se conviertan en parámetros; con base a referentes teóricos se delimita el solvente, temperatura y tiempo como aquellas variables que no han sido parametrizadas, para ello se desarrollan 2 diseños de experimentos con el fin de encontrar los valores óptimos utilizando como variable de respuesta la cuantificación de antocianinas monoméricas extraídas utilizando el método AOAC 2005.02 .

El primer diseño de experimentos, diseño de un factor evaluado con ANOVA, evalúa los solventes etanol, glicerol y agua destilada, los cuales fueron seleccionados mediante una matriz Pugh con criterios legales, ambientales, técnico y económico, parametrizando temperatura y tiempo en un valor promedio optimo según referentes teóricos. Consecuente a esto, el segundo diseño de experimentos evaluó el tiempo y temperatura con un diseño central compuesto (superficie de respuesta), obteniendo un valor optimo las variables seleccionadas.

Finalmente se evaluó el desempeño del pigmento sobre diferentes tipos de sustratos textiles como algodón, rayón, polyester y nylon en composición del 100%, se implementa serigrafía manual con el pigmento obtenido, formando una tinta tipo “base agua” y aplicándola a los sustratos. Para la evaluación de la solidez al color se emplearon las pruebas AATCC 8 (Solidez del color al frote) y AATCC 61 (Solidez del color al lavado domestico), encontrando que el que sustrato textil con mayor afinidad es el rayón dejando una brecha respecto a los otros sustratos textiles con estas pruebas.

Palabras clave: Antocianinas, Serigrafía textil, Exocarpio de café, Extracción, Pigmentos.

INTRODUCCIÓN

La producción de café en Colombia cerró 2019 en 888 mil toneladas correspondientes a 14,8 millones de sacos de 60 kilos anualmente [5] según la federación nacional de cafeteros de Colombia, el producto que se comercializa es la semilla tostada producida por una ruta húmeda [6] que representa tan solo el 44,8% del fruto en base húmeda [1], generando una enorme cantidad de partes sin uso industrial específico; el exocarpio que representa el 43.2 % del fruto en base húmeda [1], corresponde a una parte del café sin un uso especificado, se compone por la piel y por cierta cantidad de mucílago del fruto, del mismo se puede obtener una gama de pigmentos como clorofila, carotenoides y antocianina dependiendo el nivel de maduración.

Encontrar un uso aplicado para el desperdicio industrial en el sector cafetero colombiano es de suma importancia, que valore los desperdicios y abra las puertas a una variedad de industrias que permita usarlo como materia prima sin afectar en gran medida su producto terminado. La industria textil en Colombia tiene de los mayores aportes al PIB nacional [7], debido su gran producción, aun así, con la escasez tecnologías y desarrollo es normal la importación de las materias primas como los colorantes y los pigmentos principalmente, los cuales al venir de lugares alejados como China tiene una gran huella de carbono [8].

Por lo tanto, encontrar nuevos pigmentos que sean capaces de mitigar el impacto ambiental y lograr un estándar de calidad óptimo cumpliendo con objetivos de desarrollo sostenible, permite evaluar el efecto de un pigmento textil extraído desde de la pulpa del café sobre diferentes sustratos textiles.

OBJETIVOS

Objetivo General

Desarrollar una propuesta para la extracción de un pigmento obtenido desde la fase madura del exocarpio del café.

Objetivos específicos

- Determinar el solvente para la extracción sólido-líquido de un pigmento del exocarpio del café.
- Extraer los pigmentos del exocarpio a través del desarrollo experimental.
- Cuantificar el pigmento obtenido.
- Evaluar el desempeño del pigmento aplicado mediante técnicas de serigrafía sobre un sustrato textil.

1. MARCO TEÓRICO

1.1 Café

De los productos con mayor producción en la industria colombiana el café tiene una gran variedad de subproductos y derivados, con ello muchas oportunidades para el desarrollo de nuevos productos impulsando cada región donde se cultive.

1.1.1 Clasificación taxonómica

Perteneciente a la rama Rubiaceae de las familias de plantas más diversas del mundo con 500 géneros registrados, el café es de los cultivos con mayor extensión de siembra en Colombia, cerrando 2019 en 888 mil toneladas correspondientes a 14,8 millones de sacos de 60 kilogramos anualmente [5], según la federación nacional de cafeteros de Colombia.

Figura 1.

Árbol de la familia de café.



Nota. La figura representa los 4 diferentes subgéneros del café, y sus variaciones. Tomado: The Cafe Imports Coffee Family Tree, fourth edition, Enero 2018, Café Imports [En línea]. Disponible en: <https://www.cafeimports.com/north-america/blog/2019/01/16/the-cafe-imports-coffee-family-tree-fourth-edition/>. [Acceso: ago.25,2020].

De los 4 subgéneros principales C. Liberica, C. Anthonyi, C. Eugenoides y C. Canephora [9], [10], los de mayor impacto por su índice de producción y venta son el Canephora y Arábica pertenecientes a las familia de C. Canephora [10], que a su vez tienen más de 50 tipos de especies evidenciado en la figura 1, cada una con condiciones de crecimiento y adaptación diferentes, dependiendo de la sensación organoléptica deseada, correspondiente a la textura, color y aroma en distintas elaboraciones definidas para el consumidor.

El Coffea Arábica y Coffea Canephora mejor conocida como Robusta, pertenecen al mismo género, pero varían en el subgénero, y por consiguiente las especies son totalmente distintas [10]. El Coffea Arábica tiene una mayor aceptación por el público al tener un sabor más “delicado”, es decir sus granos tostados tienen notas suaves y dulces con una acidez media y balanceada [11], y por lo tanto tiene una mayor producción anual mundial. Por su parte, el Coffea Robusta tiene mayor resistencia a los cambios de temperaturas, plagas, altitud entre otras, de ahí su nombre, lo que también influye en el sabor final el cual es “fuerte” debido a la cantidad de cafeína presente [12]. A continuación, se presentan diferencias entre las dos especies en la tabla 1.

Tabla 1.

Diferencia café Arábica y café Canephora.

Características	Café Arábica	Café Robusta
Cromosomas(2n)	44	22
Tiempo que tarda des la flor hasta la cereza madura	9 meses	10-11 meses
Permanencia de las cerezas en el árbol una vez que maduran	Se desprenden de las ramas	Permanecen adheridas a las ramas
Rendimiento promedio en grano pergamino seco (kg granos/ha)	1500-3000	2300-4000
Temperatura óptima (media anual)	15-24°C	24-30°C
Altura óptima para el cultivo m.s.n.m	1300-2000 m	0 -700 m
Resistencia a Roya	Susceptible	Resistente

Tabla 1. Continuación

Características	Café Arábica	Café Robusta
Resistencia a nemátodos	Susceptible	Resistente
Resistencia a la enfermedad de las cerezas de café	Susceptible	Resistente
Contenido de cafeína del grano	0,8-1,4%	1,7-4,0%
Forma del grano	Chato	Alargado
Características en Taza	Ácido	Amargo

Nota. En esta tabla se presenta las características de cultivo de las especies Coffea Arábica y Coffea Canephora. Tomado: ¿Cuántas variedades de café existen? Guía de variedades. Agosto 2020, Que café. [En línea]. Disponible en: <https://quecafe.info/guia-origen-diferencias-variedades-de-cafe/>. [Acceso: ago.25,2020].

Como se muestra con las propiedades presentadas anteriormente en la tabla 1, las especies varían en su cultivo, principalmente en el tipo de fruto, árbol y flores, comparando el fruto de las 2 especies, se observa que en la robusta es esférico y más pequeño que el Arábica, el cual presenta una forma oval [13].

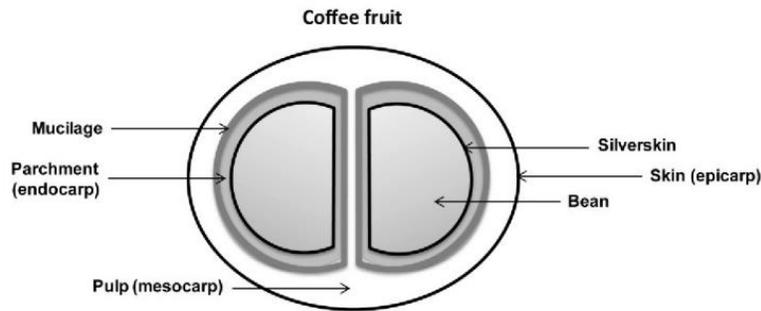
1.1.2 Estructura del café

El fruto del café tiene 2 granos normalmente separados por un dúo de capas, de las cuales hay una fina que envuelve el grano (espermodermo), luego una gruesa el mucilago (endocarpio), las cuales a su vez se envuelven en la pulpa (mesocarpio), y finalmente la piel de la cereza (epicarpio o exocarpio), la cual tiene la mayor parte de los taninos y por consecuencia las antocianinas del fruto [13].

Comúnmente la pulpa corresponde al 46% del fruto [1] y comprende desde el mucilago hasta el exocarpio. Con base a esto, una descripción a detalle de los porcentajes en peso de cada una de las partes del fruto anteriormente mencionadas es presentada en la tabla 2.

Figura 2.

Estructura del café



Nota. La figura representa la distribución y ubicación de las diferentes partes presentes en la estructura del café. Tomado: Handbook coffee processing by products sustainable products, 2017, Coffee Processing Steps in the Wet Postharvesting Method.

Tabla 2.

Composiciones y nombre común de las diferentes partes del fruto de café.

Nombre	Nombre común	Porcentaje en peso en el fruto (%)
Endospermo o Semilla	Grano	54%
Espermodermo	Película plateada	0,2%
Endocarpio	Pajilla	18%
Mesocarpio	Mucilago	17%
Exocarpio o Epicarpio	Cascarilla o pellejo	10,8%

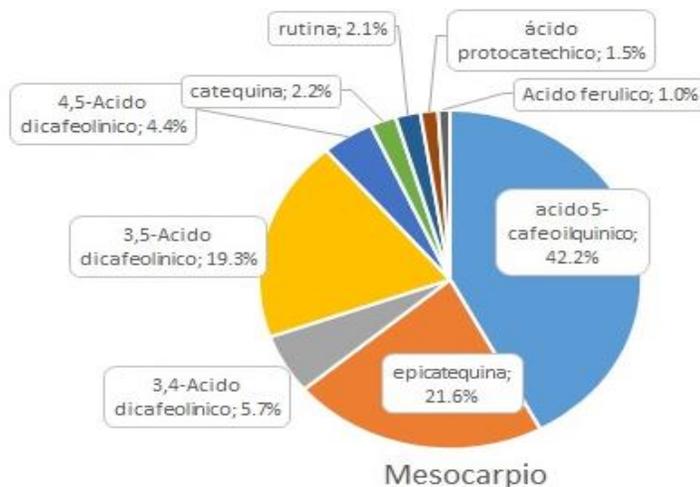
Nota. La tabla representa las composiciones en porcentaje masico y el nombre común que se le da de cada una de las partes del café. Tomado: Handbook coffee processing by products sustainable products, 2017, Coffee Processing Steps in the Wet Postharvesting Method.

El endospermo o semilla, se compone de dos semillas con contextura rígida y amarillenta, los cuales son el objetivo del proceso de cultivo para la comercialización [13]. Por otro lado, el espermodermo, capa que continua después del endospermo, se constituye por un tejido externo delgado que cubre la semilla [1], también conocido como silverskin o película plateada, tiene muchas investigaciones de uso aplicado. Sin embargo, las de mayor impacto son para temas farmacéuticos en la que se destacan artículos para el cuidado facial y ocular con participación como componente antimicrobiano [14], [15].

A modo de ejemplo, están las investigaciones de Alves et al. en 2009 y Rodrigues et al. en 2015, en donde los autores explican el tratamiento del silverskin desde la molienda con etanol a 40°C por 30 minutos, pasando por la preparación y aplicación sobre el cultivo para el desarrollo de la prueba, hasta las respectivas evaluaciones utilizando MTT, el cual se torna purpura por las enzimas reductasas presentes en la pared de las mitocondrias no afectadas, posteriormente calcular con un espectrofotómetro la cantidad de irritación del extracto y contrastarlo con la norma, de esta manera determinar la irritación que tiene un compuesto sobre la epidermis, si el conteo de tejido irritado es mayor al 50% no será aprobado; Para la investigación todas las muestras fueron aceptadas satisfactoriamente, con lo que se concluye que este tipo de extracto es rico en compuestos fenólicos, di terpenos, xantinas y precursores de vitaminas [14] y beneficioso a la epidermis humana [15].

La parte que envuelve el espermodermo y la semilla, se forma por varias capas de esclerénquima, el paquete de estas se separa de la semilla en el proceso del descascarillado [3], [7]. Después de esta se encuentra el mesocarpio rico en carbohidratos y pectinas, es una capa gruesa que está en contacto con el epicarpio [1]. A continuación, se puede observar en la figura 3 las composiciones químicas del mesocarpio.

Figura 3.
Composición química del mesocarpio



Nota. La figura representa las composiciones en porcentaje masico del mesocarpio del café. Tomado: Handbook coffee processing by products sustainable products, 2017, Coffee Processing Steps in the Wet Postharvesting Method.

Del mesocarpio se tiene gran variedad de aplicaciones por la diversidad de moléculas en su composición, entre las cuales existen productos químicos para industria tales como cafeína y polifenoles. Además, la producción de etanol y pigmentos son algunas de las posibles aplicaciones a las que se puede llegar con este componente.

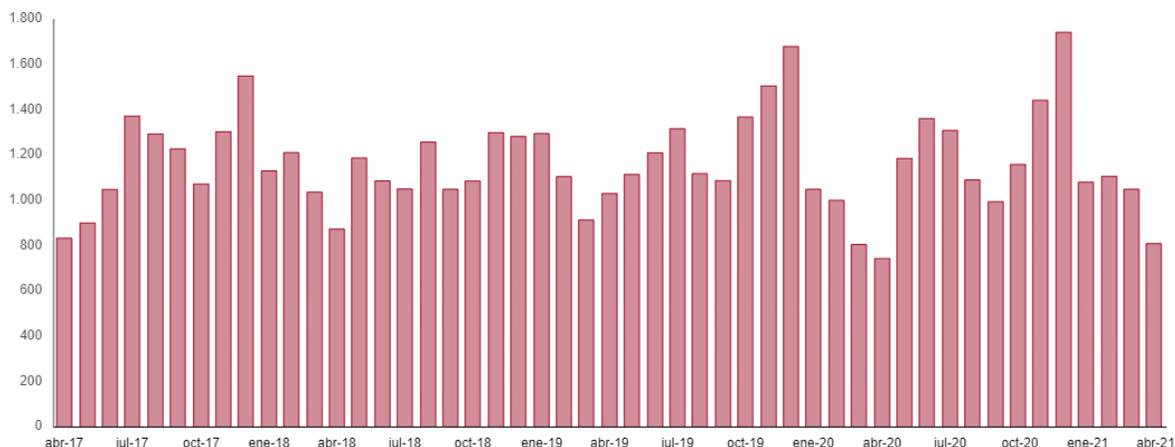
Y finalmente está el exocarpio, el cuál es la parte externa del fruto de café, su principal función es proteger las partes internas de la misma y se caracteriza por la coloración dependiendo del grado de maduración del fruto [2]. Cuando el fruto se encuentra maduro, aumenta la cantidad de antocianinas en la composición del exocarpio las cuales están constituidas principalmente por la cianidina-3-rutinisida y la cianidina-3-glucósida [16], lo cual genera la tonalidad rojiza característica del estado de maduración. El proceso para la extracción se ha desarrollado anteriormente por Parra *et al.*, donde el pigmento extraído proveniente de las antocianinas en el exocarpio del café fue aplicado en merengue francés, sin afectar significativamente su sabor y textura [2]. Consecuentemente para este trabajo el exocarpio o endocarpio es la sección de mayor interés junto a la pulpa ya que la pigmentación característica del fruto se encuentra situada en esta delgada capa.

1.1.3 Producción colombiana de café

La producción mensual de café para el último lustro en Colombia ha sido estable a lo largo de este periodo, las temporadas con menor producción corresponden al mes de abril, donde la máxima cantidad registrada es cercana a las 51 mil toneladas figura 4, en contraste con los últimos meses del año en los cuales el valor medio es de 93 mil toneladas mensuales, donde hay proliferación en la producción, ventas y desechos del sector cafetero como se observa en la figura 5.

Figura 4.

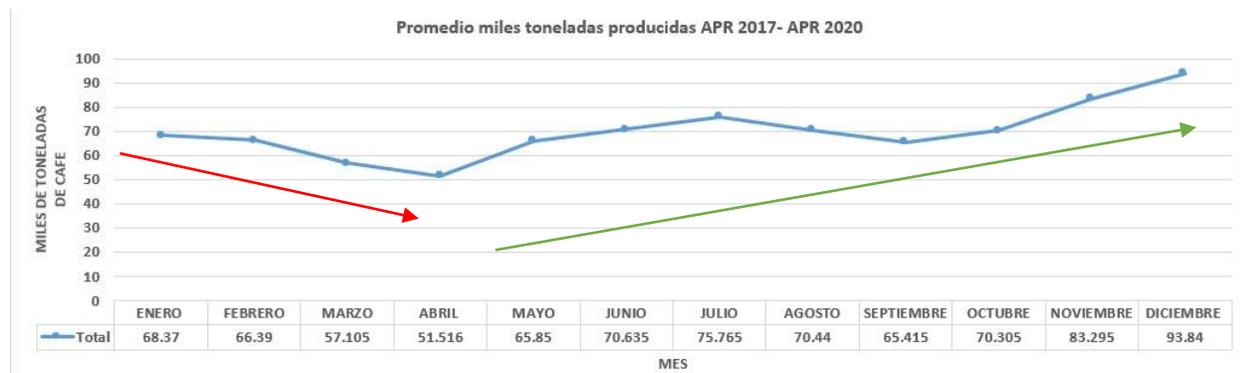
Producción mensual de café en Colombia



Nota. La figura 4 presenta el último lustro de producción cafetera colombiano en miles de sacos de 60 Kg Tomado: Federación Nacional de Cafeteros de Colombia, Julio 2021, FNC [En línea]. Disponible en: <https://federaciondefeteros.org/wp/estadisticas-cafeteras/>. [Acceso: ago.28,2020].

Figura 5.

Promedio de toneladas de café producido en el último lustro en Colombia



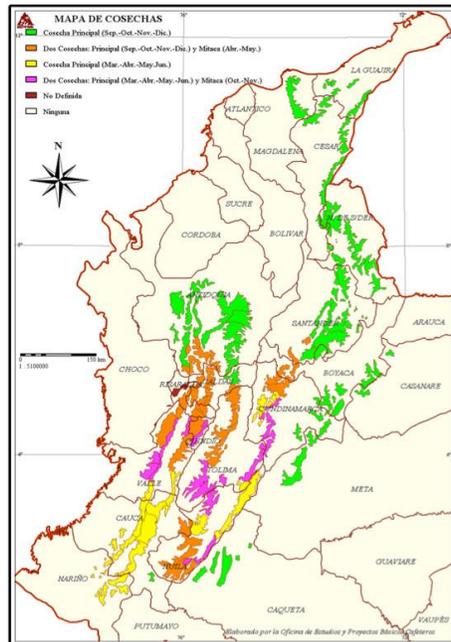
Nota. La figura 5 representa las cantidades en miles de toneladas promediadas para cada mes para el último lustro respecto a la producción colombiana donde hay una caída en la misma para el primer trimestre anual. Tomado: Federación nacional de cafeteros, Julio 2021, FNC. [En línea]. Disponible en: <https://federaciondefeteros.org/wp/estadisticas-cafeteras/>. [Acceso: ago.28,2021].

Las exportaciones colombianas van de la mano con la temporada de cosecha, según lo reportado en la federación nacional de cafeteros en su informe del 2021, es así como se tienen valores cercanos a la media de cosecha en casi todos los meses con 93 mil toneladas, como se observó en la figura 4, los únicos valores que tienen alta variación son aquellos donde las exportaciones se detuvieron por temas de salud para el 2020 [5].

1.1.3.a Zonas de crecimiento. La ubicación geográfica colombiana tiene las condiciones óptimas respecto a temperatura y precipitación para el crecimiento de varias especies de la familia de las Rubiaceae. Este territorio tiene una serie de altitudes que favorecen principalmente el crecimiento del *cofea arábico* [17], las regiones expuestas en tono verde y naranja son donde el fruto tiene mayor cultivo según el estudio desarrollado por la compañía nacional de café presentado en la figura 6, el cual fue verificado por la federación nacional de cafeteros que se observa en la figura 7.

Figura 6.

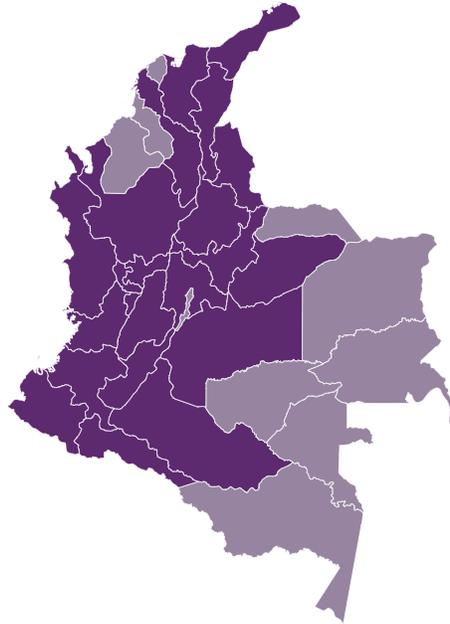
Zonas de mayor producción cafetera de café arábigo según la compañía nacional de café.



Nota. La figura 6 presenta las zonas en el territorio colombiano donde existe la producción principal de tono verde y naranja Tomado: Compañía nacional de café S.A.S, Julio 2012, Compañía nacional de café [En línea]. Disponible en: <https://cnccolombia.com.co/index.php/cafe-colombiano/regiones-cafeteras> [Acceso: ago.29,2020].

Figura 7.

Zonas de mayor producción cafetera de café arábigo según federación nacional de cafeteros.



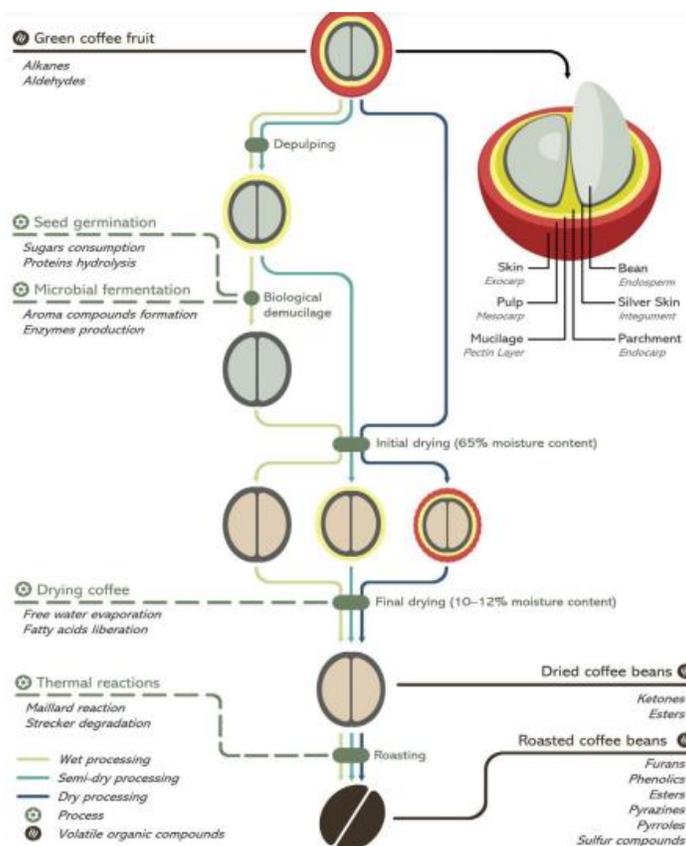
Nota. La figura 7 presenta a manera de gráfico de calor de las regiones de mayor cultivo de café en Colombia en donde a mayor tonalidad hay más producción y el tono pálido es una producción baja o en dado caso nula. Tomado: Federación Nacional de Cafeteros de Colombia, Julio 2021, Café Colombia [En línea]. Disponible en: <https://www.cafedecolombia.com/particulares/regiones-cafeteras/> [Acceso: ago.29,2020].

1.1.4 Métodos de maduración

Existen diferentes métodos para madurar el café, entre ellos los más utilizados están la ruta seca, húmeda y “honey process” o ruta semihúmeda. Aun así, gracias a la implementación de nuevas tecnologías se han desarrollado rutas para optimizar el proceso, como lo son la ruta húmeda enzimática y la ruta ecológica recientemente planteada por la asociación colombiana de cafeteros de Colombia [12].

Para tener una perspectiva completa en la figura 8, se puede observar esquemáticamente las diferencias entre las rutas húmeda, seca, semi húmeda y húmeda enzimática, en las cuales se varía el tiempo y las partes para de fermentación del fruto, como se ve en la ruta semi húmeda, donde no se retira el mucilago, mientras en la seca se deja toda la pulpa y en la húmeda se retira toda [6].

Figura 8.
Procesamiento de café mediante diferentes rutas

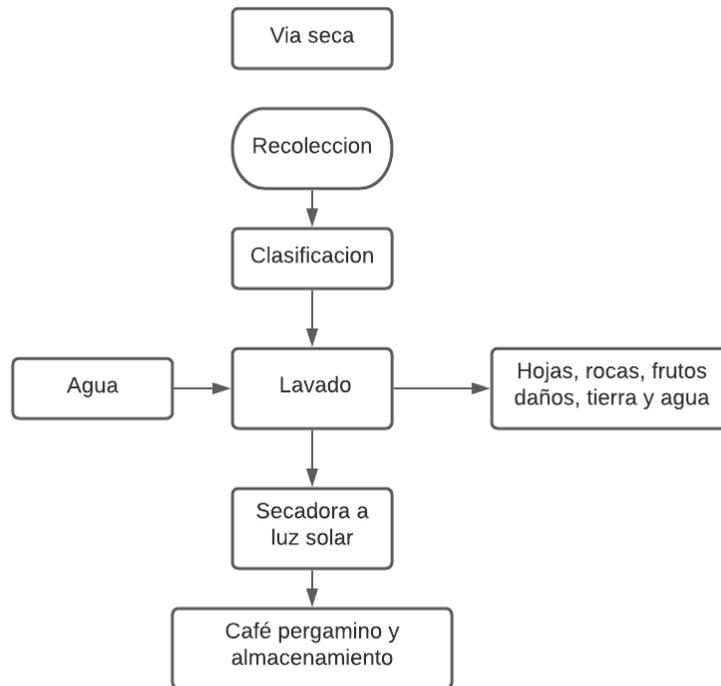


Nota. La figura muestra un diagrama general de cómo se derivan las diferentes rutas para la obtención de café tostado. Tomado: Exploring the impacts of postharvest processing on the aroma formation of coffee beans – A review, 2018, Coffee production and postharvest processing.

La ruta seca se caracteriza por su sencillez y practicidad, este método requiere menor cantidad de maquinaria y como lo dice su nombre, el agua es opcional pero no esencial, consiste en secar completamente el fruto en zonas de cemento o ladrillo mediante luz solar. Este método es utilizado para el café arábico en Brasil, Etiopía, Haití, Paraguay, entre otros; Para la especie robusta es usada en toda su producción [1]. A continuación, se presenta el diagrama de flujo del proceso mediante ruta seca.

Figura 9.

Diagrama de flujo de producción de café por vía seca

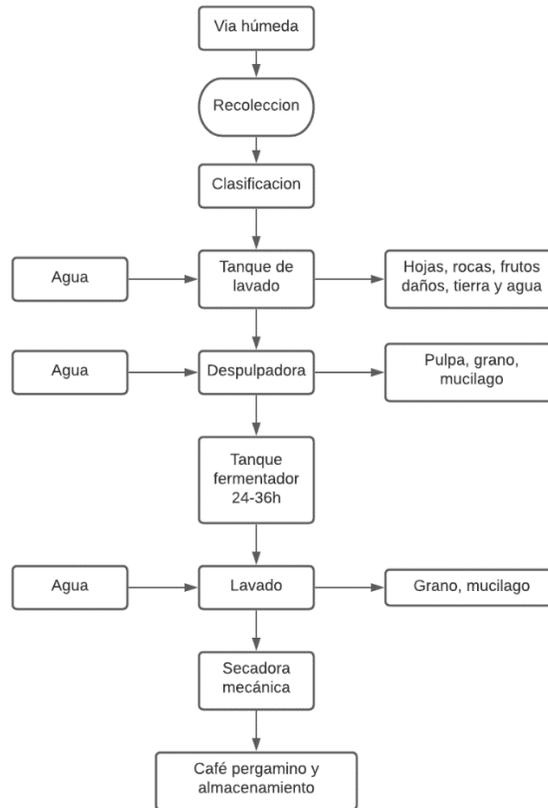


Nota. La figura representa el diagrama de flujo de proceso del café mediante ruta seca. Tomado de: Handbook coffee processing by products sustainable products, 2017, Coffee Processing Steps in the Dry Postharvesting Method.

Otro método, la ruta húmeda necesita una gran cantidad maquinaria y agua; su principal diferencia es la despulpadora luego del proceso de lavado y clasificado. Se desarrolla por medio de una máquina que comprime el fruto contra placas fijas y móviles [17], al finalizar este proceso la pulpa compuesta por exocarpio, endocarpio y mesocarpio del fruto, queda separada del grano de café y del espermodermo que lo recubre. Los residuos de pulpa que quedan después del proceso, se eliminan con una fermentación para su descomposición y posterior lavado. El secado se desarrolla mediante con un secador mecánico o al igual que en la ruta seca mediante luz solar [18].

Figura 10.

Diagrama de flujo de producción de café por vía seca



Nota. La figura representa el diagrama de flujo de proceso del café mediante ruta húmeda. Tomado de: Handbook coffee processing by products sustainable products, 2017, Coffee Processing Steps in the Wet Postharvesting Method.

Por otra parte, el proceso de maduración por ruta semihúmeda o “honey process”, se inicia con la clasificación del fruto, se despulpa y finalmente se seca, es un proceso relativamente nuevo que utiliza el fruto maduro y lo seca con el mucilago, esta parte es la más crítica en el proceso, porque al realizarse incorrectamente genera hongos al fruto, o da sabores desagradables al mismo. Por el contrario, al producirse de la manera adecuada da notas dulces dada la gran cantidad de azúcares en el mucilago, debido a este motivo se le da este nombre al proceso [18].

También existen variaciones de los procesos anteriormente mencionados como la ruta húmeda enzimática. Este método es similar a la ruta húmeda, pero se diferencia en el proceso de fermentación donde se añaden enzimas pectinasas para acelerar el proceso y disminuir el tiempo

de residencia del fruto, posteriormente se sigue el secado y almacenamiento, al igual que en la ruta húmeda [18].

Finalmente se encuentra la ruta ecológica que consiste en convertir el café cereza (con espermodermo) a café pergamino, utilizando agua limpia a altas presiones, este se realiza mediante un equipo especial “módulo de beneficio ecológico”, el cual se encarga de eliminar cualquier parte de la pulpa y separarla completamente del grano sin dañarlo, de esta manera obtener el grano para su posterior tostado [18].

Figura 11.

Procesamiento de café en el módulo de beneficio ecológico.



Nota. La figura muestra el proceso de ruta ecológico en el módulo de beneficio ecológico. Tomado de: Producción de cafés especiales, 2019, Gobierno de Colombia, Grupo Alcanco.

1.1.5 Subproductos del exocarpio o pulpa de café

Como fue detallado anteriormente, el residuo mayoritario para la industria cafetera es el exocarpio y mesocarpio o pulpa de café. A continuación, se presenta una recopilación de investigaciones y correspondientes aplicaciones de este residuo.

En primer lugar están los polifenoles presentes en la tradicionalmente conocida como pulpa, el mesocarpio tiene gran cantidad de compuestos polifenólicos los cuales tienen propiedades antioxidantes [1], estos son extraídos comúnmente con el método Soxhlet, un ejemplo es la

investigación realizada por Pascoa *et al.* en 2013 donde mediante una extracción Soxhlet a una condición de 60°C y 30 minutos utilizando alcohol-agua como solvente, logra la extracción de la mayor parte de los polifenoles del mesocarpio y evalúa sus propiedades antioxidantes aplicándolos [19].

Otro importante subproducto es el etanol producido mediante la fermentación de la cáscara y la pulpa del café constituida principalmente por mesocarpio, donde se utilizó la levadura *Saccharomyces cerevisiae* como microorganismo para el proceso batch, y bajo unas condiciones de evaluación de 3 g levadura/ L sustrato, a una temperatura de 30°C, se obtuvieron como resultado 13.6 ± 0.5 g etanol/L e información para una extracción más eficiente, lo que le da ventaja a estos residuos de café sobre otro tipo de sustratos lignocelulósicos en los que también se produce alcohol pero a una menor cantidad, como es el caso de los residuos de maíz, en donde se tienen resultados menores en un rango de 5–11 g etanol/L [20].

También se obtiene otros productos poco comunes como lo es la cafeína, existen varias investigaciones en torno a la extracción de cafeína del exocarpio de café, debido a las composiciones descritas anteriormente en la figura 3. En la tesis “Evaluación de una propuesta para la obtención de cafeína partiendo de residuos de café generados por la industria cafetera”, el autor recopiló y desarrolló la extracción de cafeína de residuos del café y de la pulpa mediante una extracción asistida por ultrasonido, con una relación constante sólido/solvente de 20g/mL a 37°C por 312 minutos con un rendimiento para la pulpa de 83,3%, mejorándolo a 98,43% con ayuda de una purificación de cromatografía líquida en columna [21].

Sin embargo, el grupo en cual se centrará esta investigación es el de las antocianinas siendo un grupo que se ha estudiado ampliamente como colorante o pigmento, dependiendo de su aplicación, extrayéndolos de diferentes frutos o residuos como col lombarda [22], frijol rojo [23], maíz morado [24] y recientemente de la pulpa de café, más exactamente del exocarpio [2], [16], [25], [26] como se profundiza a continuación.

1.2 Antocianinas

Por gran la variedad de vegetales y frutas en la que las antocianinas tienen presencia, se realizó un acercamiento a su relación con el fruto del café describiendo sus generalidades como se presenta a continuación.

1.2.1 Generalidades

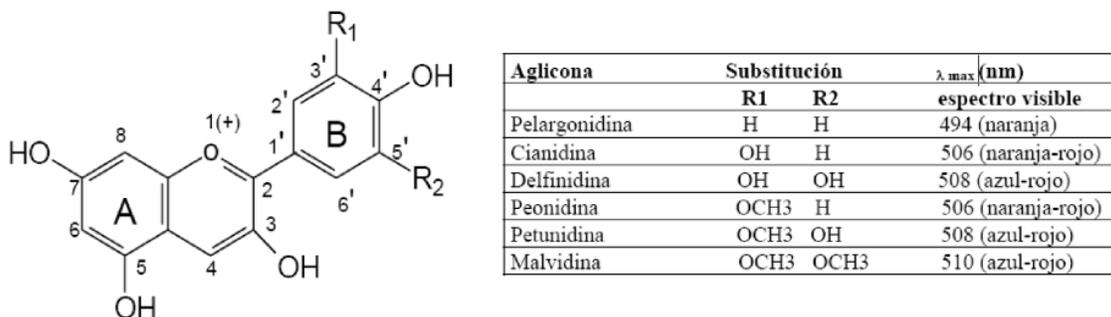
Los pigmentos que se encuentran con mayor facilidad en la naturaleza son los carotenoides, clorofilas, antocianinas y betalaínas; pigmentos que están presentes en raíces, tallos, hojas, flores y frutos del reino vegetal [24]; tanto las antocianinas como las betalaínas dan los característicos tonos rojo, naranja, morado y azul a frutas, verduras y cereales [27], [28], [29], [30]; la diferencia estructural entre las dos es su precursor, en donde para las antocianinas es fenilalanina y para las betalaínas es tirosina [21], aun así, tanto las antocianinas como las betalaínas son compuestos responsables de los tonos para la atracción de animales en la polinización, así mismo actúan como pantalla protectora contra la luz UV-B enmascarando los orgánulos que tiene la clorofila, y finalmente protegen los cloroplastos contra altas intensidades de luz [31].

Estructuralmente, las antocianinas son un grupo de pigmentos naturales pertenecientes a la familia de los polifenoles [20], por lo cual su estructura es ampliamente diversificada y puede cambiar el tipo de antocianina dependiendo de los sustituyentes que tenga y el posicionamiento de los mismos, por esta razón, existen aproximadamente 128 tipos de antocianina diferentes [32], además de tener un impacto significativo en la intensidad y estabilidad del color que producen [28].

Adicional a esto, pertenecen a la clasificación de los pigmentos flavonoides, siendo las antocianinas estructuras tipo flavilium, las cuales consisten en 2 anillos aromáticos unidos por 3 carbonos heterocíclicos, que en un extremo superior contienen oxígeno [31], también conocidos como aglicona, estos se unen con un monosacárido en un enlace tipo α o β , por ello existe una amplia gama de azúcares simples y complejos en su estructura que le dan sus propiedades físicas [30], estas estructuras se pueden observar en la figura 12, gracias a la polaridad de estos dos grupos son compuestos naturalmente hidrosolubles [28].

Figura 12.

Estructura general de las antocianinas con la respectiva aglicona y sus sustituyentes



Nota. La figura presenta la estructura general de las antocianinas y los grupos funcionales que se añaden en las ubicaciones mostradas, para especificar el tipo de antocianina y su color mediante la longitud de onda absorbida. Tomado: Extraction, isolation and purification of anthocyanins, 2001, Structural and spectral characteristics of the major naturally occurring aglycons.

Las antocianinas tienen un gran potencial para su aplicación como pigmentos [33], pues son relativamente estables en medio acuoso según el pH, gracias a la presencia de estructuras tales como el catión flavilium, una base quinoidal, una pseudo base carbinol y una chalcona, que determinan una mayor estabilidad frente a cambios de pH, temperatura y exposición a la luz; debido a procesos de co-pigmentación y asociación intermolecular e intramolecular que se desarrollan en el medio [24], gracias a esto en los últimos años las antocianinas presentan una demanda considerable en la industria alimenticia, cosmética y farmacéutica para reemplazar a los colorantes sintéticos, debido a su naturaleza química, inocuidad y funcionalidad [23].

1.2.2 Presencia en la naturaleza

Las antocianinas suelen encontrarse en plantas del tipo superior o vascular y sus diferentes compuestos, es decir tallo, hojas, y principalmente sus frutos [24], a modo de ejemplo están las moras, arándanos [28], fresas, col lombarda [22], maíz morado [24], cascara de frijol [23] el arroz rojo [10], y pulpa de café [2], [16], [26], es decir en plantas y frutos donde se puede observar tonalidades que van desde rojo pasando por violeta y finalizando en azules.

1.2.3 Presencia en el café

Como se mencionó anteriormente en el documento, el lugar donde se encuentran las antocianinas en el café es la pulpa, más exactamente en el exocarpio o la capa exterior de la pulpa [16]. Es importante mencionar que dentro del conjunto de más de 128 antocianinas existentes [32], las que se encuentran en la pulpa de café son principalmente la cianidina 3-glucosida y la cianidina 3-rutinosida [16], [26].

1.2.4 Métodos de cuantificación de antocianinas

Dentro de los métodos que se emplean para la caracterización de las antocianinas extraídas, están cromatografía en papel, cromatografía en capa fina, cromatografía en columna, extracción en fase sólida, cromatografía en contracorriente, cromatografía líquida de alta resolución (HPLC), espectroscopia de absorción UV-visible, espectroscopia de masas (MS), espectroscopia de resonancia magnética y método de pH diferencial que fue aceptado en el 2007 [34]. Aun así, se hizo énfasis en los 3 métodos más utilizados por su consistencia en resultados y facilidad de aplicación, los cuales son el método de pH diferencial y HPLC con sus 2 variaciones principales que son con DAD (detección de matrices de diodos) y MS (espectroscopia de masas).

En primer lugar, está el método pH diferencial este procedimiento se realiza partir de la diferencia de las absorbancias entre longitudes de onda desde 520nm a 700 nm de la muestra, diluida en 2 soluciones buffer preparadas con cloruro de potasio 0,025M y acetato de sodio 0.4M y finalmente acidificados con ácido clorhídrico para obtener un pH de $1\pm 0,05$ y $4.5\pm 0,05$ respectivamente [35], a partir de la ecuación 1 y 2.

Ecuación 1.

Ecuación para el cálculo de la absorbancia neta de las antocianinas

$$A=(A_{520}-A_{700})_{pH=1}-(A_{520}-A_{700})_{pH=4.5}$$

Donde, A_{520} y A_{700} corresponden a las absorbancias de las soluciones a 520nm y 700nm respectivamente en el pH indicado

Ecuación 2.

Ecuación para el cálculo de la concentración de las antocianinas monoméricas

$$\text{Antocianinas}\left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) = \frac{A * Mw * DF * 1000}{\xi * l}$$

Donde A es la absorbancia hallada con la ecuación 1, Mw es la masa molecular de las antocianinas monoméricas presentes, DF es el factor de dilución y ξ es el coeficiente de extinción molar.

Mediante este cálculo se obtiene la concentración de antocianinas monoméricas en una muestra, conociendo el factor de dilución necesario y la masa molecular del tipo de antocianinas que se tiene. Donde, A_{520} y A_{700} corresponden a las absorbancias de las soluciones a 520nm y 700nm respectivamente en el pH indicado, Mw es 445.2 g/mol que corresponde al peso molecular de cianidina 3-rutinosida, la principal antocianina de la pulpa de café, ξ es 28000 L mol⁻¹cm⁻¹ corresponde al coeficiente de extinción molar de la cianidina 3- rutinosida, el valor l es la distancia que recorre el haz de luz dentro de la celda de cuarzo en cm y DF como factor de dilución.

El factor de dilución se halló realizando una curva de absorbancia a 520 nm con la solución buffer de pH 1, evaluando el valor de la alícuota en la muestra desde 0,1 mL hasta 10 mL y aforando hasta 50mL con la solución buffer. Posteriormente realizando una gráfica (volumen de alícuota vs absorbancia a pH 1) con el fin de determinar la región en donde existe una tendencia lineal considerando la restricción de que el valor en Y (absorbancia a pH 1) se encuentre en el rango de valores 0.2-1.4.

El pH ácido incentiva el tono rojo generado por la antocianina; Aunque con la degradación de la molécula por encima y por debajo de 2. El método proporcionado por la asociación de químicos agrícolas oficial (AOAC) número 2005.02, expide una norma para caracterizar las antocianinas presentes en vinos, frutos y jugos mediante el método de pH diferencial. Este método funciona con la lectura de absorbancia en 2 soluciones buffer a pH 1 y 4.5 y sus diferencias en 520 y 700nm[36] medidas explicadas a continuación:

Figura 13.

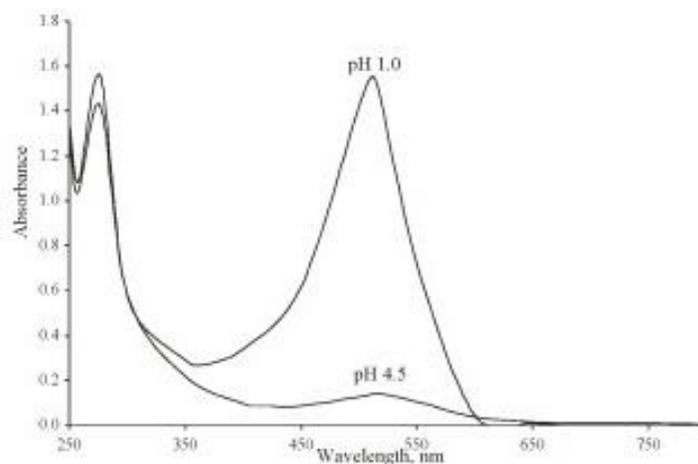
Explicación de los compuestos presentes con la longitud de onda y pH.

pH/ λ (nm)	520	700
1	λ de onda en la que la cianidina-3-rutonosida se encuentra.	Corrección de valores que generen turbidez en la muestra.
4.5	Compuestos que están presentes en la muestra que generan picos a las dos longitudes de onda que no están en la categoría de las antocianinas.	

Nota. En esta figura se presenta el dato teórico de los compuestos que tendrán mayor amplitud, a la respectiva longitud de onda y pH.

Figura 14.

Curvas de absorbancias de las antocianinas a diferentes pH



Nota. En esta curva se observa como a diferentes pH cambia la amplitud de las antocianinas. Tomado: Determination of total monomeric anthocyanin pigment content of fruit juices, beverages, natural colorants, and wines by the pH differential method: Collaborative study, 2005, Spectral characteristics of huckleberry anthocyanin in buffers at pH 1.0 and 4.5

Cabe aclarar que la desventaja de este método por sobre otros, es que no permite saber correctamente el tipo de antocianinas cuantificadas, por lo tanto es necesario realizar una amplia revisión bibliográfica del tipo de antocianina que se presenta en la muestra a analizar, aun así, es de los métodos más utilizados para la cuantificación de antocianinas en diferentes muestras, presentados por autores tales como Andrade *et al.* en 2021 [27], Moirangthem *et al.* en 2021 [37], y directamente en pulpa de café Parra *et al.* en 2019 [2], Prata *et al.* en 2007 [26] y Jaisan *et al.* en 2015 [38].

Otra metodología es el HPLC-DAD y HPLC-MS, para evaluar la cantidad de antocianinas con los equipos de HPLC se realizan los procedimientos presentados a continuación; comenzando por HPLC-DAD consiste en agregar 2 solventes, el primer solvente, acetonitrilo al 100% y el segundo solvente 10% (v/v) ácido acético con 1% (v/v) ácido fosfórico en un medio acuoso; en caso de que la muestra ya contenga ácido fosfórico, para evitar interferencias en la medición, se acidifica con ácido fórmico y se mide entre las longitudes de onda reportadas para el o los compuestos correspondientes. Para este método se añade al software del equipo las variables flujo de solvente y el tiempo de residencia de la muestra, finalmente el equipo genera una gráfica con los datos y calcula las concentraciones [34], [39].

Por otra parte, para la HPLC-MS se añade al equipo una muestra de 25 μL , y se prepara previamente una solución de solvente con ácido acético, ácido trifluoroacético, acetonitrilo y agua con composición 10%, 0.2%, 5.0% y 84.8% (v/v) respectivamente y un solvente B de acetonitrilo al 100% [34], se introducen al equipo, y este genera la gráfica mostrando los m/z de las especies [40], directamente en la pulpa de café ya se había realizado este método y se reportó que las cianidinas tenían un m/z de 594.68 y un fragmento a 287, pertenecientes la cianidina 3- rutinosida y cianidina 3-glucosida [16].

Con cualesquiera de los métodos HPLC presentados anteriormente se reporta de 2 a 2.3 veces más cantidad de antocianinas que las reportadas con el método de pH diferencial [34], sin embargo, es más utilizado este último debido al costo del equipo y la veracidad de la norma expedida por la AOAC.

1.3 Tipos de extracción

Convencionalmente, la extracción de antocianinas en varios frutos y vegetales, se desarrolla por métodos de fácil uso y que inciden sobre el rendimiento final, a continuación, se presenta una recopilación de métodos tanto convencionales como no convencionales que pueden utilizarse para este proceso

1.3.1 Extracciones convencionales

El proceso usual para la extracción de antocianinas independientemente de la materia prima tiene la misma secuenciación, comenzando con una trituración, posteriormente la extracción, filtrado o centrifugado del extracto y finalmente evaporado a temperaturas bajas para concentrarlo [22].

En los métodos para extraer fitoquímicos como las antocianinas, es común el uso de solventes orgánicos como las mezclas que contienen agua y etanol, metanol o acetona [73]; dentro de ellos la extracción sólido-líquido o lixiviación es la técnica más común [27], como se presenta a continuación.

Actualmente el método de extracción con mayor implementación para la recuperación de antocianinas es la extracción sólido-líquido, debido a la polaridad de las mismas, se requiere de solventes altamente polares como etanol, etanol-agua, metanol y/o acetona, de los mencionados anteriormente, el solvente de extracción más utilizado es la acetona [28], [76], además ha surgido un nuevo agente de extracción verde conocido como solvente eutéctico profundo natural (NADES) para satisfacer las demandas de biodegradabilidad, sostenibilidad, baja toxicidad, bajo costo y facilidad de producción en cual también se ha implementado en extracción sólido-líquido [73].

Aun así, para aumentar la eficiencia de la extracción se acidifican estos solventes; entre los ácidos más utilizados, están ácido clorhídrico, fosfórico, fórmico, o cítrico [27], puesto que consiguen la estabilidad de la aglicona a pH inferiores de 3.5, no obstante, se debe tener cuidado en evitar medios fuertemente ácidos, debido a que a valores inferiores a pH de 2, las antocianinas pueden sufrir hidrólisis ácida, rompiendo los enlaces 3-monósidos [77], lo cual es demostrado en la investigación de Rosales et al. en 2015, donde al extraer en un medio fuertemente ácido con pH de 1, los rendimientos de extracción fueron bajos, “La ruptura del enlace β -glucósido se vio relacionada con la cantidad de iones hidronio presentes en el solvente” [22].

Figura 15.

Comparación de diferentes extracciones solido-liquido

Materia prima	Solvente implementado	Parámetros de extracción	Rendimiento de extracción	Otros parámetros de extracción
Rice Berry rice- "arroz rojo" asiático	Agua destilada	1:2 p/v relación soluto solvente, 45 °C, 40 min.	-	2.05 +/- 0,04 mg antocianina/100 g muestra [29].
Maíz morado	Etanol acidificado con HCl en pH entre 2-4	1:80 p/v relación soluto solvente, etanol al 20%, 120 min, 70°C.	-	46,534 mg de antocianina/g muestra [24].
Black chokeberry, Elderberry	1. Glicerol-Agua 2. etanol 65% p/p	1. 1:50 p/v relación soluto solvente, 80°C,10 min 2. 1:50 w/v relación soluto solvente, 50°C, 10 min.	-	1. 92.62+/-5,38 mg antocianinas/L de solución 2. 131.95+/-8,32 mg antocianinas/L de solución [28].
Acai	Etanol al 96% p/p	220g:120ml p/v relación soluto solvente, 30°C pH de 3	-	0,40mg antocianinas/g muestra [77].
Col lombarda	Metanol 0,001%HCl	1:2,5 p/v relación soluto-solvente, 20°C, pH:4	64.21 % ± 0.111 % [22].	-
Blueberry	NADES (Cloruro de colina: glicerol: ácido cítrico (0.5:2:0.5) %p/p	1:12 p/v relación soluto-solvente, 45°C, 60 min	76% [73]	-

Figura 15 Continuación

Exocarpio de café	Etanol acidificado con HCl en pH entre 1	Concentración etanol 60% v/v, 1:3 p/v de soluto-solvente, 4°C, 18h	0.1389 mg cyanidin 3-glucoside/g of coffee fresh exocarp [2].
Cascara de café fresca	Metanol con HCl 1,5M	8°C, 18h	19.2 mg de pigmento 100 g de cascaras frescas [26].
Pulpa de café	Etanol	1:5 w/v de soluto-solvente, T=ambiente (19°C), 3 días	7,02±0.03 mg de antocianinas monoméricas / 100 g de pulpa fresca [38].
Pulpa de café	Metanol 0.1% HCl	pH=3	220,4 mg cianidina 3-glucosida/1kg de pulpa [32].

Nota. En esta figura se presenta una comparación de las extracciones solido-liquido de varios autores, en donde se varía el tipo de materia prima y condiciones de extracción.

1.3.2 Extracciones no-convencionales

En la actualidad, la extracción solido-liquido o lixiviación suele tener altos tiempos de residencia y rendimientos bajos para las diferentes matrices solido-liquido en las que se emplea. A razón de esto han surgido investigaciones que buscan aumentar la eficiencia de extracción, presentando algunas de las más conocidas a continuación.

1.3.2.a Extracción asistida por microondas (MAE). La extracción asistida por microondas (MAE, por sus siglas en inglés) [23] emplea tecnología de microondas para calentar una mezcla sólido-líquido. El calentamiento es inducido por la irradiación de microondas pertenecientes a la clase de radiaciones no ionizantes, con un rango de frecuencia de 300 MHz–300 GHz, [78] y absorbida por las moléculas dependiendo de su constante dieléctrica, aun así, es de suma importancia la regulación de la irradiación ya que ser excesiva puede causar sobrecalentamiento interno, lo que lleva a la carbonización y por lo tanto a otras reacciones como la isomerización y/o degradación del producto [79].

El microondas inicia la conducción iónica, basada en la transferencia electroforética de iones y electrones, generando así un campo eléctrico, [38] por lo cual está demostrado que las moléculas polares con un alta constante dieléctrica (es decir, agua con una constante dieléctrica de 78,5 a 25 °C y etanol con 24,3 a 25 °C) son capaces de absorber esta energía y reemitirla, lo que resulta en el calentamiento del sistema, mientras que los disolventes con una baja constante dieléctrica como el hexano (1,87 a 25 °C) son insensibles a las microondas [79].

El parámetro principal para la extracción asistida por microondas es la temperatura. Es posible cambiar la temperatura cambiando la duración y la potencia de la irradiación. En la práctica, la temperatura se puede establecer regulando el poder de irradiación para mantener la temperatura correcta. Por el contrario, también es posible utilizar la intensidad de potencia directamente.[79] Otro parámetro importante es el tipo de solvente, por la constante dieléctrica del mismo, sin embargo, también se puede realizar en ausencia de disolvente, existe un método conocido como extracción asistida por microondas seca o sin disolvente, en este caso, el agua presente en el la muestra actúa como disolvente y facilita la lisis celular. Se ha utilizado la extracción asistida por microondas sin disolventes para la extracción de aceites esenciales y antioxidantes de plantas aromáticas [78].

Se demostró que en la extracción sólido-líquido asistida por microondas, a 100 ° C, las mezclas aumentaron el contenido polifenólico total en comparación con el metanol puro, etanol o agua. Esto se puede atribuir al alta constante dieléctrica del agua, que aumenta la absorción de energía por la mezcla de solventes y, por lo tanto, aumenta la temperatura dentro de la muestra,

conduciendo a una mayor liberación de estos compuestos [79] e implica que su aplicación en la extracción de antocianinas de café podría ser beneficiosa para el proceso.

Finalmente, la extracción asistida por microondas suele emplearse con otros métodos para obtenerse mayores rendimientos de extracción, como es el caso de Moirangthem K et al. en 2021, donde se utiliza extracción de microondas junto con un solvente de agua supercrítica, el cual se llevó a cabo en un reactor de síntesis de microondas Monowave 300 presurizado con una potencia máxima de salida de 850 W, manteniendo un control de la temperatura para la extracción de antocianinas del Chakhao (tipo de arroz negro), logrando obtener un rendimiento de extracción del 85.8% [37].

1.3.2.b Extracción asistida con ultrasonido (UAE). Los ultrasonidos fueron descubiertos a finales del siglo XIX, desde entonces las ondas se han aplicado al procesamiento de alimentos como una nueva tecnología verde; pero también en la industria farmacéutica, nutricional y cosmética [79]. El uso de ultrasonido mejora el mecanismo de extracción debido a que las ondas, en ciertas frecuencias y amplitudes, crean burbujas de cavitación, que cuando alcanzan un punto no estable, implosionan a alta temperatura y presión. Este fenómeno puede romper las paredes celulares y favorecer la liberación de metabolitos, [79] aun así, la cavitación se ve afectada por las propiedades del disolvente, como la viscosidad, la tensión superficial y la presión de vapor. Al estallar las burbujas de cavitación se libera energía en forma de calor que mejora la transferencia de masa [78] Varios parámetros pueden modular las ondas ultrasónicas. Los dos principales son la frecuencia (Hz) y la amplitud (MPa). En una escala industrial la amplitud se trabaja modificando la potencia (W) y la frecuencia se trabaja modificando la intensidad (W/m). Estos parámetros cambian las ondas ultrasónicas y permiten la interacción de manera diferente con los compuestos a extraer. [38] Por este motivo al no controlar correctamente estos parámetros, el calor generado durante la extracción asistida por ultrasonido, puede desnaturalizar las especies químicas sensibles al calor. Aunque este proceso requiere menor cantidad de disolvente, es frecuente el uso de disolventes tóxicos, como el hexano particularmente para la extracción de compuestos no polares específicos [78].

Las ondas ultrasónicas mejoran la extracción en fitoquímicos, al facilitar la descomposición de la pared celular y liberación los compuestos [79], por ello se suelen implementar junto con disolventes eutécticos profundos (NADES), que son producidos a partir de disolventes baratos y biodegradables, que exhiben buena capacidad de disolvente [78].

Este tipo de extracción al igual que la MAE, suele ser llevada a cabo con otras para mejorar los rendimientos, como ejemplo la investigación de Andrade T. et al en 2021, donde se realiza la extracción de antocianinas mediante ultrasonido asistida con liquido presurizado de Aronia melanocarpa, optimizando lo parámetros a temperatura de 70 °C, 180 bar, concentración de solvente 1.5 % p/p, con 200 W de baño de ultrasonido, con un rendimiento de extracción de 88% en un tiempo de 45 min [27], demostrando que es posible la implementación de este método para la obtención de antocianinas.

1.3.2.c Extracción con liquido presurizado (PLE). Esta técnica se ha utilizado para extraer contaminantes de las matrices como los suelos, pero otras se han centrado en la extracción de metabolitos de plantas. Este método se basa en aplicación de presión para calentar el disolvente de extracción hasta su punto de ebullición, por lo tanto, mejora la eficiencia de extracción al llegar a un nivel de temperaturas superiores a las extracciones convencionales (maceración, soxhlet, etc.) [79].

La extracción presurizada o con liquido presurizado (PLE o PHWE) se aplica cambiando temperatura y presión, en sistemas que son principalmente estáticos [79], las temperaturas alcanzadas permiten que la tensión superficial y la viscosidad del disolvente se reduzcan, mejorando la penetración del disolvente en la matriz sólida, aumentando así la velocidad de transferencia de masa y la difusión, al tiempo que disminuye el tiempo de extracción y el consumo de disolvente [78].

La temperatura puede considerarse como el principal parámetro de optimización para PLE, pues puede afectar positiva o negativamente la extracción selectiva de los compuestos, como se pueden observarse en el impacto de la temperatura de la extracción de 30°C a 70 °C, entre dos familias de fitoquímicos, polifenoles y carotenoides, el rendimiento total de polifenoles mejora a

temperaturas más altas, mientras que los carotenoides no se vieron fuertemente afectados por este parámetro, sin embargo, debido a que los carotenoides son sensibles a las altas temperaturas, el rendimiento de extracción de los polifenoles aumenta por la degradación de los carotenoides [79].

Una desventaja importante de este método, es que no permite el uso de disolventes de diferentes polaridades, debido a este importante efecto del disolvente, es difícil favorecer esta técnica sobre otras como la extracción asistida por ultrasonido o microondas en términos de selectividad. [79] Las principales limitaciones de la extracción de líquidos presurizados son el alto costo del equipo, así como la optimización rigurosa de los parámetros de extracción a saber, principalmente, la temperatura y la presión [78].

Un ejemplo de la aplicación de esta técnica para la extracción de antocianinas, se presenta por Sabino et al, 2021, donde se realiza la extracción de antocianinas del jambolán (*Syzygium cumini* L) aplicando una extracción con líquida presurizada (PLE), asistida con un baño de ultrasonido de baño, para aumentar el eficiencia de la recuperación, con densidad de potencia de ultrasonido de 5000 W / L, tiempo de extracción de 7.5 min y 79.6% de etanol, logrando una concentración de antocianinas de 60,5 mg de antocianinas monoméricas por gramo de extracto [80].

1.3.2.d Extracción con fluidos supercrítico (SFE). En los últimos años se inició el estudio del CO₂ como disolvente verde, debido a que es fácilmente renovable y mientras que otros fluidos se pueden utilizar en la extracción de plantas (como propano), el CO₂ tiene más ventajas como la no toxicidad y la termodinámica de sus parámetros, que facilitan su uso en estado supercrítico (por encima de 31,1°C y 7,4 MPa) [79].

Las interacciones de CO₂ supercrítico (Sc-CO₂), principalmente la solubilidad y otras variables como la presión, la temperatura pueden cambiar las propiedades Sc-CO₂ y permitir la extracción de moléculas no polares (lípidos, terpenos, etc.) o moléculas más polares dependiendo de los parámetros que se les den a. Otros aspectos más técnicos, como las diferentes extracciones o modos (estático, dinámico), la geometría del recipiente y la extracción secuencial, también tiene un fuerte impacto en el rendimiento de la extracción Sc-CO₂) [81].

Cuando una sustancia a extraer contiene solo átomos de carbono e hidrógeno, como es el caso del escualeno que es uno de los compuestos menos polares en las plantas, es requerido Sc-CO₂ de alta densidad, lo que implica alta presión. Sin embargo, la alta densidad aumenta el rendimiento total, pero reduce la selectividad del escualeno, lo cual se vuelve una desventaja de este tipo de método para este tipo de compuestos, para ellos se emplean co-disolventes con el fin de aumentar la capacidad de extracción de Sc-CO₂ aumentando su polaridad [79].

Este tipo de extracción ha sido implementada para la extracción de antocianinas como se muestra en la investigación de Serra et al en 2010, donde se usó Sc-CO₂ puro (25 MPa y 50°C) para recuperar antocianinas, para después repetir la extracción ahora con Sc-CO₂ modificado (con 10 % en peso de etanol), obteniendo que para el primer caso se eliminó los compuestos lipofílicos y no polares, y permitió el aumento de antocianinas disponibles [81], observando que el uso de co-solventes como el etanol es beneficioso para este tipo de extracción y que es posible implementar esta tecnología para la extracción de antocianinas.

1.4 Fundamentos para impresión serigráfica textil

1.4.1. Colorantes y pigmentos

Los colorantes son una materia compuesta, que se utiliza de diversas maneras para dar color a otros cuerpos, siendo este un conjunto de tinturas y pigmentos [41]. Mientras que los pigmentos son cualquier material que fija color, pero no se disuelve en agua ni en solventes orgánicos, el cual genera color a la mezcla, técnicamente un pigmento es superficial y no forma parte o se enlaza estructuralmente con la fibra donde se aplica [42], por otra parte, el colorante si se enlaza con la fibra.

Los colorantes se clasifican en naturales y sintéticos dependiendo de su origen, sin embargo, industrialmente son más utilizados los sintéticos debido a su fácil extracción, disponibilidad en el mercado y a su sencillez para la aplicación [42]. Los colorantes naturales son aquellos cuya estructura es de origen natural y no necesitan de un proceso químico para su síntesis, es decir, el único proceso al que son sometidos es la extracción y purificación [43].

La clasificación de los colorantes naturales por su estructura química se divide en 7 explicados en su mayoría a continuación.

Figura 16.

Clasificación de los colorantes-pigmentos por su estructura

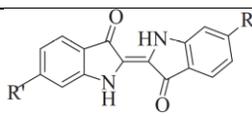
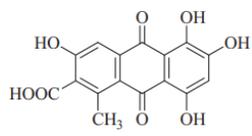
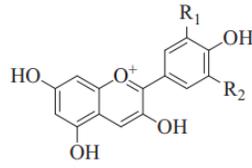
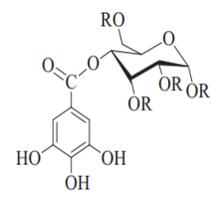
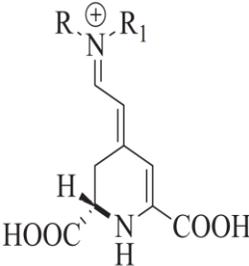
Nombre	Descripción	Estructura	Usos	Tono
Carotenoides [44].	Cadena de 8 isoprenoides. Molécula producida en la fotosíntesis y con funciones de metabolismos primarios y secundarias.		Uso en la industria textil Farmacéutica Alimentaria	Rojo Naranja
Indigoides [45].	Compuesto aromático extraído de plantas. Los pigmentos extraídos de esta categoría, son usados en la industria con el algodón y fibras naturales.			Azul Purpura
Quinonoides [46].	Clasificado como derivados de compuestos aromáticos. Teniendo todos un ciclohexadieno (C6H8), se caracteriza por tener benzoquinona (C6H4O2).		1. Colorantes 2. Antibióticos 3. Anti tumores 4. Antineoplástico	Roja
Flavonoides [47].	Compuestos heterocíclicos que se caracterizan por tener oxígeno polifenólico. Las Antocianinas pertenecen a este grupo y son de las cuales se logran extraer pigmentos, Afectado principalmente por el pH.		1. Colorantes 2. Antimicrobiano 3. Alcohol 4. Industria Textil 5. Industria Alimenticia	Roja Purpura Azul
Taninos [48].	Compuestos polifenólicos caracterizado por un núcleo de carbohidratos de los cuales salen hidroxilos esterificados con grupos fenólicos. Normalmente se usan los taninos condensados e hidrosolubles en sus aplicaciones industriales.		1. Antioxidante 2. Pigmento 3. Antiinflamatorio 4. Uso como mordiente en el sector textil	

Figura 16. Continuación

<p>Betalainas [49].</p>	<p>Pigmentos encontrados en frutas y vegetales ubicados principalmente en las vacuolas de tejidos vegetativos, pero también en semillas, hojas, tallos entre otros. Estructuralmente diferente a antocianinas sin embargo cumplen funciones similares. Tiene dos clasificaciones principales</p>		<ol style="list-style-type: none"> 1. Farmacéutico 2. Colorantes 3. Antinflamatorio 4. Antimicrobiano 	<p>Rojo Violeta Amarillo o Naranja</p>
--------------------------------	--	--	---	--

Nota. En esta figura la clasificación de los diferentes tipos de colorantes-pigmentos, la estructura presente en cada uno, sus usos en la industria y las tonalidades que se pueden obtener a diferentes condiciones.

1.4.2. Base textiles y Tintes

Un tinte es un sistema acuoso generado por la mezcla del pigmento junto a la base textil con un máximo de saturación al color de $\frac{50 \text{ g de pigmento}}{\text{kg de base textil}}$ en serigrafía [50]. Por otra parte, la base textil es un sistema comprendido de un ligante, espesante, lubricante, estabilizador de pH y un auxiliar de reología [51] dependiendo de la naturaleza de los productos que lo componen se clasifican como:

Figura 17.

Descripción de los diferentes tipos de bases serigráficas y su aplicación como tintas

Tipo de base	Composiciones y aplicación como tinta
<p>Plastisol</p>	<p>Una suspensión de pequeñas partículas de resina PVC se usa como ligante. Se genera una mezcla de pigmentos y plastisol la cual se aplica al sustrato textil, donde, a medida que la mezcla se calienta se produce una difusión de plastificante en las partículas de PVC, cuando baja la temperatura la mezcla se ha adherido a la superficie del sustrato.</p>
<p>Base agua</p>	<p>Cualquier base que utiliza agua como solvente para permitir la adhesión de los pigmentos al sustrato textil, existen varios tipos de tintas base agua, entre ellas RFU y las HSA, siendo esta última la más reciente, desarrollada con un nuevo tipo aglutinante/espesante para simular un estampado tipo plastisol.</p>
<p>Discharge</p>	<p>Esta base permite fijar pigmentos sobre un sustrato textil base negra, sin perder tonalidad. Se debe al hecho que es una pintura base sal, que corroe y destiñe el color del sustrato, para que los pigmentos se puedan depositar en una base textil de tono más claro.</p>
<p>Foil</p>	<p>También llamado efecto metálico, es una base prefabricada como un adhesivo metálico que se coloca sobre todo el diseño y se fija por medio de una prensa que proporciona calor y fija esta capa metálica sobre el sustrato textil.</p>

Figura 17 Continuación

Glitter	Es una base que utiliza pigmentos de polyester laminado el cual viene en forma de limadura o polvo, lo que causa efectos de brillo sobre el sustrato. Normalmente se usa para envases y tarjetas.
----------------	---

Nota. En esta figura se presenta un resumen de las características y aplicación como tinta de diferentes bases serigráficas Tomado: Evaluación de la resistencia de estampado sobre tela de algodón con tinte natural de estopa de coco (cocos nucifera), 2012, Bases serigráficas.

1.4.3. Sustratos textiles

Es normal que en la industria textil se utilicen diferentes tipos de telas o sustratos textiles, con diferentes fines, ya sea marcar nuevas tendencias de moda, o permitir mayor agilidad y desviación del aire para un deportista [43], la industria se acomoda a las necesidades de sus clientes, aun así, las más implementadas son presentadas en la figura 18.

Figura 18.

Recopilación de diferentes sustratos textil con su origen

Tipo de obtención	Sustrato	Características
Fibras Naturales Son todas aquellas que provienen de un recurso natural tales como animales, vegetales y minerales [43].	Algodón	Proveniente de la familia de las malváceas y con 30 especies. Requiere para su siembra climas áridos con abundantes reservas de agua; luego cuando se presente la apertura de las capsulas, un clima seco ayuda a su crecimiento. Su temperatura optima de crecimiento se sitúa entre los 26 y 28 °C y un pH del suelo entre 6 y 8, Finalmente en su recolecta se tienen problemas de contaminación es por eso que para continuar a un proceso de hilatura pasa por varios procesos de limpieza y prensado que permiten tener una materia prima en condiciones para generar fibras. Iniciado el proceso de realización de fibra al igual que otras materias primas se trabaja con la tensión y torsión. [52].
	Lana	Usada como fibra textil y extraída del recubrimiento de piel de ovino, la cual crece en forma de onda generando rizado. Esta fibra viene acompañada generalmente por impurezas asociadas al metabolismo del animal y a la zona de crianza como suarda y tierra correspondientemente. Dado a esto se encuentran las fibras con valores de rendimiento al lavado que significa la cantidad de lana lavada vs cantidad lana extraída. Características diferenciadoras con otras fibras como la fluencia causada por la orientación de las fibras; sus fibras permiten generar elasticidad, menor cuidado al lavado, No conductibilidad y resistencia a ácidos [53].

Figura 18. Continuación

<p>Fibras Sintéticas: Las fibras textiles cuyo origen es químico o de algún proceso de refinado, tales como cadenas alifáticas, amidas, esteres entre otros. [43] Los más representativos para la industria textil son presentados a continuación.</p>	<p>Nylon</p>	<p>Conocido como poliamida es una cadena de grupos amida unidos a grupos alifáticos que confieren propiedades físicas tales como resistencia a la tracción, Elasticidad y resistencia al frote, resistencia a los insectos y a agentes químicos cuando de la tela se habla [54]. El nylon es de las fibras de más uso actualmente por sus beneficios y su densidad planar baja.</p>
	<p>Poliéster</p>	<p>La Trade Comission USA describe y categoriza la fibra de poliéster como una fibra química cuya sustancia formadora es un polímero sintético de cadena larga que contiene un mínimo de 85% de éster de un diol y ácido tereftalico. Sus beneficios radican principalmente en su baja y casi nula absorción de agua además de su secado y lavado rápido logrando ser por debajo del nylon de las fibras sintéticas más usadas en la actualidad [55].</p>
	<p>Acrílico</p>	<p>Polímero constituido con un mínimo de 85% de acrilonitrilo, con propiedades físicas y químicas en las telas y fibras. Confiere propiedades físicas tales como la resistencia a la abrasión, aislamiento térmico, resistencia a la luz solar por otra parte propiedades químicas entorno a la resistencia a microorganismos y baja absorción de humedad [56].</p>
	<p>Rayón</p>	<p>Fibra proveniente del tratamiento de la celulosa de pulpa de madera, con una estructura química similar a la del algodón que le permite ser absorbente. Esta fibra tiene alta resistencia a insectos y soporta la exposición continuada a la luz solar sin embargo puede ser deformada (cambios en elongación) fácilmente [57].</p>

Nota. En esta figura muestra una recopilación de las telas más implementadas industrialmente y sus principales características, a través de la mirada de diferentes autores.

1.4.4 Solidez al color

Esta propiedad refiere a la capacidad de un tinte en permanecer constante ya sea en tono, saturación o claridad a través del tiempo. Las afectaciones a la calidad son multicausales, ya que dependen del tinte, fibra y cantidad de suplementos textiles, los cuales “reaccionan” distinto considerando el medio en el que se evalué, es así como lavado con cloro, afectación con la luz, lavado casero, fricción con el cuerpo humano y entre la misma prenda, son unas de las pruebas más comunes que se pueden encontrar.

2. ACONDICIONAMIENTO Y CARACTERIZACIÓN DE LA PULPA DE CAFÉ

Se inició la etapa de experimentación con un acondicionamiento, selección y caracterización de la materia prima, es decir la pulpa de café, basado en referentes teóricos, se determinó que las características más representativas para la extracción fueron el grado de maduración [2], [13], la humedad [24], el pH [2], [63], y la acidez titulable [2] de la pulpa.

2.1. Recolección del fruto de café

La ubicación de la recolección y especie son factores cruciales a tener en cuenta, pues delimitan el pretratamiento que es necesario realizar para una extracción óptima, por este motivo, se realizó la recolección únicamente de la especie *Coffea arábica*, en la hacienda “El cascajal” en coordenadas (4.516605, -74.555961), ubicada en el departamento de Cundinamarca, municipio de Apulo, el cual cuenta con temperaturas entre 22 a 33 °C, precipitación entre 47 a 172 mm que varía significativamente dependiendo del mes, humedad promedio de 42% y vientos de velocidad de 3,9 kilómetros por hora durante la mayor parte del año [59]. Gracias a estas condiciones y a que se mantienen aproximadamente constantes durante todo el año, Apulo es un municipio ideal para sembrar todo tipo de cultivos entre ellos, el café de la especie *Coffea arábica*. Una vez obtenido el fruto se realiza el despulpado del mismo, mediante ruta húmeda por parte la hacienda y consecuentemente inicia la caracterización.

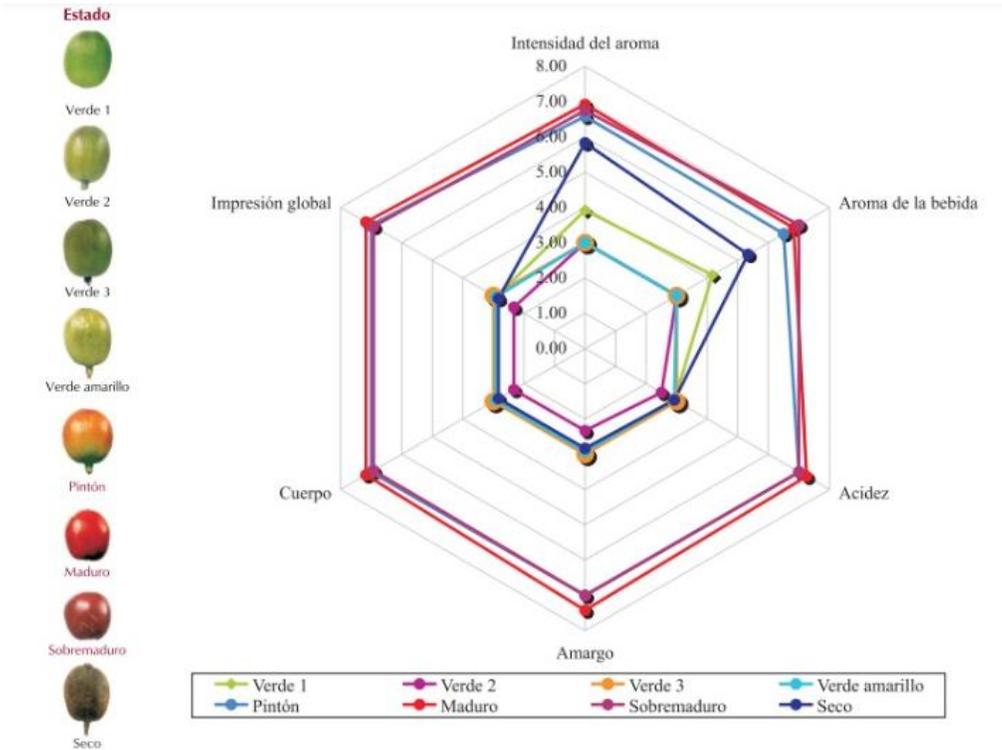
2.2. Grado de maduración del fruto

Para la primera caracterización, hubo una preselección de la pulpa pues se necesitaban únicamente los frutos en estado maduro, para esto se utilizó la carta de color de Cenicafé [60], [61] donde se especifica el nivel de maduración entre otras propiedades del fruto, dependiendo de su color como se muestra en la figura 19. Se separó los frutos maduros y pintones, a estos últimos se les dio un tiempo de maduración extra de un día; al ser un fruto climatérico organoléptico, la pulpa de café tiene la capacidad de continuar el proceso de maduración mejorando sus propiedades como el cuerpo, acidez, intensidad del aroma entre otras presentadas en la figura 19, sin afectar su fisiología.

Por otro lado, este tipo de madurez se presenta después de ser cosechada en un lapso de tiempo máximo de 24 horas, posterior a este inicia la degradación de la misma [61].

Figura 19.

Grado de maduración del fruto



Nota. En esta figura se muestra el grado de maduración del fruto tomando en cuenta su color, y se da a conocer las propiedades organolépticas que tendrá la semilla de café tostado en cada uno de estos casos. Tomado: Cambios físicos y químicos durante la maduración del fruto de café (*Coffea arábica* L. Colombia), 2003, Propiedades organolépticas del café según el grado de maduración.

Figura 20.

Selección realizada previamente a la etapa de experimentación



Nota. En esta figura se observa cómo se recibió la pulpa antes de iniciar con la selección de los granos maduros(A), y el tipo de fruto que se escogió para la extracción(B).

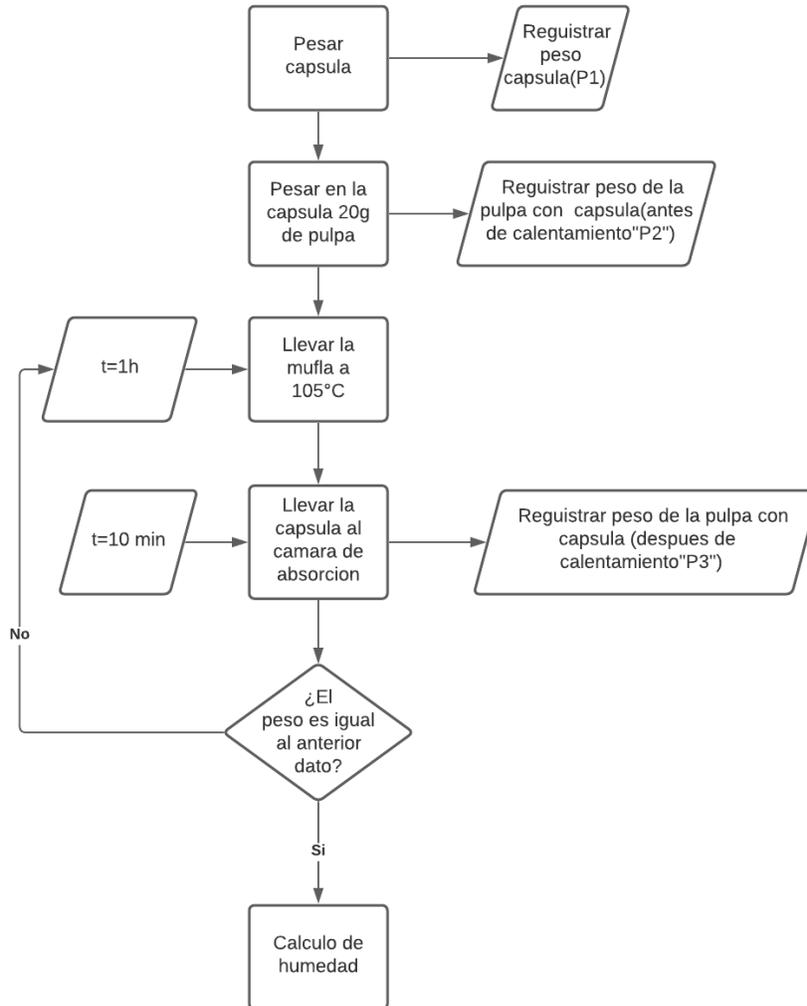
De las muestras que se eligieron se realizó un cuarteo, con el fin de clasificar al azar y se realizaron las siguientes pruebas:

2.3 Humedad de la pulpa de café

Para la humedad se implementó la NTC 2558, la cual presenta el método para encontrar la humedad del café y sus diferentes partes [66] como se muestra en la figura 21.

Figura 21.

Metodología para hallar la humedad con NTC 2558



Nota. En esta figura se esquematiza la metodología de la NTC, para obtener la humedad final.

Se realizó 3 veces el ensayo con diferentes muestras, y obtuvo la respectiva curva de humedad con la ecuación 3, hasta que se observó el punto donde esta llegó a un valor constante con 4 cifras significativas como se puede ver en la figura 22.

Ecuación 3.

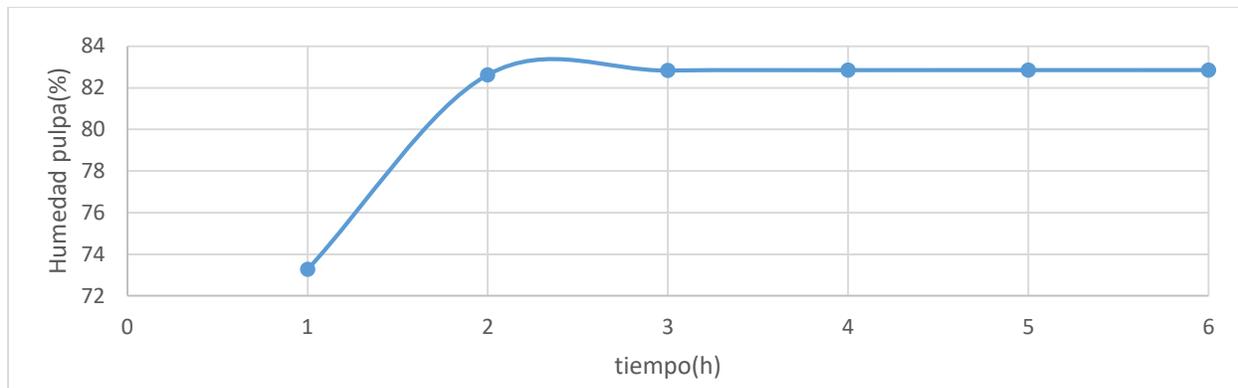
Ecuación para el cálculo de la humedad de las muestras

$$H(\%) = \frac{P2 - P3}{P2 - P1} * 100\%$$

La ecuación para el cálculo de humedad permitió hallar el valor de la misma mediante las masas de la muestra antes y después del respectivo secado efectuado en la mufla a 105°C. Donde P_2 corresponde a la masa de la muestra antes de la iniciar el secado, P_3 es la masa de la muestra después del secado, el P_1 es la masa de capsula seca y H la humedad de la muestra en porcentaje.

Figura 22.

Gráfica humedad promedio de las muestras de pulpa en función del tiempo de secado



Nota. En esta figura se muestra la humedad promedio (%) obtenida de las 3 muestras contra el tiempo de secado en horas.

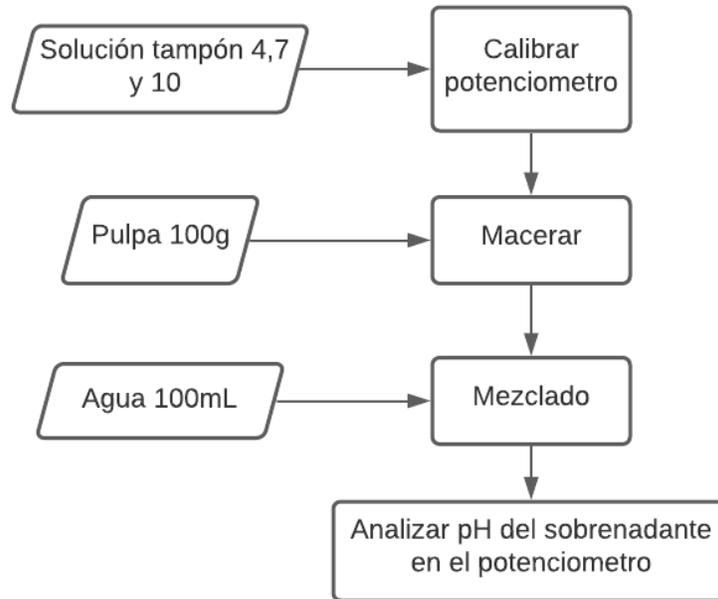
Mediante la curva de secado realizada se evidenció el tiempo en donde la masa se mantuvo constante con 4 cifras significativas debido a la precisión de la balanza analítica, siendo este de 6 horas, por lo tanto, la humedad de las muestras es de $82,85\% \pm 0,23$ correspondiente a este tiempo de secado.

2.4 pH de la pulpa de café

Para el pH de las muestras se implementó la NTC 4592 [63], que permite hallar el pH en muestras de alimentos, la cual fue utilizada para caracterizar pulpa de café en la investigación realizada por Parra *et al.* en 2019 [2].

Figura 23.

Metodología para determinación de pH en muestras solidas NTC 4592



Nota. En esta figura muestra el proceso para hallar experimentalmente el pH de una muestra solida según la NTC 4592

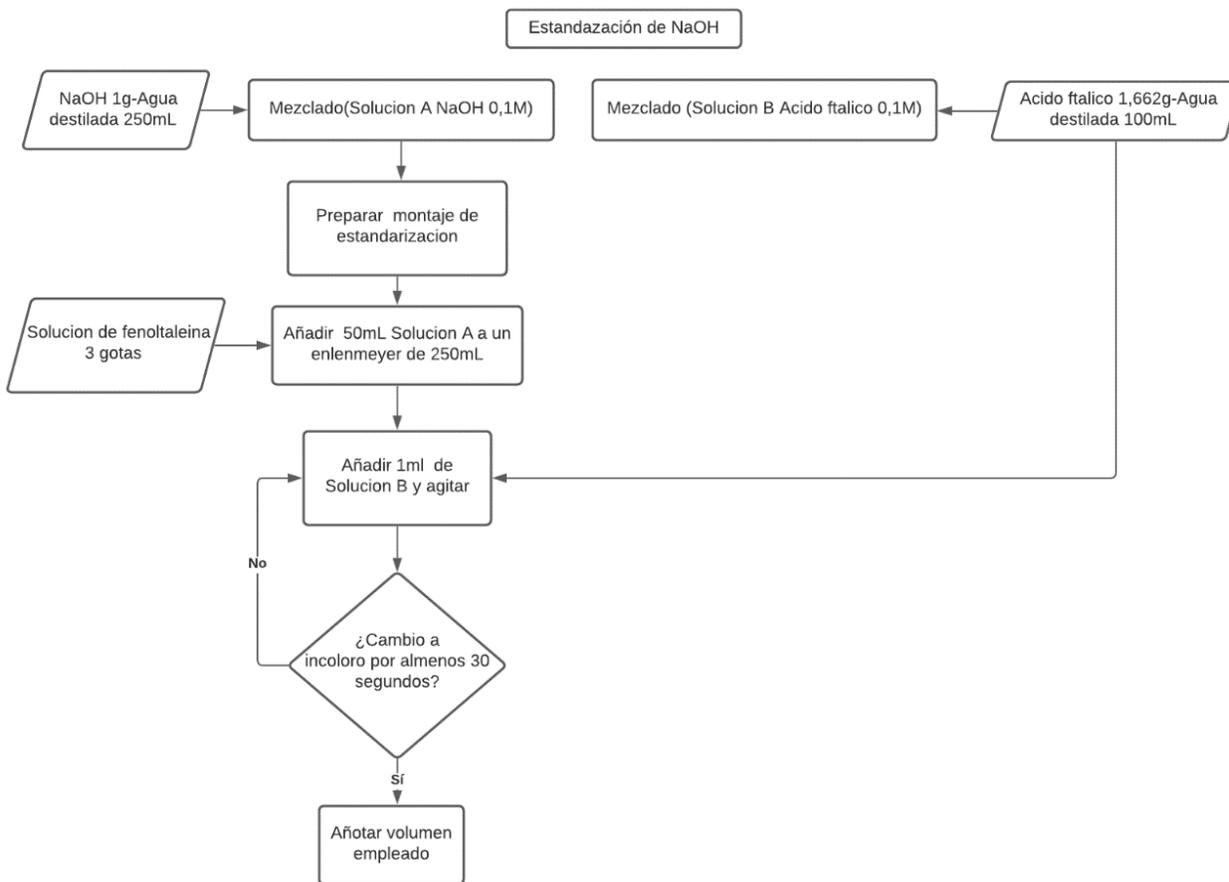
Aplicando la metodología en tres muestras de la pulpa se obtuvo un rango de pH de $4,298 \pm 0,001$, que coincide con el rango en este estado de maduración reportado por Marín *et al.* en 2003 para el estudio de Cenicafé [61].

2.5 Acidez titulable de la pulpa de café

En la determinación de la acidez titulable de las muestras se implementó la NTC 4623, la cual ofrece el método para hallar la acidez titulable de productos solidos [64], para lo cual se siguió el procedimiento mostrado en la figura 25 y se estandarizó la solución de NaOH con el método mostrado en la figura 24.

Figura 24.

Estandarización de hidróxido de sodio a partir de ácido ftálico



Nota. Procedimiento para la estandarización de soluciones de NaOH, a partir de ácido ftálico 0,1M.

Ecuación 4.

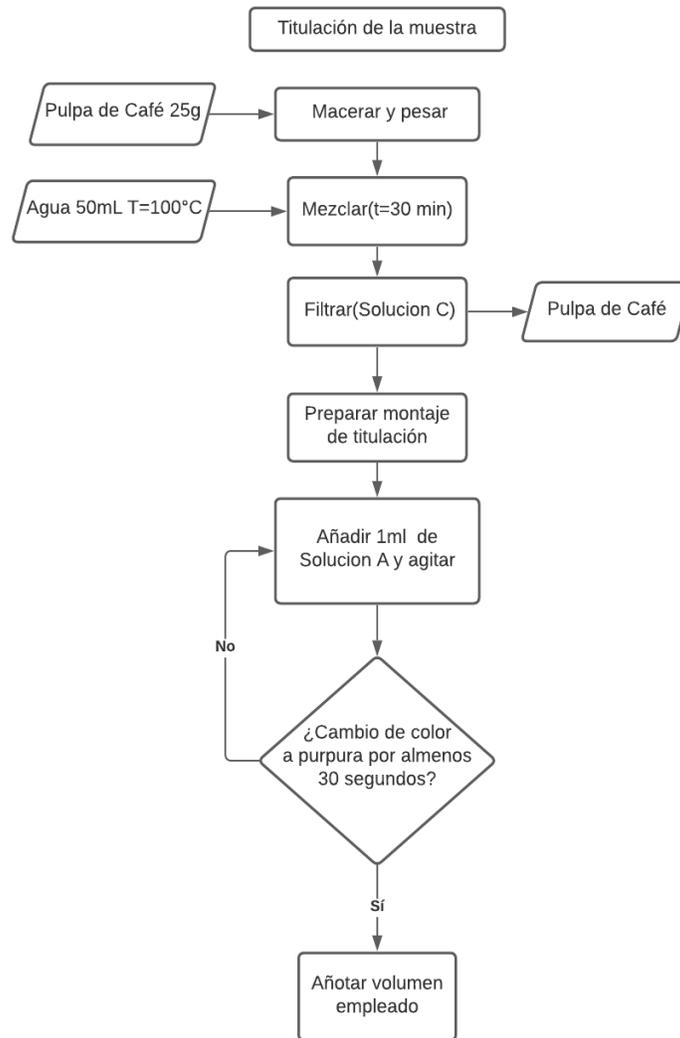
Ecuación de cálculo de concentración de NaOH

$$C1 = \frac{C2 * V2}{V1}$$

Con la concentración exacta de la solución de NaOH, se realiza una correcta titulación, donde C1 corresponde a la concentración de NaOH en molaridad, C2 a 0,1M de ácido ftálico, V1 y V2 al volumen en mL titulado de solución de NaOH y al volumen en mL de ácido ftálico utilizado respectivamente.

Figura 25.

Procedimiento para titulación de muestra a partir de la NTC 4623



Nota. Procedimiento para la titulación de ácidos presentes en muestra de pulpa de café, a partir de NaOH 0,1 M, definido en la NTC 4623.

Ecuación 5.

Ecuación de concentración de iones hidronio en 100mL de solución NTC 4323.

$$C \left(\frac{\text{milimoles } H^+}{100\text{mL}} \right) = \frac{1000 * V1 * C1}{V0}$$

En esta ecuación se calculó la concentración de iones hidronio en la muestra según la NTC 4632, donde C1 es la concentración hallada anteriormente de NaOH en la estandarización, V1 y Vo son el volumen en mL de la muestra y el volumen gastado de solución de NaOH respectivamente.

Una vez determinados los volúmenes de la estandarización de NaOH, se halló la concentración real de NaOH mediante la ecuación 4, para después calcular la concentración de iones con la ecuación 5, obteniendo un rango de $11,44 \frac{\text{milimoles } H^+}{100\text{mL}} \pm 0,02$, valores similares a los reportados por Marín *et al.* en 2003 en su investigación para Cenicafé [61].

3. SELECCIÓN DEL SOLVENTE DE EXTRACCIÓN PARA RECUPERACIÓN DE ANTOCIANINAS A PARTIR DE REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA Y EXPERIMENTALMENTE

En este capítulo se realizó la selección del mejor solvente de extracción, primero eligiendo los 3 mejores mediante referentes teóricos con una matriz Pugh. Posteriormente se generó un diseño de un factor con el solvente como variable categórica para elegir el mejor de los preseleccionados en el paso anterior.

3.1 Matriz para preselección del solvente mediante extracción sólido-solvente

Se realizó una matriz Pugh, con el fin de elegir los 3 solventes que mejor se ajustan a los objetivos del proyecto, basada en la tesis de Ortiz en 2020 [21] y en Regino en 2021 [65], en donde mediante este mismo tipo de matriz se seleccionó el solvente para la extracción de compuestos fenólicos a partir de pulpa de café y corozo respectivamente.

Para la matriz analizada se tuvo como criterios principales, el precio de los solventes como criterio económico, la implementación de estos para la extracción de antocianinas con altos rendimientos, la facilidad de la recuperación del solvente después de la extracción y que perteneciera a el listado de solventes verdes [66] como criterio técnico, su fácil importación de ser necesario y la existencia de normas que regulen su uso principalmente de estupefacientes como criterio legal y finalmente su impacto positivo a nivel ecológico como criterio ambiental.

Para los criterios se asignó el respectivo peso basado en el desarrollo sostenible, por lo cual se da un valor de 4 al ambiental y al técnico con el fin de apoyar estos objetivos y obtener altos porcentajes de recuperación, por otra parte al criterio económico se le asigna un valor de 3, tomando en cuenta un futuro escalamiento a nivel industrial del proceso y al legal de 2 porque aunque sea un criterio altamente regulado en Colombia, se podría controlar fácilmente dentro del desarrollo del proyecto.

Tabla 3.*Matriz Pugh multicriterio para selección de solventes a partir de literatura*

Solventes		Acetona	Metanol	Etanol	Agua destilada	NADES	Glicerol	Lactato de etilo
Criterio	Peso							
Económico	3	"+"	"+"	"+"	"+"	"+"	"-"	"-"
Técnico	4	"-"	"-"	"+"	"+"	"-"	"+"	"-"
Legal	2	"+"	"+"	"+"	"+"	"+"	"+"	"+"
Ambientales	4	"+"	"+"	"+"	"+"	"+"	"+"	"+"
Positivos		9	9	13	13	9	10	6
Negativos		4	4	0	0	5	3	7
Suma general		5	5	13	13	4	7	-1

Nota. En esta tabla se muestra el valor que se le dio a cada criterio y su respectiva calificación en puntos positivos, negativos y total.

3.1.1 Criterios económicos

Para este criterio se tuvo en cuenta el precio por un litro de cada uno de los solventes, donde se encontró que acetona tiene un precio de 87000 COP/L [67], el metanol de 49000 COP/L [68], el etanol de 86000 COP/L [69], el glicerol de a 279241.86 COP/L [70], el lactato de etilo de 189000 COP/L [71], y el agua desionizada de 126000 COP/L [72]. Se definió un peso de 3 a este criterio y se dio un valor positivo si se tenía un precio menor o igual a 150000 COP/L y negativo en caso de que fuera superior.

3.1.2 Criterios técnicos

Para este criterio se tuvo en cuenta 3 aspectos principales, el primero que se haya registrado con anterioridad extracción de antocianinas con estos compuestos, como se puede observar en la tabla 3 todos cumplen este criterio a excepción del lactato de etilo. Segundo que los compuestos pertenezcan a la lista de solventes verdes realizada por Yim *et al* en 2014 [66], en la cual no aparecen la acetona ni el metanol. Finalmente, también se tuvo en cuenta la facilidad de la

recuperación del solvente al final de la extracción, en donde todos los compuestos cumplen el criterio a excepción de NADES [73], donde se no ha demostrado una metodología para recuperación completa del mismo. A este criterio se le asigno un peso de 4, en caso de cumplir todas las propiedades anteriormente descritas se le asigna un valor positivo, en caso de que incumpliera una o más, se le asignaba valor negativo.

3.1.3 Criterios legales

Para este criterio se buscó leyes que restringieran el uso de estos solventes, principalmente leyes de estupefacientes, pero ninguno de ellos tiene restricciones de este tipo en Colombia. A este criterio se le dio un peso de 2, donde si no existe una ley que restrinja su uso se le da un valor positivo, mientras que si existe al menos una ley que lo limite se da un valor negativo. Para este criterio todos los solventes obtuvieron un valor positivo.

3.1.4 Criterios ambientales

Este criterio se basó en los pictogramas y clases de peligros según la GHS [74], principalmente el pictograma de peligro ambiental el cual exhibe si los compuestos presentan algún tipo de peligro ambiental, principalmente acuático, en la revisión realizada en las fichas de seguridad del proveedor de la acetona [67], el metanol [68], el etanol [69], el glicerol [70], el lactato de etilo [71], y el agua desionizada [72], ninguno presenta este pictograma. Se le asigna un peso de 4, en donde al no contener el pictograma anteriormente mencionado se le da un valor positivo, en caso opuesto un valor negativo.

Una vez realizada la matriz se eligió los 3 solventes con mayor puntuación, los cuales fueron etanol con una puntuación de 13, agua destilada con 13 también, seguidos de glicerol con 7, con estos se procede a elegir el mejor experimentalmente.

3.2 Selección del solvente mediante diseño de un factor

Se realizó un diseño experimental de un solo factor por triplicado, con variable de respuesta concentración de antocianinas dadas en mg de cianidina 3-rutonosida/100g de pulpa fresca y variable controlada, el tipo de solvente se basó en los seleccionados en la matriz multicriterio, es decir etanol, agua destilada y glicerol (el etanol y el glicerol se utilizaron la solución acuosa). Para ello se realizó una extracción de 100g de la pulpa fresca con el respectivo solvente con las variables y parámetros que se mencionaran a continuación:

3.2.1 Variables controladas, de respuesta y parametrizadas del diseño para selección del solvente

El tipo de solvente fue la variable controlada que se estudió, siendo esta de tipo categórico , se analizó a partir de las 3 soluciones obtenidas en el literal *Matriz de selección solvente extracción solido-solvente*, es decir, etanol con la condición optima hallada por Parra et al en 2019, 60% p/p en solución acuosa [2], glicerol también en la concentración optima hallada por Kowalska et al en 2021, 65% p/p en solución acuosa [28] y agua destilada [29], acidificadas con ácido clorhídrico al 37% con el fin de aumentar la polaridad de las soluciones y aumentar el rendimiento de extracción[13], [14], [18], [28].

Por otro lado, la concentración de antocianinas fue la variable de respuesta del diseño de experimental y se calculó a partir del método de pH diferencial como esta específico en el numeral 1.2.4.a al igual que como se trabajó en las investigaciones de Parra en 2019 [2], Murthy en 2012 [16] y Prata en 2007 [26], todas enfocadas a extraer antocianinas de la pulpa o exocarpio del café al igual que este proyecto

Para las variables parametrizadas se escogió, la temperatura en 50°C [2], debido a que a una temperatura superior a 60°C se reportó la degradación de las antocianinas en [19], [58]; el tiempo de extracción con un valor de 2 horas, basándose en la investigación de Gorriti en 2009, se cambió los tiempos de extracción de 30 min a 4 horas, llegando a que el tiempo optimo se encontraba entre 2 a 4 para la extracción de antocianinas de maíz morado [24].

También la relación solido-solvente se fijó en un valor de 1:3 p/v basado en el estudio de Parra et al. en 2019, en donde se optimizó este valor mediante un diseño con superficie de respuesta en donde se llegó a que esta era la relación óptima para la extracción de antocianinas de exocarpio de café [2]. Y finalmente el pH a la cual se le asignó un valor de 2 ± 0.05 , debido principalmente al estudio de Ghareaghajlou et al. en 2021, donde se observó la estabilidad de las antocianinas extraídas de col rojo, obteniendo que la mayor estabilidad del color en las antocianinas se presentaba a pH de 2, pues en valores más altos, se iba perdiendo paulatinamente el color y en pH superiores a 4,5 se iniciaba la degradación de la molécula, mientras que en valores inferiores a pH 1, se hidrolizaba la molécula también afectando el color de la misma [58].

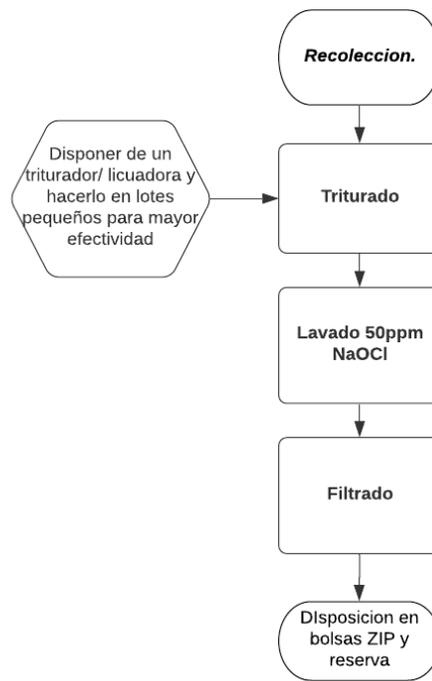
3.2.2 Procedimiento del diseño para selección del solvente

El procedimiento para hallar el mejor solvente se dividió en tres partes principales, la primera el acondicionamiento de la materia prima [33], después la extracción y finalmente la caracterización de la pulpa según la norma AOAC 2005.2.

La pulpa tuvo que pasar por un pretratamiento antes de iniciar la extracción por lo cual basándose en las investigaciones realizadas por Parra et al. [2], primero se realizó un triturado para disminuir el tamaño de partícula con una licuadora, durante un tiempo de 10min y después se realizó una esterilización con una solución de NaOH a 50ppm por 5 min, para finalmente secar la pulpa e iniciar la siguiente fase de la extracción como se demuestra en la figura 26.

Figura 26.

Procedimiento para la preparación de la materia prima antes de la extracción

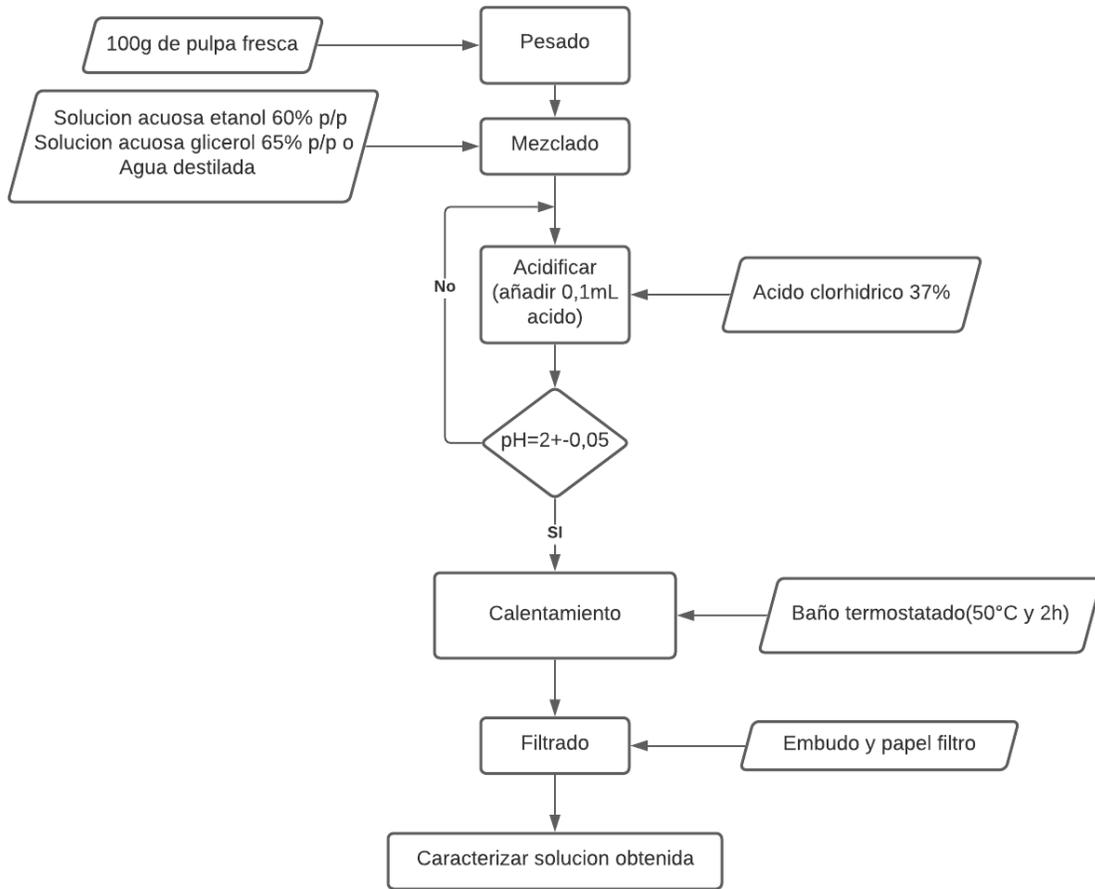


Nota. En esta figura se muestra el esquema necesario para preparación de la materia prima (pulpa de café) antes de la extracción.

Una vez seleccionadas las variables de respuesta, controladas y las que parametrizadas se realiza el procedimiento especificado en la figura 21, para la extracción de las antocianinas.

Figura 27.

Procedimiento de extracción de antocianinas con diferentes solventes



Nota. En esta figura se muestra el procedimiento empleado para la extracción con los solventes de solución acuosa de etanol al 60% p/p, solución acuosa de glicerol al 65% p/p, y agua destilada.

Figura 28.

Extracción con diferentes solventes para el diseño de un factor



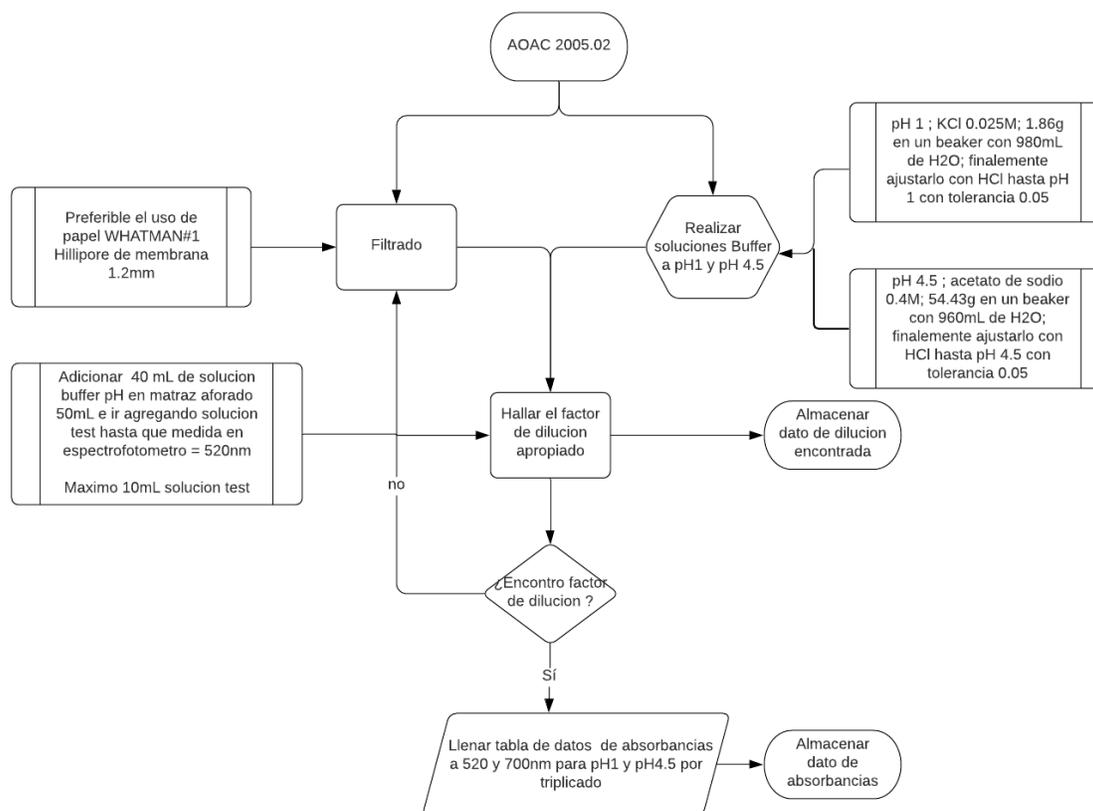
Nota. En esta figura la extracción realizada con los solventes de solución acuosa de etanol al 60% p/p, solución acuosa de glicerol al 65% p/p, y agua destilada, realizado en un baño termostático, equipo proporcionado por Tecnoparque Sena.

Cabe aclarar que la extracción se realizó en schott's con el fin de evitar la pérdida de solvente mediante evaporación, y mantener la presión de vapor controlada gracias a las características del mismo.

Finalmente se realizó la caracterización de las antocianinas de mediante el método de pH diferencial, basados en nuestros referentes teóricos, además de la facilidad del equipo y los costos que implican el uso de otras técnicas con la HPLC y la espectroscopia de masas. Para la metodología se empleó la norma de la AOAC 2005.2 como se muestra en la figura 29.

Figura 29.

Procedimiento norma AOAC 2005.2 para caracterización de antocianinas en una muestra



Nota. En esta figura se muestra el procedimiento empleado para la caracterización y cuantificación de las antocianinas obtenidas en cada muestra mediante la norma AOAC 2005.2

Una vez realizado este procedimiento para todas las muestras, se midió la absorbancia en cada una con las soluciones buffer por duplicado, estos datos están registrados en la tabla 12 del anexo 1, luego se realiza el cálculo correspondiente para cada una, el cual se presenta en la tabla 13 del anexo 1 con el promedio de las muestras y desviación estándar.

3.2.3 ANOVA del diseño para la selección del solvente

El análisis del diseño experimental se realizó mediante la herramienta de ANOVA y el software de Statgraphics [75], donde se obtuvo primero la tabla 4 con el resumen de los datos, el promedio de las 3 muestras, la desviación estándar, la variación de los coeficientes y los rangos de antocianinas obtenidas. Después en la tabla 5, se muestran los parámetros estadísticos más importantes para el análisis de varianza.

Tabla 4.

Resumen de los datos ingresados para el diseño de un factor.

Solvente	Recuento	Promedio	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación	Rango
Agua destilada	3	0,3053	0,0268	8,7699%	0,0464
Sol etanol	3	0,9313	0,0067	0,7187%	0,0116
Sol glicerol	3	0,1004	0,0066	6,6619%	0,0116
Total	9	0,4457	0,3751	84,1677%	0,8463

Nota. En esta tabla se muestra el resumen de los datos obtenidos en cada ensayo con su respectivo promedio, desviación estándar, coeficiente de variación y el rango para cada solvente.

Tabla 5.

Resultados análisis ANOVA en el diseño de un factor para elección del solvente.

Modelo	Concentración de antocianina (SD)
P-valor	0,000
Stnd. Error	0,0164
R-cuadrado	99,86

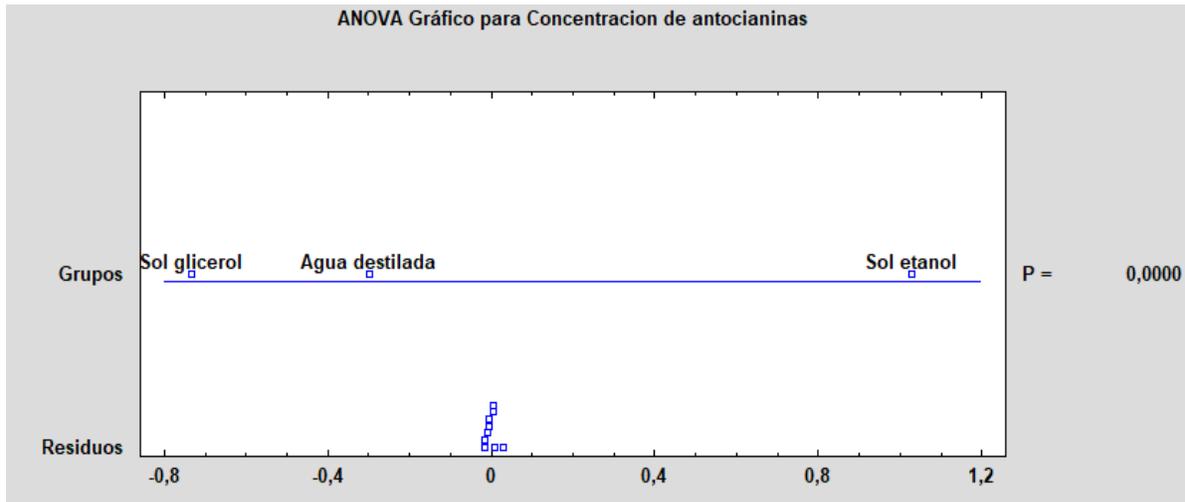
Tabla 5 (Continuación)

Adj. R-cuadrado	99,81
Factor	Establecimiento
Solvente	Sol etanol

Nota. En esta tabla se resume el ANOVA de los datos además de que se muestra la elección del solvente con la mayor cantidad de antocianinas extraídas.

Figura 30.

Gráfico de análisis ANOVA para los solventes elegidos



Nota. Grafica de la dispersión de los puntos mediante el análisis de varianza obtenidos en el programa Statgraphics.

Mediante el análisis de las varianzas se logró obtener en primer lugar, el valor P mostrado en la tabla 5 que al ser un valor inferior a 0.05 logra concluir que todos los puntos son estadísticamente representativos con ajuste de 99,81% y un error total 0,0164. Por otro lado, el análisis predice que el mejor solvente para la extracción como se muestra en la tabla 5 y figura 30 es el etanol a concentración de 60% p/p por lo tanto será el solvente que se implementará para las posteriores extracciones.

4.DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS ÓPTIMOS DE EXTRACCIÓN DE ANTOCIANINAS MEDIANTE DISEÑO COMPUESTO CENTRAL ANALIZADO CON MÉTODO DE SUPERFICIE DE RESPUESTA

4.1 Diseño compuesto central

Un diseño central compuesto es un diseño factorial o factorial fraccionado por punto axiales con el fin de estimar curvaturas [82], para este se selecciona tan solo 5 puntos, uno central, 2 extremos y 2 axiales con menor y mayor valor respectivamente de los límites de la variable estudiada.

Para este capítulo se decide emplear un diseño central compuesto, evaluado con la metodología de superficie de respuesta, debido a que las variables controladas elegidas (Temperatura y tiempo de extracción), permiten obtener los parámetros óptimos para la extracción, como ya fue demostrado con las variables de concentración de etanol y relación soluto-solvente por la investigación de Parra *et al* en 2019 [2].

4.1.1 Variables controladas, de respuesta y parametrizadas del diseño central

La temperatura será controlada para el diseño, se establece que estará entre un rango de 40 a 70°C, basándose en los valores de temperatura para extracción de antocianinas previas realizadas por Ghareaghajlou *et al.* en 2021 [58], Anuyahong *et al.* en 2020 [29] y Moirangthem *et al.* en 2021 [37], donde se trabajó con estas condiciones obteniendo los mejores resultados de extracción. Por otra parte, al ingresar este rango de valores al programa Statgrafics, el modelo exige que se realicen los respectivos ensayos por triplicado con los valores mostrados en la tabla 6.

Tabla 6.

Temperaturas del diseño central compuesto.

Posición	- α	n-1	N	n+1	+ α
Valor (°C)	33,78	40	55	70	76,21

Nota. En esta tabla se presenta las temperaturas seleccionadas por el programa Statgrafics para el diseño compuesto central.

El tiempo también se eligió como una variable controlada, basándose en la investigación de Gorriti en 2009 [24], donde se observó que los tiempos óptimos para la extracción de antocianinas del maíz azul, estaban ubicados entre 2 a 4 horas, por lo tanto, se decidió trabajar con mismos intervalos de tiempo.

Tabla 7.

Tiempos para el diseño central compuesto

Posición	$-\alpha$	n-1	N	n+1	$+\alpha$
Valor (h)	1.58	2	3	4	4,42

Nota. En esta tabla se presenta los tiempos seleccionados por el programa Statgrafics para el diseño compuesto central.

Nuevamente la concentración de antocianinas, será la variable de respuesta para cada uno de los ensayos, y se medirá en cada extracción mediante la norma AOAC 2005.2.

Para el diseño central compuesto que se realizó en este capítulo, se tienen al igual que para el capítulo 3 ciertas variables con justificación bibliográfica y/o teórica de otras investigaciones con el fin de cumplir en cronograma y expansión del diseño central compuesto, las variables parametrizadas son relación sólido solvente y pH del capítulo 3. Además de que como se describió en este capítulo, el solvente con mayor cantidad de antocianinas recuperadas es la solución acuosa de etanol al 60%, bajo esta condición se realizarán y evaluarán por medio de un diseño central compuesto las variables de temperatura y tiempo.

4.1.2 Procedimiento del diseño central

El pretratamiento y extracción necesario para este diseño de experimentos se desarrolla en ***Procedimiento*** en el capítulo 3, tanto solo cambia que en los ensayos se emplea como solvente la solución de etanol a 60% p/p, y se cambia temperatura y tiempo según los ensayos sugeridos en el programa Statgrafics.

A continuación, se muestra el proceso experimental realizado para el filtrado de la solución obtenida después de la extracción figura 31, y la cuantificación de las antocianinas en la figura 32.

Figura 31.

Filtrado de muestras con papel Whatman #1.



Nota. En esta figura se muestra el proceso de filtrado y las muestras después de pasar por dicho proceso. El proceso de filtrado, lado izquierdo “a” y lado derecho “b”, mediante un embudo, un erlenmeyer y un papel filtro Whatman #1, con el fin de asegurar que no absorba color de la muestra en el papel, pero si se eliminan micro y macropartículas que no contengan las antocianinas [16].

Figura 32.

Cuantificación de antocianinas con a diferentes pH



Nota. En esta figura se muestra las soluciones de antocianinas con un factor de dilución de 5, con las soluciones de pH de 1(A) y pH de 4,5(B).

La cuantificación se llevó a cabo realizando las soluciones que se observan en la figura 32, para después analizarlas en el espectrofotómetro de luz visible a las longitudes de 520nm y 700nm. Como se puede observar la solución con pH 1(A) debe tener un color más intenso que la solución a pH de 4.5(B), ya que la estructura de la aglicona a pH de 4.5 cambia a una base quinoidal para mantener su estabilidad, lo cual cambia el color de la molécula de rojo a naranja [58].

Una vez realizado el procedimiento descrito para todas las muestras a diferentes temperaturas y tiempos de extracción, correspondientes al diseño central compuesto, se midió la absorbancia en cada una con las soluciones buffer por duplicado, estos datos están registrados en la tabla 14 del anexo 1, luego se realiza el cálculo correspondiente para cada una, el cual se presenta en la tabla 15 del anexo 1 con el promedio de las muestras y desviación estándar.

4.1.3 Superficie de respuesta del diseño central

Mediante este método se presentan los resultados obtenidos del diseño central compuesto, realizado con 30 ensayos por triplicado con las temperaturas y tiempo presentadas anteriormente.

Tabla 8.

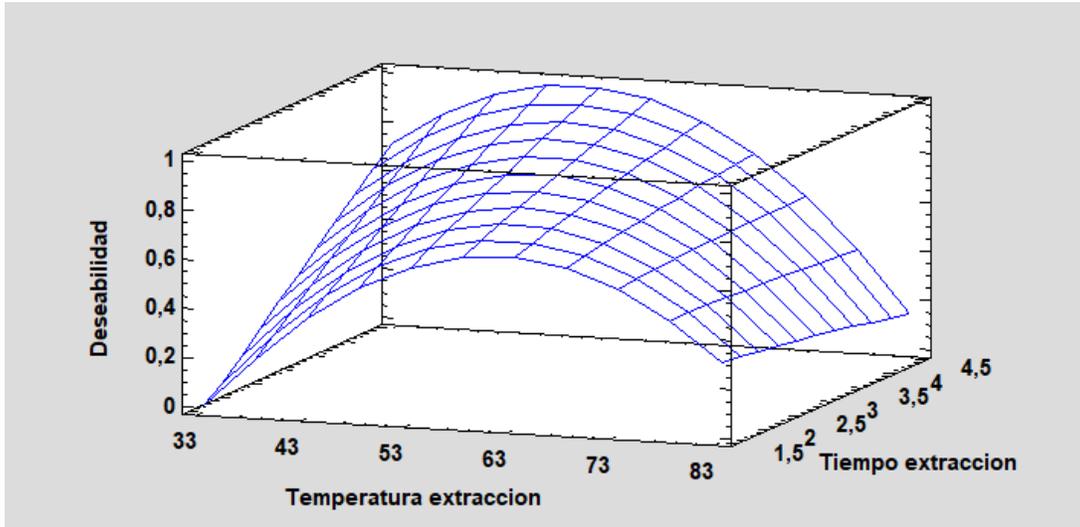
Resumen de resultados por el programa Statgrafics para el diseño central compuesto

Modelo	Concentración antocianinas
P-valor	0,000
Std. Error	0,1199
R-cuadrado	76,41
Adj. R-cuadrado	68,91
Factor	Establecimiento
Temperatura extracción	51,5589
Tiempo extracción	4,4142

Nota. En esta tabla se resumen las variables del diseño central compuesto y los valores optimizados de la temperatura y tiempo.

Figura 33.

Gráfico de superficie de respuesta con las variables de temperatura y tiempo de extracción contra la deseabilidad.



Nota. Gráfico de superficie de respuesta de la temperatura y tiempo de extracción contra la deseabilidad obtenido a partir de los ensayos de experimentación con sus respectivas replicas en el programa Statgrafics.

Donde en el eje z se presenta la deseabilidad del sistema correspondiente al valor de antocianinas con respecto al valor máximo obtenido en la experimentación, el eje x la temperatura de extracción en grados Celsius y el eje y el tiempo de extracción en horas.

A partir del análisis realizado por el programa presentado en la tabla 8, se genera el valor P de 0 que al ser menor 0.05 predice que todos los datos son estadísticamente significativos. Seguido se obtienen los valores óptimos para la temperatura y tiempo de extracción como 51,5589 °C y 4,4142 horas respectivamente.

Tabla 9.

Efecto de las variables en la concentración de antocianinas.

Efecto	Estimado	Error Estd.
Promedio	0,8076	0,0489
A: Temperatura extracción	0,0766	0,0489
B: Tiempo extracción	0,2331	0,0489
AA	-0,3724	0,0647

Tabla 9. Continuación

AB	-0,1758	0,0692
BB	-0,009	0,0647
Bloque	-0,0023	0,0619
Bloque	-0,0069	0,0619

Nota. La presente tabla presenta el valor de los respectivos paretos para las variables de temperatura y tiempo al cuadrado, y su interacción con el error estándar reportado por Statgrafics.

Ecuación 6.

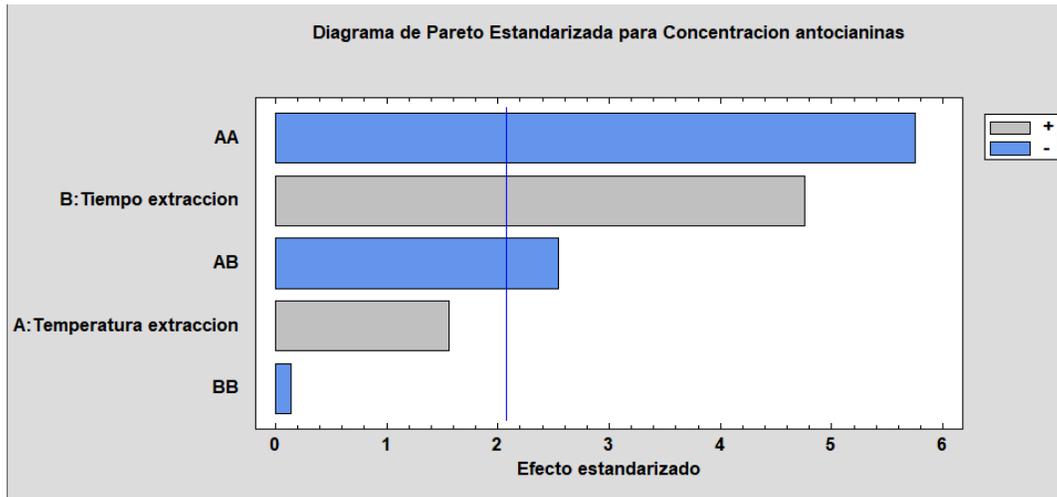
Ecuación para el cálculo de la concentración de antocianinas a partir de la temperatura y tiempo de extracción.

$$Ca = -0,3724T^2 - 0,009t - 0,1758Tt + 0,0766T + 0,2331t - 0,0092$$

Donde Ca es la concentración de antocianinas en mg de antocianinas/ 100g de pulpa fresca, T es la temperatura de extracción en °C y t en el tiempo de extracción en horas, obtenida a partir del programa Statgrafics.

Figura 34.

Diagrama de Pareto estandarizado para concentración de antocianinas.

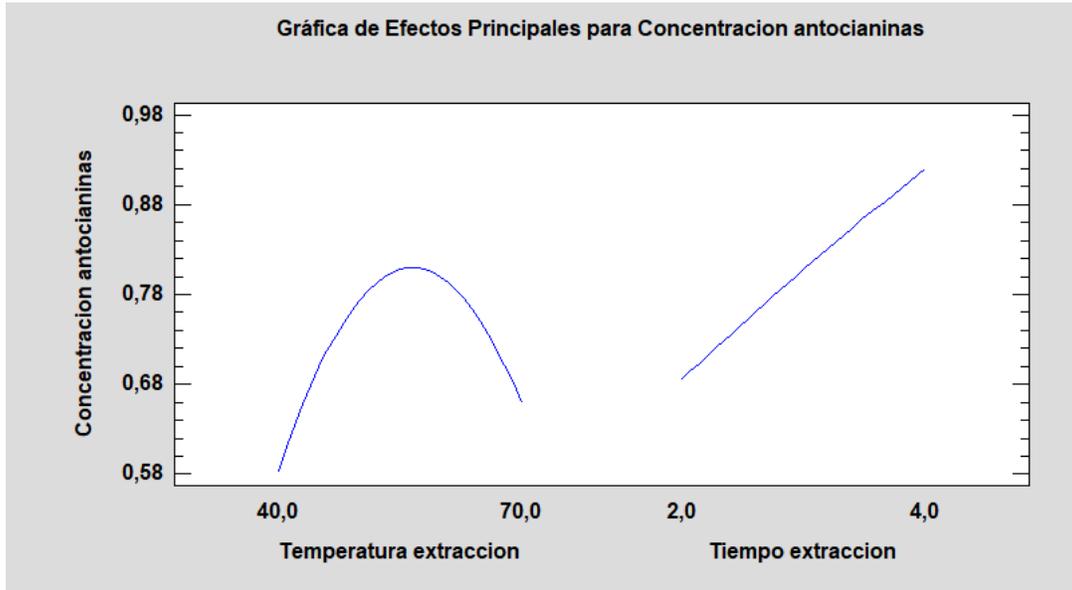


Nota. En esta figura se presentan los paretos para las variables de temperatura y tiempo al cuadrado, y su interacción reportada por Statgrafics, donde al ser azul representan un impacto negativo y al ser gris un impacto positivo sobre la concentración de antocianinas.

Un Pareto representa el 90% de los defectos, problemas o complicaciones de un proceso, provocado por el 10% de los causales [82], con este se busca encontrar la variable que tiene mayor impacto en el diseño, en este caso sobre la extracción de antocianinas. Para los ensayos realizados la variable del tiempo es el valor que tiene mayor impacto positivo sobre la recuperación de antocianinas, mientras que la variable de temperatura al cuadrado es la tiene mayor impacto negativo.

Figura 35.

Grafica de efectos principales para la concentración de antocianinas.



Nota. En esta figura se puede observar el efecto de las variables de temperatura y tiempo, siendo la temperatura una variable con tendencia cuadrática, mientras que el tiempo una variable con tendencia lineal.

Se puede afirmar que el valor optimizado de la temperatura es un valor coherente, puesto que existen varias investigaciones que confirman que las antocianinas empiezan su degradación a los 60°C [29], [58], lo cual también explica el impacto negativo del *pareto* temperatura al cuadrado en la tabla 9 y la figura 34, y la tendencia cuadrática en la figura 35, por lo que las extracciones con valores de temperatura superiores a 51,5589 °C tienen eficiencia de extracciones menores.

Mientras que la variable del tiempo al ser de 4,4142 horas, con un impacto positivo en la concentración de antocianinas como se muestra en la figura 34 y con una tendencia lineal mostrada en la figura 35, representa que se puede aumentar el tiempo para mejorar la recuperación.

4.2 Concentración de la solución de antocianinas obtenidas

4.2.1. Selección del método de concentración para la solución de antocianinas

La extracción de antocianinas fue lograda con el uso de la solución acuosa de etanol al 60% p/p, luego del filtrado se logra conseguir una mezcla solvente, antocianinas y otros compuestos

presentes en la pulpa de café como fue presentado en *Extracción solido-liquido*. Aun así, para aplicaciones posteriores, es necesario concentrar el extracto obtenido con el fin de que el solvente no perjudique la aplicación final y aumente el tono. Esta situación contempla la necesidad de utilizar un equipo o un método que concentre la solución de antocianinas.

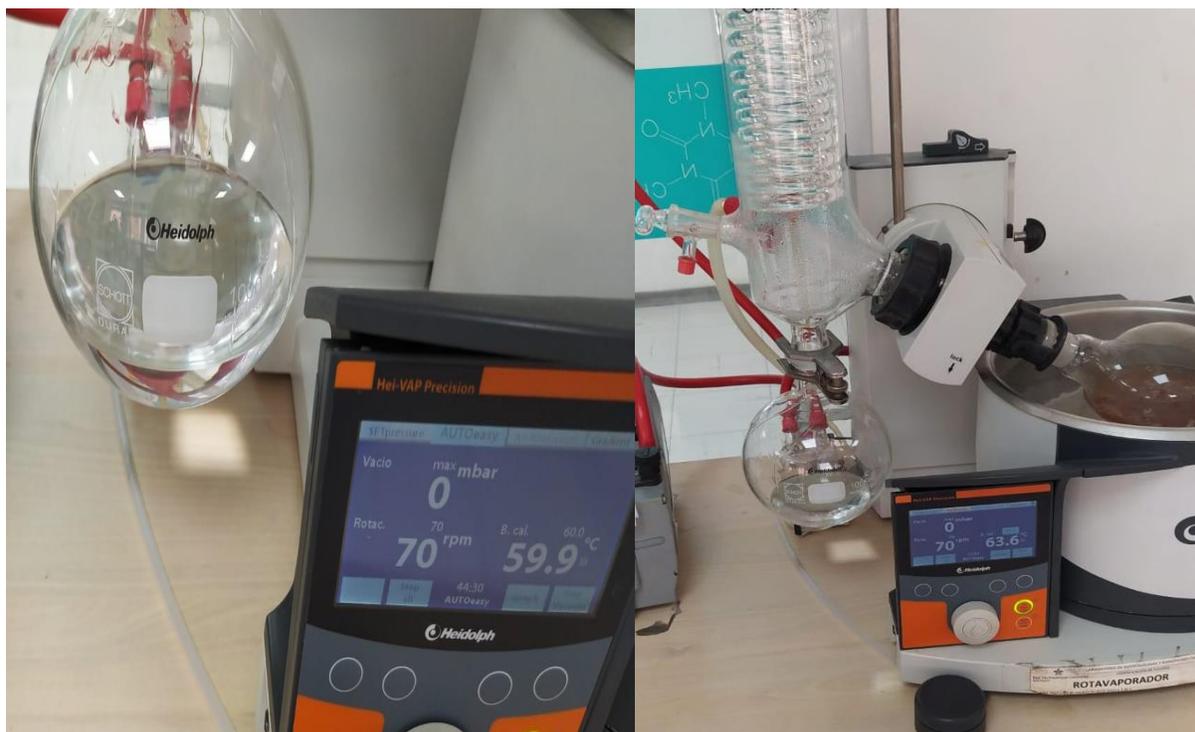
Tecnoparque Sena tiene entre su variedad de equipos disponibles un rotavapor, equipo que permite hacer una destilación y recuperación de solventes con presión de vacío para evaporar el etanol sin superar la temperatura de degradación de las antocianinas es decir 60°C [58] y que además ya se había empleado en las investigaciones de Prata en 2007 [26] y Jaisan 2015 [38] para el mismo fin.

4.2.1.a Rota evaporación. El rotavapor está integrado por 3 secciones, baño calefactor, estructura de soporte y conjunto de vidrio. Este tipo de equipo tiene varias aplicaciones industriales, las más relevantes son categorizadas en; concentraciones de extractos naturales para obtención de aceites; Producción de sustancias activas como cristales y vacunas. Finalmente, su uso como instrumento para recuperar solventes.

Según Büchi, marca y empresa diseñadora de este equipo, el rotavapor es un equipo de laboratorio que separa solventes por destilación con ayuda de una bomba de vacío y un sistema que hace rotación al matraz con la muestra [83]. La presión de vacío actúa para disminuir el punto de ebullición de una sustancia y lograr una separación sin un alto requerimiento calorífico, por ello las sustancias que son fácilmente degradables a altas temperaturas como es el caso de las antocianinas, son idealmente separadas por este equipo a presiones de vacío.

Figura 36.

Separación de solvente del extracto experimentalmente.



Nota. Esta figura muestra el proceso que se empleó para la concentración del extracto evitando la degradación de antocianinas. Donde el lado izquierdo “e” tiene el recuperado de solución etanólica y el lado derecho “f” tiene el extracto de antocianinas concentrado, realizado en un rotaevaporador, equipo proporcionado por Tecnoparque Sena.

De esta manera se empleó el roto evaporador a una presión de 0 mbar, $60 \pm 2^\circ\text{C}$ y 70 rpm en el equipo, hasta una concentración de $25,067 \pm 0.56$ gramos de pigmento por cada litro de solución concentrada, hasta obtener el concentrado que se logra ver en la figura 36.

Figura 37.

Pigmento obtenido de la solución concentrada de antocianinas.



Nota. En esta figura se puede observar el color del pigmento obtenido después del proceso realizado con el rota evaporador. En donde el lado izquierdo “g” tiene la solución total recuperada y el lado derecho “h” es una muestra del contenido general del frasco.

5.APLICACIÓN DEL PIGMENTO RECUPERADO DE LAS ANTOCIANINAS EN SERIGRAFÍA MANUAL

5.1 Método de aplicación del pigmento de antocianinas obtenidas

La serigrafía es de las técnicas más antiguas para depositar un tinte sobre varios tipos de sustratos, evolucionando en la técnica y en los insumos, a continuación, una descripción de las condiciones, técnicas entre otras.

La palabra serigrafía proviene del griego Serikós que significa seda y Graphé cuya definición es escribir o dibujar. Esta técnica no tiene un origen definido ya que desde la antigüedad varias culturas la han utilizado para fines variables, como la japonesa en aplicaciones textiles, los nativos de las islas fidji para generar estampados en cueros o en la edad media para estampar naipes de juego y en pinturas religiosas [84]. Tiene aplicaciones que llegan a la actualidad en industria cerámica, de vidrios, alimenticia y claramente la textil.

La serigrafía utiliza una matriz de marco con una malla tensionada, la cual está abierta al paso en ciertas zonas, por donde la tinta cruza y logrando la “imagen a imprimir”; La tinta es depositada en la superficie de la malla para posteriormente ser arrastrada y presionada por una espátula de goma llamada racleta, depositándose sobre el sustrato textil. [84] Existe variedad de tintas y sustratos sin embargo este documento comprende los dirigidos al sector textil.

5.1.1 Selección de la técnica serigráfica

Existen una gran variedad de clasificaciones que se realizan a la serigrafía textil, en este caso se utilizara la clasificación por aplicación es decir manual, semiautomática y automática, como se muestra a continuación.

1.4.2.a Serigrafía manual. Esta técnica es la de mayor uso artesanal, se necesita de un marco, malla, raspador, tinta y el sustrato textil. [42] Se realiza aplicando presión sobre la malla por medio del raspador, traspasándose la tinta al sustrato por la superficie abierta de la malla. Se debe cambiar

de malla por cada tono que se esté sobreponiendo en el sustrato para evitar la combinación de los mismos. Posteriormente se fija la tinta al sustrato con temperatura (termofijado) [84].

1.4.2.b Serigrafía Semi-Automática. Esta técnica trabaja bajo el mismo principio de presión sobre una malla de la serigrafía manual, este tipo de serigrafía se diferencia principalmente por el uso de una máquina que fija y aplica 1 solo tono a la vez, con presión homogénea sobre la superficie textil, para posteriormente realizar el termo fijado del tono o a la mezcla de tonos[42], [50]. Este método aumenta la velocidad de aplicación sin embargo el cambio de tono y la ubicación de la prenda o sustrato textil debe ser realizada por elemento humano.

1.4.2.c Serigrafía Automática. La automatización total del proceso se logra ubicando una cadena de pulpos automáticos en círculo [50] donde los marcos están fijos con los tonos y se mueven alrededor del eje las bases con el sustrato textil; De esta manera se logra ubicar varios tonos sobre la prenda o sustrato textil [42].

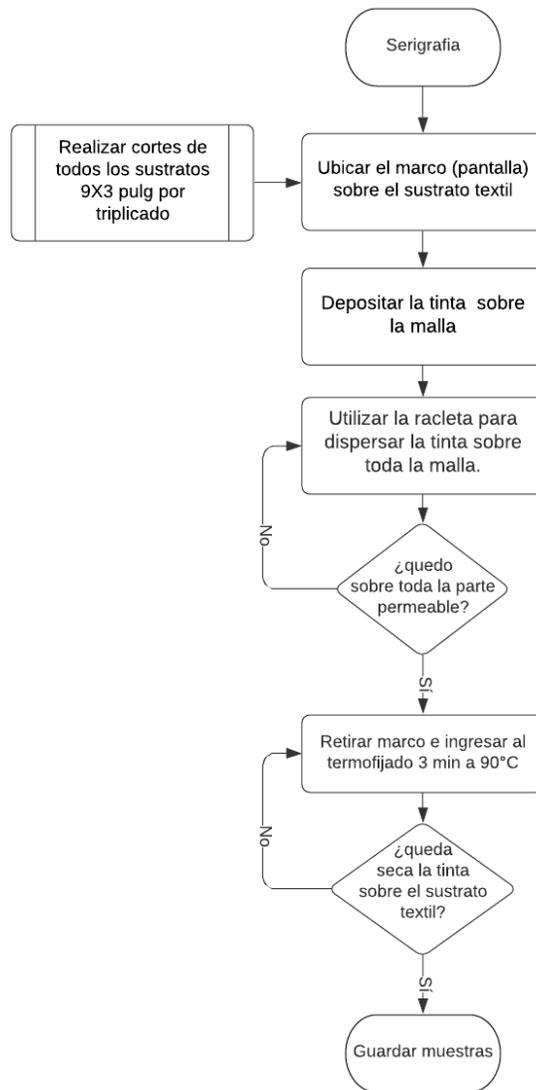
5.1.2 Serigrafía manual

La serigrafía manual es una técnica que tiene su origen en la antigüedad, caracterizada por su sencillez en la ejecución, pocos materiales y calidad del producto final en sustratos textiles, metálicos entre otros especificado en el literal *Serigrafía textil* en el capítulo 1, en este caso la aplicación en serigrafía se realizara mediante esta técnica, por su sencillez y bajo costo.

En la figura 38, se presenta el procedimiento utilizado para lograr la fijación de la tinta textil, preparada partir de una base agua con el pigmento obtenido anteriormente y una malla serigráfica de 50mm utilizada para el correcto traspaso de la tinta a través de la malla con el diseño implementado.

Figura 38.

Procedimiento para la aplicación de serigrafía manual.



Nota. En esta figura se muestra el procedimiento empleado para la aplicación y fijación de la tinta en diferentes sustratos textiles.

Figura 39.

Aplicación experimental de la tinta mediante la malla serigráfica.



Nota. Aplicación mediante serigrafía manual de la tinta realizada con el pigmento obtenido de antocianinas y una base textil de tipo agua. realizado en el laboratorio textil.

5.2 Estudio del desempeño mediante diseño de un factor evaluado con solidez al color

5.2.1 Variables controladas, de respuesta y parametrizadas del diseño para elección del sustrato textil

Para evaluar la fijación del tinte se emplea un diseño de un factor cambiando el tipo de sustrato textil, y para analizarlo se usa la herramienta estadística ANOVA en el programa Statgrafics.

La variable del sustrato textil es de tipo categórica y fue controlada variando el tipo de tela o sustrato entre algodón, rayón, poliéster y nylon en composición del 100%, elegidas debido a la implementación de este tipo de telas en específico en el sector textil colombiano [3].

Como se mencionó en *Base textil y Tinte*, existen una gran cantidad de bases textiles que se pueden utilizar para la aplicación de pigmentos en serigrafía, pero tomando en cuenta las características del pigmento y las recomendaciones del proveedor de la base, se decide emplear una base tipo agua, debido a que permite la correcta dilución del pigmento en la base y colores más intensos por la fuerte interacción entre los dos [51], de esta manera la variable se parametriza.

Para el pigmento que es otra variable parametrizada con un valor 50g/kg de base textil, es necesario tener concentrado la mayor cantidad de antocianinas, de tal forma que el diseño de un factor sea con la misma muestra de pigmento. El tono generado por las antocianinas se debe a la concentración en la que se encuentra el pigmento, ya que, bajo el tipo de purificación desarrollada hay un punto donde no se logra extraer una cantidad significativa de extracto.

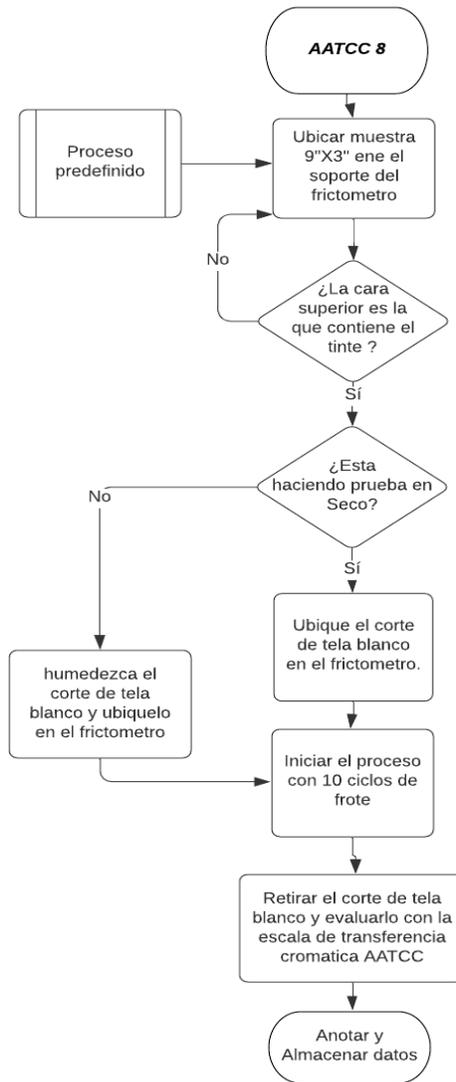
Finalmente, la solidez al color fue nuestra variable de respuesta y se evaluarán mediante la solidez al color regido bajo las normas AATCC 8 y 61 que son explicadas a continuación.

5.2.2. Introducción a la norma AATCC 8

Esta prueba está diseñada para determinar la cantidad de color que se transfiere de una muestra de tela a otra y su metodología consiste en frotar la tinta de la muestra a evaluar con un corte de tela sin proceso de tintura, primero en seco y luego humedecido; finalmente evaluar la transferencia de color en la escala de transferencia cromática de la AATCC [85]. Considerar que para todo tipo de prueba textil es necesario cumplir con las normas ASTM D-1776 de “acondicionamiento de textiles para pruebas”. Bajo esas consideraciones se presenta a continuación las pruebas.

Figura 40.

Esquema de la norma AATCC 8 para el ensayo de solidez.



Nota. Procedimiento para la realización de solidez al frote en cualquier sustrato y acabado textil.

Figura 41.

Frictometro avalado por la norma AATCC 8.



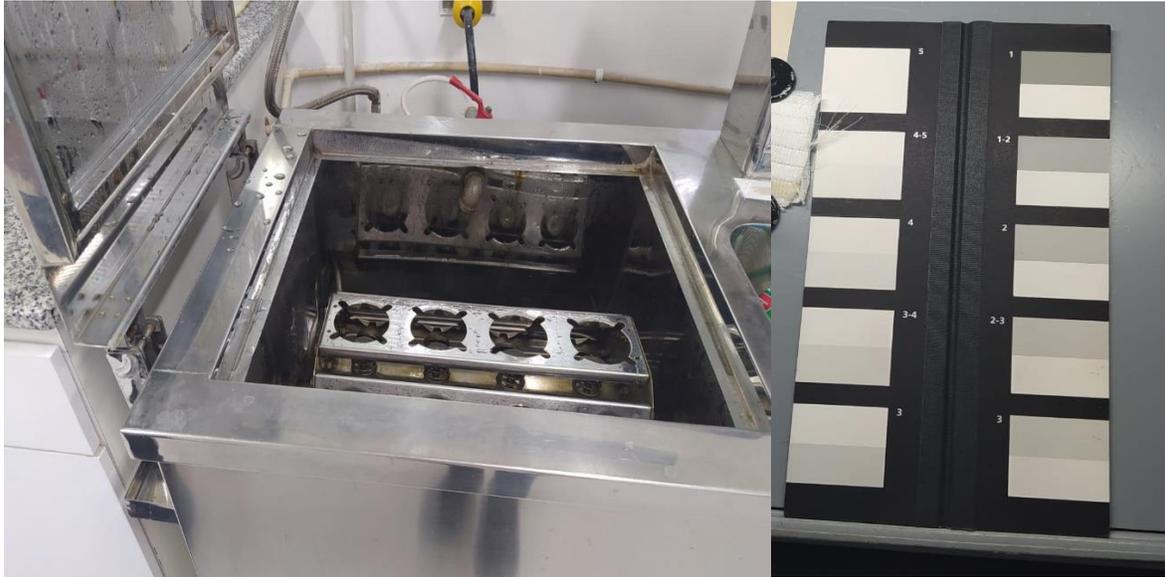
Nota. En esta figura se observa el Frictometro utilizado para la realización de los ensayos de solidez al frote de las muestras, realizado en el laboratorio textil.

5.2.3 Introducción a la norma AATCC 61

La resistencia de un tinte a lavado constante es de las pruebas más exigentes de calidad en cuanto a tintas y acabados textiles se refiere, debido a que se espera que los tonos perduren después de constantes lavados caseros. Bajo esta condición se crea una metodología que se basa en mezclar detergente neutro, agua, sustrato textil y esferas metálicas en un recipiente que pueda ser influenciado por la temperatura en un tiempo determinado. Con estas condiciones se simulan varios lavados caseros (10) [86]. Finalmente, y al igual que con la norma AATCC 8 se evalúa con la escala de grises de transferencia cromática AATCC.

Figura 42.

Equipo y escala de grises utilizadas para evaluación de la norma AATCC 61.



Nota. En esta figura se muestra en el lado izquierdo “i” el equipo utilizado para el lavado y el lado derecho “j” la escala de grises utilizados para la evaluación de la norma AATCC 61, realizado en el laboratorio textil..

5.2.4 Procedimiento del diseño para elección del sustrato textil

Para el procedimiento se aplica la metodología explicada en la figura 40, pero como se definió anteriormente se cambia el tipo de sustrato textil entre algodón, rayón, poliéster y nylon, obteniendo los diseños mostrados en la figura 41 y 42.

Figura 43.

Serigrafía textil manual con el pigmento obtenido en algodón y poliéster.



Nota. En esta figura se muestra la aplicación con serigrafía manual de la tinta, en algodón (A) y poliéster(B).

Figura 44.

Serigrafía textil manual con el pigmento obtenido en nylon y rayón.



Nota. En esta figura se muestra la aplicación con serigrafía manual de la tinta, en nylon(A) y poliéster(B).

Posteriormente, se midió la solidez de color al frote húmedo y seco, y la solidez al color al lavado casero de cada uno de los sustratos textiles anteriormente mencionados, evaluándolos con la escala de grises con las normas AATCC respectivas, presentando los resultados en tabla 16, tabla 17 y tabla 18 del anexo 1.

5.2.5 ANOVA del diseño de un factor para la elección del sustrato textil

A continuación, se presenta la información obtenida del análisis del diseño de un factor con ANOVA, en donde se evaluaron 3 diferentes variables de respuesta, solidez al lavado, solidez al frote húmedo y seco, mediante escala de grises como se explicó en *Evaluación norma AATCC 8* y *Evaluación norma AATCC 61*.

Tabla 10.

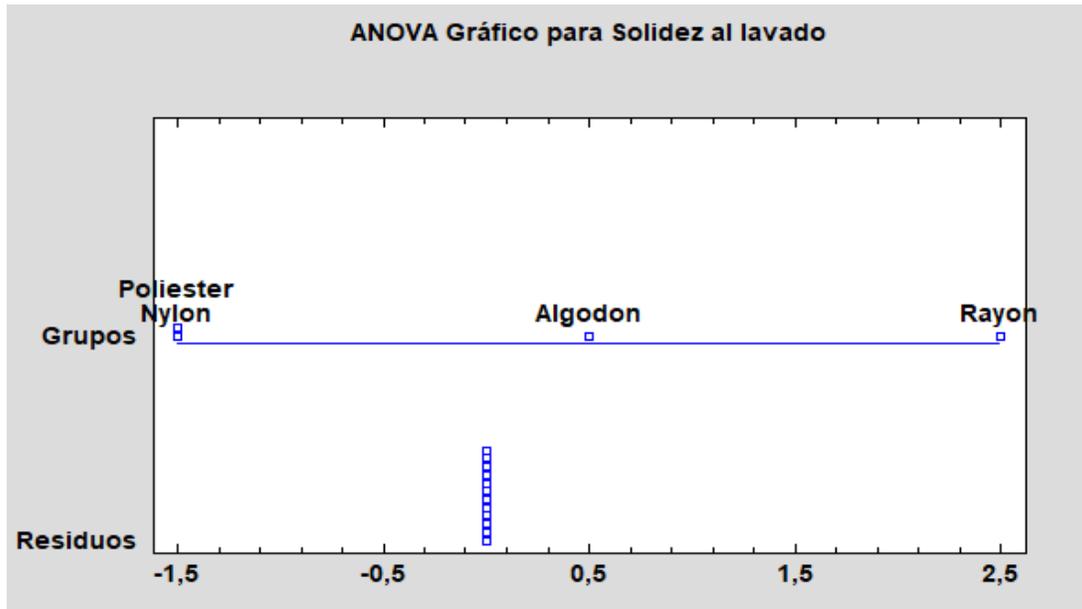
Resumen de datos del ANOVA para cada tipo de solidez.

<i>Modelo</i>	<i>Solidez al lavado (SD)</i>	<i>Solidez al frote(seco)(SD)</i>	<i>Solidez al frote(húmedo)(SD)</i>
P-valor	0.000	0.000	0.000
Stnd. Error	0,0	0,0	0,0
R-cuadrado	100,00	100,00	100,00
Adj. R-cuadrado	100,00	100,00	100,00

Nota. En la tabla se presenta el resumen de los parámetros de valor P, error estándar y ajuste de R cuadrado obtenidos por ANOVA en el programa Statgrafics.

Figura 45.

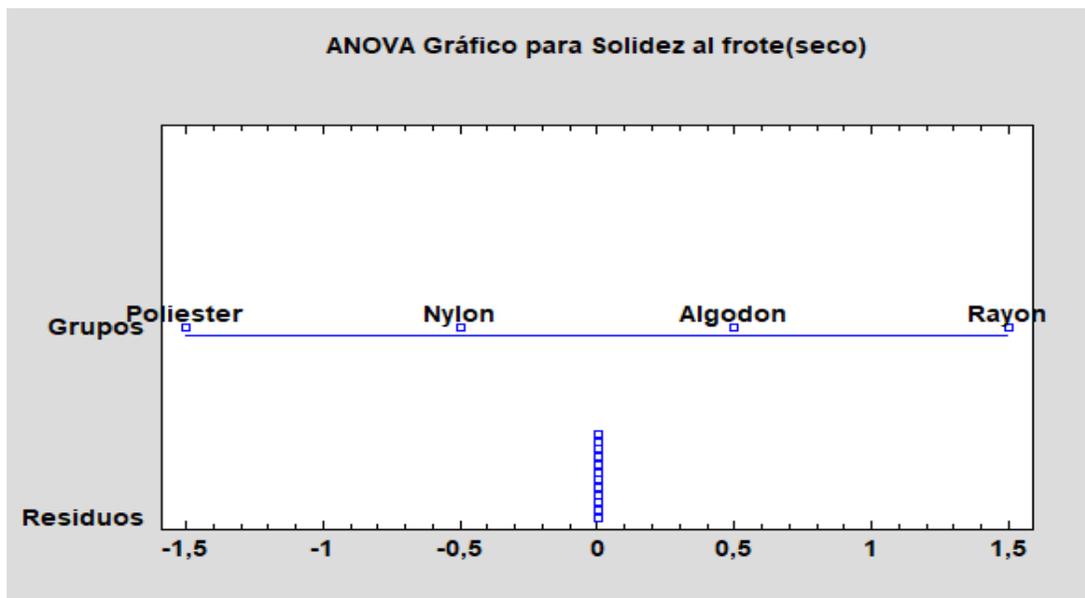
Gráfico de análisis ANOVA para solidez al lavado en los sustratos textiles elegidos.



Nota. Grafica de la dispersión de los puntos mediante el análisis de varianza obtenidos en el programa Statgrafics para la solidez al lavado.

Figura 46.

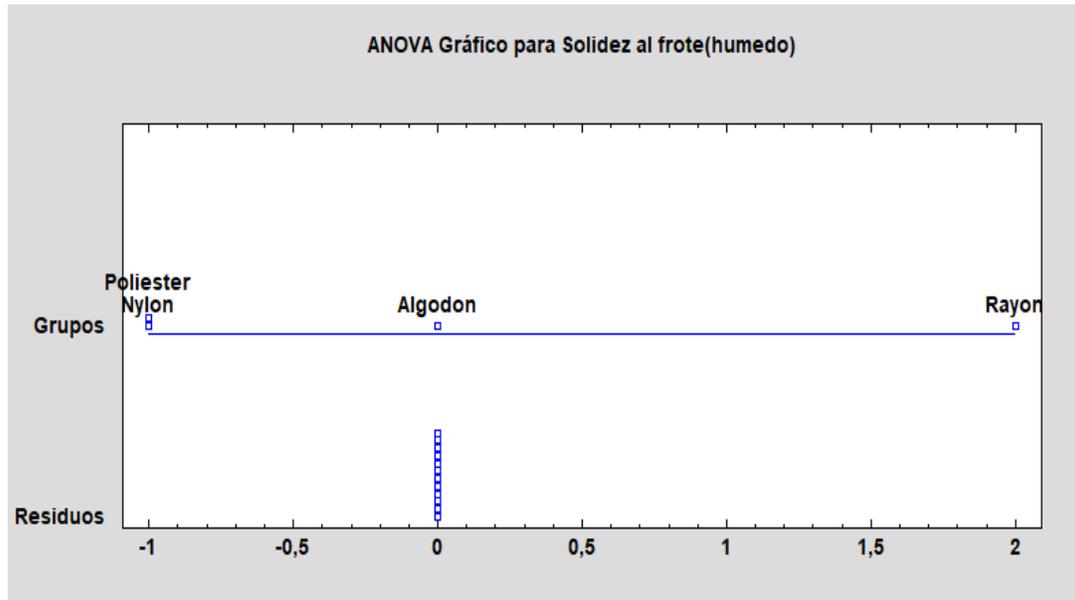
Gráfico de análisis ANOVA para solidez al frote seco en los sustratos textiles elegidos.



Nota. Grafica de la dispersión de los puntos mediante el análisis de varianza obtenidos en el programa Statgrafics para la solidez al frote seco.

Figura 47.

Gráfico de análisis ANOVA para solidez al frote húmedo en los sustratos textiles elegidos



Nota. Grafica de la dispersión de los puntos mediante el análisis de varianza obtenidos en el programa Statgrafics para la solidez al frote húmedo.

A partir del análisis del valor P para cada solidez en la tabla 10, que en todos los casos tiene un valor de 0, se obtiene que todos los datos son estadísticamente representativos, además de tener un error estándar de 0 y un ajuste del R cuadrado del 100%.

Por otra parte, al evaluar en los sustratos cual es el de mayor afinidad en las figuras 45, 46 y 47, se obtiene que es el rayón al 100% en los 3 tipos de solidez con valores entre 4 a 4,5 en solidez al color, seguido por el algodón con valores entre 3 a 4. Determinando así que el sustrato con mayor afinidad para la tinta a partir de antocianinas de café es el rayón.

6. CONCLUSIONES

De los 3 solventes verdes elegidos mediante referentes teóricos, la solución de etanol al 60% p/p en medio acuoso es la mejor para la recuperación de antocianinas, con valores promedios de 0.931 mg antocianina / 100g pulpa fresca. Aun así, bajo las condiciones trabajadas se obtuvo valores inferiores de extracción de antocianinas con respecto a los referentes teóricos, debido al lugar de recolección del fruto.

El diseño de experimentos permitió evaluar otro agente de extracción que no tiene referente teórico para el exocarpio de café, tal es el caso del glicerol, sustancia que prometía ser un mejor agente de extracción hasta el proceso de cuantificación de las antocianinas donde se encontró que este solvente obtuvo los menores rendimientos, además de que es de difícil manejo por su alta viscosidad y costo.

Las condiciones apropiadas en la extracción de antocianinas del exocarpio o pulpa de café para obtener la mayor cantidad de las mismas, se producen cuando el fruto está en estado maduro según la carta de color de Cenicafé. La temperatura y tiempo de extracción son variables críticas del proceso, que permiten la estabilidad de la molécula e influyen directamente en la cantidad de antocianinas recuperadas, siendo la temperatura la de mayor impacto, pues debe mantenerse en valores inferiores a 51°C. Por otra parte, el tiempo de extracción se puede aumentar a más de 4.5 horas para mejorar el rendimiento de la extracción.

El pigmento obtenido se debe almacenar a pH de 2, a bajas temperaturas, y sin exposición a la luz directa, en lo posible en recipientes tipo ámbar, de esta manera mantener la estabilidad del mismo evitando la degradación de las antocianinas.

De los 4 sustratos textiles implementados se identificó que el de mayor afinidad con la tinta obtenida es el rayón pues presenta solidez del color al lavado de 4 y solidez del color al frote húmedo y seco de 4.5, lo que le da una alta aplicabilidad en procesos de acabados textiles.

A manera de recomendaciones se indica lo siguiente:

Aplicar un método para hallar el tamaño de partícula al que se llega después del triturado en húmedo, con fin de tener un estándar al cual llegar, una vez que se haga el escalamiento industrial como un proceso productivo.

Realizar otros métodos de extracción como la extracción asistida por microondas o ultrasonido, ya que en este trabajo no se lograron obtener los mejores resultados de recuperación debido a el uso de una extracción convencional sólido-liquido.

Evaluar el tiempo óptimo de forma de que exista un pico de extracción, pues como se observó en la investigación el tiempo se podría seguir aumentando de sin tener degradación del pigmento, pero se desconoce hasta qué punto.

Implementar un diseño experimental cambiando el tipo de base textil implementado, para obtener cual es la de mayor afinidad experimentalmente.

Generar un análisis financiero, para obtener los precios de la producción a gran escala del proyecto y su viabilidad en el mercado colombiano.

BIBLIOGRAFIA

- [1] C. Galanakis, *Handbook of Coffee Processing By-Products*. Elsevier, 2017.
- [2] A. Parra-Campos and L. E. Ordóñez-Santos, “Natural pigment extraction optimization from coffee exocarp and its use as a natural dye in French meringue,” *Food Chemistry*, vol. 285, November 2018, pp. 59–66, 2019, doi: 10.1016/j.foodchem.2019.01.158.
- [3] MARO, “Mapa Regional de Exportaciones,” 2020. <https://www.maro.com.co/apuesta-pdp/bienes/1> [accessed Nov. 01, 2021].
- [4] L. M. Orejuela-Escobar, A. C. Landázuri, and B. Goodell, “Second generation biorefining in Ecuador: Circular bioeconomy, zero waste technology, environment and sustainable development: The nexus,” *Journal of Bioresources and Bioproducts*, vol. 6, no. 2, pp. 83–107, 2021, doi: 10.1016/j.jobab.2021.01.004.
- [5] Federación Nacional Cafeteros de Colombia, “Informe anual de la federación nacional de cafeteros sobre el panorama y estadísticas del sector 2019,” 2019. <https://cdn.flipsnack.com/widget/v2/widget.html?hash=dpazs597t9> (accessed Sep. 13, 2021).
- [6] G. v. de Melo Pereira *et al.*, “Exploring the impacts of postharvest processing on the aroma formation of coffee beans – A review,” *Food Chemistry*, vol. 272, pp. 441–452, 2019, doi: 10.1016/j.foodchem.2018.08.061.
- [7] “PIB Información técnica,” 2021. <https://www.dane.gov.co/index.php/estadisticas-por-tema/cuentas-nacionales/cuentas-nacionales-trimestrales/pib-informacion-tecnica> (accessed Nov. 07, 2021).
- [8] C. Arango Escobar, N. Echavarría, and A. Gamez, “Estudio de mercado de las pinturas en Colombia,” pp. 16–21, 2020.
- [9] Federación española del café, “Federación española del café.” <https://www.asociacioncafe.com/cafeto-fruto-y-grano/> (accessed Aug. 25, 2021).
- [10] A. Ramírez, “Rendimiento del café pergamino húmedo determinado por características específicas de los productores,” *Coporación universitaria lasallista*, pp. 1–107, 2018, [Online]. Available: http://repository.lasallista.edu.co/dspace/bitstream/10567/2421/1/Rendimiento_cafe_pergamino_humedo.pdf
- [11] S. Gomez, “Guía de variedades de café ,’ QueCafe” 2020. <https://quecafe.info/guia-origen-diferencias-variedades-de-cafe/> (accessed Sep. 19, 2021).
- [12] J. Arcila, F. Farfán, A. Moreno, L. F. Salazar, and E. Hincapiè, “Sistemas de producción de café en Colombia,” *Cenicafe*, p. 310, 2007, [Online]. Available: https://www.cenicafe.org/es/publications/sistemas_de_produccion.pdf

- [13] E. Figueroa, F. Pérez, and L. Godínez, *La producción y el consumo del café*. 'Ecorfa' 2012. [Online]. Available: www.ecorfan.org/spain
- [14] R. C. Alves, S. Casal, and M. B. P. P. Oliveira, "Tocopherols in espresso coffee: Analytical method development and validation," *Food Chemistry*, vol. 115, no. 4, pp. 1549–1555, 2009, doi: 10.1016/j.foodchem.2009.01.068.
- [15] F. Rodrigues *et al.*, "Are coffee silverskin extracts safe for topical use? An in vitro and in vivo approach," *Industrial Crops and Products*, vol. 63, pp. 167–174, 2015, doi: 10.1016/j.indcrop.2014.10.014.
- [16] P. S. Murthy, M. Manjunatha, G. Sulochannama, and M. Madhava Naidu, "Extraction, Characterization and Bioactivity of Coffee Anthocyanins," *European Journal of Biological Sciences*, vol. 4, no. 1, pp. 13–19, 2012.
- [17] International Coffee Organization, "Procesamiento del café en el campo ," 2018, 2018. https://www.ico.org/ES/field_processing.asp (accessed Sep. 19, 2021).
- [18] Gobierno de Colombia, "Produccion de cafes especiales." pp. 2–46, 2019.
- [19] R. N. M. J. Páscoa, L. M. Magalhães, and J. A. Lopes, "FT-NIR spectroscopy as a tool for valorization of spent coffee grounds: Application to assessment of antioxidant properties," *Food Research International*, vol. 51, no. 2, pp. 579–586, 2013, doi: 10.1016/j.foodres.2013.01.035.
- [20] B. M. Gouvea, C. Torres, A. S. Franca, L. S. Oliveira, and E. S. Oliveira, "Feasibility of ethanol production from coffee husks," *Biotechnology Letters*, vol. 31, no. 9, pp. 1315–1319, 2009, doi: 10.1007/s10529-009-0023-4.
- [21] S. Ortiz, "Evaluación de una propuesta para la obtención de cafeína partiendo de residuos de café generados por la industria cafetera," *Fundacion Universidad de America*, p. 117, 2020, doi: <http://hdl.handle.net/20.500.11839/7785>.
- [22] L. G. Rosales, "Extracción de las antocianinas de la col lombarda," *Revista Ingeniería y Ciencia*, vol. 1, pp. 10–22, 2015.
- [23] B. Rojano, Puertas, and Y. Ríos-yepes, "Determinación de antocianinas mediante extracción asistida por radiación de microondas en frijol (*Phaseolus vulgaris* L .) de alto consumo en Antioquia- Determination of anthocyanins by microwave assisted extraction in beans (*Phaseolus vulgaris* L .) comm," *Revista Cubana de Plantas Medicinales*, vol. 18, no. 2, pp. 288–297, 2013.
- [24] A. Gorriti *et al.*, "Extracción de antocianinas de las corontas de *Zea mays* L. "Maíz Morado"," *Ciencia e Investigación*, vol. 12, no. 2, pp. 64–74, 2009, [Online]. Available: <http://revistasinvestigacion.unmsm.edu.pe/index.php/farma/article/viewFile/3395/4496>

- [25] K. Ramalakshmi, L. J. M. Rao, Y. Takano-Ishikawa, and M. Goto, “Bioactivities of low-grade green coffee and spent coffee in different in vitro model systems,” *Food Chemistry*, vol. 115, no. 1, pp. 79–85, 2009, doi: 10.1016/j.foodchem.2008.11.063.
- [26] E. R. B. A. Prata and L. S. Oliveira, “Fresh coffee husks as potential sources of anthocyanins,” *LWT - Food Science and Technology*, vol. 40, no. 9, pp. 1555–1560, 2007, doi: 10.1016/j.lwt.2006.10.003.
- [27] T. A. Andrade *et al.*, “Ultrasound-assisted pressurized liquid extraction of anthocyanins from *Aronia melanocarpa* pomace,” *Separation and Purification Technology*, vol. 276, no. April, 2021, doi: 10.1016/j.seppur.2021.119290.
- [28] G. Kowalska, J. Wyrostek, R. Kowalski, and U. Pankiewicz, “Evaluation of glycerol usage for the extraction of anthocyanins from black chokeberry and elderberry fruits,” *Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants*, vol. 22, no. December 2020, 2021, doi: 10.1016/j.jarmap.2021.100296.
- [29] T. Anuyahong, C. Chusak, and S. Adisakwattana, “Incorporation of anthocyanin-rich riceberry rice in yogurts: Effect on physicochemical properties, antioxidant activity and in vitro gastrointestinal digestion,” *Lwt*, vol. 129, no. May, 2020, doi: 10.1016/j.lwt.2020.109571.
- [30] F. C. Stintzing and R. Carle, “Functional properties of anthocyanins and betalains in plants, food, and in human nutrition,” vol. 15, pp. 19–38, 2004, doi: 10.1016/j.tifs.2003.07.004.
- [31] F. Pietrini, M. A. Iannelli, and A. Massacci, “Anthocyanin accumulation in the illuminated surface of maize leaves enhances protection from photo-inhibitory risks at low temperature, without further limitation to photosynthesis,” *Plant, Cell and Environment*, vol. 25, no. 10, pp. 1251–1259, 2002, doi: 10.1046/j.1365-3040.2002.00917.x.
- [32] M. Vinas *et al.*, “Identification of phenolic and carotenoid compounds in coffee (*Coffea arabica*) pulp, peels and mucilage by HPLC electrospray ionization mass spectrometry,” *Colloque Scientifique International sur le Cafe*, vol. 24th, no. August 2018, pp. 127–135, 9 pp., 2012.
- [33] A. Duangjai, N. Suphrom, J. Wungrath, A. Ontawong, N. Nuengchamnon, and A. Yosboonruang, “Comparison of antioxidant, antimicrobial activities and chemical profiles of three coffee (*Coffea arabica* L.) pulp aqueous extracts,” *Integrative Medicine Research*, vol. 5, no. 4, pp. 324–331, 2016, doi: 10.1016/j.imr.2016.09.001.
- [34] J. Lee, C. Rennaker, and R. E. Wrolstad, “Correlation of two anthocyanin quantification methods: HPLC and spectrophotometric methods,” vol. 110, pp. 782–786, 2008, doi: 10.1016/j.foodchem.2008.03.010.
- [35] AOAC, “AOAC Official Method 2005.02 Total Monomeric Anthocyanin Pigment Content of Fruit Juices, Beverages, Natural Colorants, and Wines pH Differential Method First Action 2005,” *Official Methods of Analysis of AOAC International*, pp. 37–68, 2006.

- [36] J. Lee, R. W. Durst, and R. E. Wrolstad, "Determination of total monomeric anthocyanin pigment content of fruit juices, beverages, natural colorants, and wines by the pH differential method: Collaborative study," *Journal of AOAC International*, vol. 88, no. 5, pp. 1269–1278, 2005, doi: 10.1093/jaoac/88.5.1269.
- [37] K. Moirangthem, P. Ramakrishna, M. H. Amer, and G. A. Tucker, "Bioactivity and anthocyanin content of microwave-assisted subcritical water extracts of Manipur black rice (Chakhao) bran and straw," *Future Foods*, vol. 3, no. December 2020, p. 100030, 2021, doi: 10.1016/j.fufo.2021.100030.
- [38] C. Jaisan, S. Chase, and N. Punbusayakul, "Antioxidant and antimicrobial activities of various solvents extracts of Arabica coffee pulp," *Journal on Processing and Energy in Agriculture*, vol. 19, no. 5, pp. 224–227, 2015, [Online]. Available: <http://scindeks-clanci.ceon.rs/data/pdf/1821-4487/2015/1821-44871505224C.pdf>
- [39] W. Xu *et al.*, "Characterization of anthocyanins in the hybrid progenies derived from *Iris dichotoma* and *I. domestica* by HPLC-DAD-ESI/MS analysis," *Phytochemistry*, vol. 150, pp. 60–74, 2018, doi: 10.1016/j.phytochem.2018.03.003.
- [40] F. K. Nzekoue *et al.*, "Coffee silverskin extracts: Quantification of 30 bioactive compounds by a new HPLC-MS/MS method and evaluation of their antioxidant and antibacterial activities," *Food Research International*, vol. 133, no. February, 2020, doi: 10.1016/j.foodres.2020.109128.
- [41] A. Pekarovicova and V. Husovska, "3 - Printing Ink Formulations BT - Printing on Polymers," 2016, pp. 41–55. [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780323374682000038>
- [42] M. N. Granados, "Evaluación de la resistencia de estampado sobre tela de algodón con tinte natural de estopa de coco (cocos nucifera).," *UNIVERSIDAD DR. JOSÉ MATÍAS DELGADO*, 2012, [Online]. Available: http://webquery.ujmd.edu.sv/siab/bvirtual/BIBLIOTECA_VIRTUAL/TESIS/03/COM/ADPE0000355.pdf
- [43] S. M. Shang, *Process control in dyeing of textiles*. Woodhead Publishing Limited, 2012. doi: 10.1533/9780857095633.3.300.
- [44] S. Torres-Montilla and M. Rodriguez-Concepcion, "Making extra room for carotenoids in plant cells: New opportunities for biofortification," *Progress in Lipid Research*, vol. 84, p. 101128, 2021, doi: 10.1016/j.plipres.2021.101128.
- [45] Jabar. J. M, "Effect of Rate of Dyeing on the Fastness Properties of Indigo Dyed Cotton Fabrics," *Scholars World - IRMJCr*, vol. 2, no. I, pp. 25–29, 2016.
- [46] K. Niaz, F. Khan, and M. Ajmal Shah, "Analysis of quinonoids," in *Recent Advances in Natural Products Analysis*, 2020, pp. 749–766. doi: 10.1016/b978-0-12-816455-6.00025-1.

- [47] J. Wilska-Jeszka, "Food colorants," in *Chemical and Functional Properties of Food Components, Third Edition*, 2006, pp. 245–274. doi: 10.1016/b978-0-12-809434-1.00008-6.
- [48] F. F. de Araújo, D. de Paulo Farias, I. A. Neri-Numa, and G. M. Pastore, "Polyphenols and their applications: An approach in food chemistry and innovation potential," *Food Chemistry*, vol. 338, no. July 2020, p. 127535, 2021, doi: 10.1016/j.foodchem.2020.127535.
- [49] B. Anti-inflammatory and I. Adjunctive, "Human Nutrition & Metabolism Anti-inflammatory activity of betalains: A comprehensive review," vol. 25, 2021, doi: 10.1016/j.hnm.2021.200126.
- [50] N. Ka, "Screen Printing," in *International Dyer, World Textile Information Network*, 2016, pp. 247–261.
- [51] Golden Tecnologia, "Estampado - Golden Tecnologia," 2020. <https://www.goldentecnologia.com/es/productos-para-la-industria-textil/estampado/> (accessed Nov. 02, 2021).
- [52] F. Augstburger, J. Berger, U. Censkowsky, P. Heid, J. Milz, and C. Streit, "Algodón." 2000.
- [53] R. H. Sampieri, W. J. Schroyens, W. Schaeken, and G. D'Ydewalle, "Lanas. Parte I. Características y propiedades. Cómo se produce e industrializa.," in *PROLANA. Consejo Provincial de inversiones. CFI cfired – negocios*, 2001, vol. 7, no. 2, pp. 121–172.
- [54] F. j. Carrion Fite, "Materiales de la industria textil. Poliamida.," in *Materials Pel Disseny De Productes Tèxtils*, vol. 17, no. 1, 2015, pp. 41–52.
- [55] F. j. Carrion Fite, "Materiales de la industria textil. Poliester.," in *Materials Pel Disseny De Productes Tèxtils*, 2015, pp. 1–24. [Online]. Available: <https://ocw.upc.edu/sites/all/modules/ocw/estadistiques/download.php?file=320076/2014/1/54816/poliester-5467.pdf>
- [56] M. N. Granados, "Capítulo I 1. Fibras Acrílicas," 2010, pp. 1–6.
- [57] A. Porcel and E. Artetxe, "Una introducción a los textiles artificiales en las colecciones de indumentaria del siglo XX y su conservación," *Ge-Conservacion*, vol. 2016, no. 9, pp. 31–44, 2016.
- [58] N. Ghareaghajlou, S. Hallaj-Nezhadi, and Z. Ghasempour, "Red cabbage anthocyanins: Stability, extraction, biological activities and applications in food systems," *Food Chemistry*, vol. 365, no. March, 2021, doi: 10.1016/j.foodchem.2021.130482.
- [59] Weather Spark, "El clima en Apulo, el tiempo por mes, temperatura promedio (Colombia) ," 2020. <https://es.weatherspark.com/y/23351/Clima-promedio-en-Apulo-Colombia-durante-todo-el-a%C3%B1o#Sections-Precipitation> (accessed Nov. 02, 2021).
- [60] S. Marín López, J. Arcilla Pulgarín, E. Montoya Restrepo, and C. Oliveros Tascón, "Relación entre el estado de madurez del fruto del café y las características de beneficio

- rendimiento y calidad de la bebida,” *Cenicafé*, vol. 54, no. 4, pp. 297–315, 2003, [Online]. Available: <https://www.cenicafe.org/es/publications/arc054%2804%29297-315.pdf>
- [61] S. M. Marín-López, J. Arcila-Pulgarín, E. C. Montoya-Restrepo, and C. E. Oliveros-Tascón, “Cambios físicos y químicos durante la maduración del fruto de café (*Coffea arabica* L. var. Colombia),” *Cenicafé*, vol. 54, no. 3, pp. 208–225, 2003.
- [62] Instituto Colombiano De Normas Técnicas Y Certificación –Icontec- “De La Norma Ntc – Iso 2558” 2015. El Instituto. Norma Técnica Colombiana, *Ntc 2558 (Determinación Del Contenido De Humedad)*. 2000.
- [63] Norma Técnica Colombiana, “Ntc 4592 (Determinación Del Ph),” 1999.
- [64] Norma Técnica Colombiana, “Ntc 4623 (Determinación De La Acidez Titulable),” 1999.
- [65] A. C. Regino And E. A. Rengifo, “Evaluación de los métodos de extracción de compuestos fenólicos (antocianinas) a partir del fruto del corozo (*Bactris Guineensis*),” *Fundacion Universidad De America*, 2021.
- [66] K. H. Yim, M. Stambouli, And D. Pareau, *Alternative Solvents For Natural Products Extraction*. 2014. [Online]. Available: <Http://Link.Springer.Com/10.1007/978-3-662-43628-8>
- [67] Merck Millipore, “Acetona CAS 67-64-1 | 100014,” 2021. Https://Www.Merckmillipore.Com/CO/Es/Product/Acetone,MDA_CHEM-100014#Anchor_Orderingcomp (Accessed Oct. 25, 2021).
- [68] Merck Millipore, “Metanol CAS 67-56-1 | 822283,” 2021. Https://Www.Merckmillipore.Com/CO/Es/Product/Methanol,MDA_CHEM-822283 (Accessed Oct. 25, 2021).
- [69] Merck Millipore, “Etanol CAS 64-17-5 | 818760,” 2021. Https://Www.Merckmillipore.Com/CO/Es/Product/Ethanol,MDA_CHEM-818760 (Accessed Oct. 25, 2021).
- [70] Sigma Aldrich, “Glycerol Reagentplus®, ≥99.0% (GC) | 56-81-5,” 2021. <Https://Www.Sigmaaldrich.Com/CO/Es/Product/Sigald/G7757?Context=Product> (Accessed Oct. 25, 2021).
- [71] Merck Millipore, “Etilo Lactato CAS 687-47-8 | 822100,” 2021. Https://Www.Merckmillipore.Com/CO/Es/Product/S-Ethyl-Lactate,MDA_CHEM-822100#Anchor_Orderingcomp (Accessed Oct. 25, 2021).
- [72] Merck Millipore, “Agua Desionizada CAS 7732-18-5 | 848333,” 2021. Https://Www.Merckmillipore.Com/CO/Es/Product/Di-Water,MDA_CHEM-848333#Anchor_Orderingcomp (Accessed Oct. 25, 2021).

- [73] D. T. da Silva *et al.*, “Natural deep eutectic solvents as a biocompatible tool for the extraction of blueberry anthocyanins,” *Journal of Food Composition and Analysis*, vol. 89, no. March, p. 103470, 2020, doi: 10.1016/j.jfca.2020.103470.
- [74] GHS, “Sistema Globalizado y Armonizado de Clasificación y Etiquetado de Productos Químicos,” 2019. <https://www.achs.cl/portal/Comunidad/Paginas/GHS-sistema-globalizado-y-armonizado-de-clasificacion-y-etiquetado-de-productos-quimicos.aspx> (accessed Oct. 27, 2021).
- [75] “STATGRAPHICS Centurion XVIII - Potente herramienta de análisis.” <https://statgraphics.net/> (accessed Nov. 04, 2021).
- [76] R. E. W. Luis E. Rodriguez-Saona, “Extraction, Isolation, and Purification of Anthocyanins,” *Pharmacological Research*, vol. 64, no. 4, pp. 311–319, 2001, doi: 10.1016/j.phrs.2011.05.022.
- [77] A. Moreno, “Extracción química de antocianinas del fruto de acai colombiano (*Euterpe oleracea* Mart.),” *Universidad Jorge Tadeo Lozano*, pp. 1–21, 2017.
- [78] C. Picot-Allain, M. F. Mahomoodally, G. Ak, and G. Zengin, “Conventional versus green extraction techniques — a comparative perspective,” *Current Opinion in Food Science*, vol. 40, pp. 144–156, 2021, doi: 10.1016/j.cofs.2021.02.009.
- [79] T. Lefebvre, E. Destandau, and E. Lesellier, “Selective extraction of bioactive compounds from plants using recent extraction techniques: A review,” *Journal of Chromatography A*, vol. 1635, p. 461770, 2021, doi: 10.1016/j.chroma.2020.461770.
- [80] L. Bruno *et al.*, “Optimization of pressurized liquid extraction and ultrasound methods for recovery of anthocyanins present in jambolan fruit (*Syzygium cumini* L.),” vol. 7, pp. 77–89, 2021, doi: 10.1016/j.fbp.2021.02.012.
- [81] A. T. Serra, I. J. Seabra, M. E. M. Braga, M. R. Bronze, H. C. de Sousa, and C. M. M. Duarte, “Processing cherries (*Prunus avium*) using supercritical fluid technology. Part 1: Recovery of extract fractions rich in bioactive compounds,” *Journal of Supercritical Fluids*, vol. 55, no. 1, pp. 184–191, 2010, doi: 10.1016/j.supflu.2010.06.005.
- [82] Minitab, “¿Qué son los diseños de superficie de respuesta, los diseños centrales compuestos y los diseños de Box-Behnken? ,” 2020. <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/18/help-and-how-to/modeling-statistics/doe/supporting-topics/response-surface-designs/response-surface-central-composite-and-box-behnken-designs/> (accessed Nov. 12, 2021).
- [83] Büchi, “Rotary evaporator Model R-200 Model R-205V,” 2021. https://www.sigmaaldrich.com/CO/es/product/aldrich/z626797?gclid=Cj0KCCQjw8p2MBhCiARIsADDUFVGAUhSmQf2RHwLi1U-jrzfH46HLgSgXbK1KAIO_C-TbKIObCdYMt40aAiCVEALw_wcB (accessed Nov. 06, 2021).

- [84] B. Sanjurjo, *La serigrafía como medio de expresión artística: (posibilidades técnicas)*. 2001. [Online]. Available: <https://eprints.ucm.es/1720/1/T18972.pdf>
- [85] AATTCC Test Method, “AATTCC 8(Solidez al frote),” in *AATTCC*, vol. 66, no. December, 1996, pp. 37–39.
- [86] AATTCC Technical Manual, “AATTCC 61(Solidez al lavado),” in *AATTCC*, vol. 1986, no. 1, 2013, pp. 108–112.

ANEXOS

ANEXO 1

DATOS, CALCULOS, PROMEDIOS Y DESVIACIONES ESTANDAR PARA ELECCION DEL SOLVENTE

Calculo 1.

Muestra del primer cálculo (Sol glicerol, Temperatura de 50°C y tiempo de 2 horas).

Datos

Absorbancias obtenidas de las muestras a diferentes longitudes de onda y pH.

$$A_{520 \text{ pH}=1}=0,201$$

$$A_{700 \text{ pH}=1}=0,082$$

$$A_{520 \text{ pH}=4.5}=0,192$$

$$A_{700 \text{ pH}=4.5}=0,077$$

Reemplazando en la ecuación 1. se obtiene la absorbancia neta de antocianinas.

$$A = (0,201 - 0,082)_{\text{pH}=1} - (0,192 - 0,077)_{\text{pH}=4.5} = 0,004$$

A continuación, reemplazando el valor en la ecuación 2, se obtiene las antocianinas en miligramos por cada litro de solución.

$$\text{Antocianinas} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \frac{0,004 * 445,2 \frac{\text{g}}{\text{mol}} * 5 * 1000 \frac{\text{mg}}{\text{g}}}{28800 \frac{\text{L}}{\text{mol cm}} * 1 \text{ cm}} = 0,309 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

Finalmente, mediante la relación solido-solventes se cambia las unidades a miligramos de antocianinas por cada 100g de pulpa fresca.

$$\text{Antocianinas} \left(\frac{\text{mg}}{100\text{g de pulpa fresca}} \right) = 0,309 \frac{\text{mg}}{\text{L}} * \frac{300\text{mL}}{100\text{g de pulpa fresca}} * \frac{1\text{L}}{1000\text{mL}}$$

$$= 0,104 \frac{\text{mg}}{100\text{g de pulpa fresca}}$$

Tabla 12.

Valores obtenidos para cuantificación de antocianinas en la extracción con diferentes solventes.

Solvente implementado	T(°C)	t(h)	pH=1		pH=4,5	
			Absorbancia 520nm	Absorbancia 700nm	Absorbancia 520nm	Absorbancia 700nm
1(glycerol)	50	2	0,201	0,082	0,192	0,077
			0,198	0,084	0,191	0,082
2(glycerol)	50	2	0,196	0,081	0,191	0,080
			0,193	0,083	0,187	0,081
3(glycerol)	50	2	0,194	0,084	0,189	0,083
			0,198	0,086	0,192	0,085
4(agua destilada)	50	2	0,066	0,019	0,044	0,010
			0,061	0,016	0,042	0,013
5(agua destilada)	50	2	0,057	0,020	0,035	0,011
			0,063	0,019	0,043	0,011
6(agua destilada)	50	2	0,060	0,010	0,048	0,013
			0,055	0,011	0,043	0,009
7(etanol)	50	2	0,386	0,180	0,276	0,113
			0,387	0,180	0,281	0,111
8(etanol)	50	2	0,380	0,175	0,276	0,112
			0,385	0,179	0,275	0,109
9(etanol)	50	2	0,379	0,180	0,274	0,116
			0,369	0,171	0,273	0,114

Nota. Tabla resultados para primer objetivo, selección de un solvente para la extracción sólido líquido; utilizando glicerol, agua destilada y etanol como variables.

Tabla 13.

Promedio y varianza de la cuantificación de las antocianinas en la extracción con diferentes solventes.

Antocianinas				Datos estadísticos			
A	Calculo	Promedio(mg/L)	Antocianinas (mg/100g pulpa)	Promedio muestra	Desviación estándar	Rango inferior	Rango superior
0,004	0,309	0,348	0,104	0,100	0,0001	0,1004	0,2009
0,005	0,386						
0,004	0,309						
0,004	0,309						
0,004	0,309						
0,005	0,386	1,121	0,336	0,305	0,0014	0,3039	0,6092
0,013	1,005						
0,016	1,237						
0,013	1,005						
0,012	0,928						
0,015	1,159	0,966	0,290	0,931	0,0001	0,9313	1,8626
0,010	0,773						
0,043	3,324						
0,037	2,860						
0,041	3,169						
0,040	3,092	3,092	0,927	0,931	0,0001	0,9313	1,8626
0,041	3,169						
0,039	3,014						

Nota. Se presenta el análisis estadístico para el objetivo número 1.

Tabla 14.

Valores obtenidos para cuantificación de antocianinas en la optimización de temperatura y tiempo de extracción.

	T(°C)	t(h)	pH=1		pH=4,5	
			Absorbancia 520nm	Absorbancia 700nm	Absorbancia 520nm	Absorbancia 700nm
10(etanol)	40	2	0,283	0,086	0,224	0,050
			0,280	0,084	0,226	0,052
11(etanol)	40	2	0,275	0,080	0,229	0,055
			0,276	0,079	0,227	0,053
12(etanol)	40	2	0,276	0,083	0,231	0,060
			0,279	0,085	0,233	0,061
13(etanol)	40	4	0,296	0,091	0,234	0,060
			0,287	0,087	0,236	0,066
14(etanol)	40	4	0,290	0,086	0,231	0,058
			0,296	0,098	0,236	0,070
15(etanol)	40	4	0,300	0,088	0,256	0,076
			0,302	0,089	0,254	0,071
16(etanol)	33,7868	3	0,177	0,052	0,157	0,047
			0,180	0,059	0,153	0,049
17(etanol)	33,7868	3	0,168	0,055	0,144	0,045
			0,172	0,060	0,140	0,043

Tabla 14. Continuación

18(etanol)	33,7868	3	0,167 0,164	0,058 0,056	0,140 0,145	0,046 0,051
19(etanol)	55	1,58579	0,477 0,472	0,232 0,235	0,422 0,427	0,198 0,208
20(etanol)	55	1,58579	0,483 0,483	0,221 0,227	0,422 0,426	0,183 0,185
21(etanol)	55	1,58579	0,482 0,485	0,231 0,230	0,416 0,418	0,182 0,183
22(etanol)	55	3	0,856 0,861	0,454 0,454	0,788 0,794	0,423 0,420
23(etanol)	55	3	0,839 0,846	0,443 0,438	0,763 0,769	0,403 0,396
24(etanol)	55	3	0,851 0,855	0,453 0,460	0,788 0,787	0,425 0,425
25(etanol)	55	4,41421	1,310 1,314	0,691 0,694	1,193 1,197	0,619 0,623
26(etanol)	55	4,41421	1,316 1,313	0,693 0,690	1,204 1,202	0,627 0,625
27(etanol)	55	4,41421	1,309 1,307	0,689 0,691	1,200 1,198	0,624 0,629
28(etanol)	70	2	1,007 1,009	0,514 0,513	0,946 0,951	0,487 0,490
29(etanol)	70	2	1,007 1,009	0,498 0,494	0,957 0,959	0,480 0,480
30(etanol)	70	2	1,011 1,012	0,507 0,510	0,959 0,955	0,488 0,487
31(etanol)	70	4	1,003 0,998	0,519 0,512	0,968 0,965	0,511 0,508
32(etanol)	70	4	1,008 1,006	0,528 0,524	0,978 0,986	0,525 0,529
33(etanol)	70	4	1,008 1,007	0,519 0,518	0,978 0,975	0,517 0,516
34(etanol)	76,2132	3	0,601 0,608	0,279 0,281	0,536 0,541	0,231 0,232
35(etanol)	76,2132	3	0,604 0,601	0,256 0,261	0,546 0,550	0,219 0,228
36(etanol)	76,2132	3	0,616 0,609	0,285 0,288	0,558 0,548	0,244 0,246

Nota. Tabla resultados practica de laboratorio “Caracterización antocianinas” con variables de tiempo y Temperatura de extracción con el mejor solvente obtenido.

Tabla 15.

Promedio y varianza de la cuantificación de las antocianinas en la extracción con diferentes solventes.

Antocianinas				Datos estadísticos			
A	Calculo	Promedio(mg/L)	Antocianinas (mg/100g pulpa)	Promedio muestra	Desviación estándar	Rango inferior	Rango superior
0,023	1,778	1,739	0,522	0,514	0,0001	0,5139	1,0279
0,022	1,700						
0,021	1,623	1,700	0,510				
0,023	1,778						
0,022	1,700	1,700	0,510				
0,022	1,700						
0,031	2,396	2,357	0,707	0,719	0,0003	0,7185	1,4374
0,030	2,319						
0,031	2,396	2,435	0,730				
0,032	2,473						
0,032	2,473	2,396	0,719				
0,030	2,319						
0,015	1,159	1,237	0,371	0,348	0,0008	0,3470	0,6948
0,017	1,314						
0,014	1,082	1,121	0,336				
0,015	1,159						
0,015	1,159	1,121	0,336				
0,014	1,082						
0,021	1,623	1,507	0,452	0,441	0,0003	0,4403	0,8809
0,018	1,391						
0,023	1,778	1,469	0,441				
0,015	1,159						
0,017	1,314	1,430	0,429				
0,020	1,546						
0,037	2,860	2,705	0,812	0,808	0,0006	0,8071	1,6148
0,033	2,551						
0,036	2,783	2,744	0,823				
0,035	2,705						
0,035	2,705	2,628	0,788				
0,033	2,551						
0,045	3,478	3,517	1,055	1,059	0,0001	1,0588	2,1177
0,046	3,555						
0,046	3,555	3,555	1,067				
0,046	3,555						
0,044	3,401	3,517	1,055				
0,047	3,633						
0,034	2,628	2,667	0,800	0,788	0,0003	0,7881	1,5765
0,035	2,705						
0,032	2,473	2,628	0,788				
0,036	2,782						

Tabla 15. Continuación

0,033	2,551	2,589	0,777				
0,034	2,628						
0,027	2,087	2,164	0,649				
0,029	2,241						
0,027	2,087	2,010	0,603	0,642	0,0025	0,6390	1,2805
0,025	1,932						
0,028	2,164	2,241	0,672				
0,030	2,319						
0,017	1,314	1,353	0,406				
0,018	1,391						
0,021	1,623	1,507	0,452	0,425	0,0012	0,4239	0,8490
0,018	1,391						
0,017	1,314	1,391	0,417				
0,019	1,469						

Nota. Se presenta el análisis estadístico para el objetivo número 2.

Tabla 16.

Promedio y varianza para la norma AATCC 8 en húmedo

Datos experimentos				Datos estadísticos	
Sustrato textil	Solidez de color al frote húmedo			Promedio muestra	Desviación estándar
Algodón 100%	3,5	3,5	3,5	3,5	0
Rayón 100%	4,5	4,5	4,5	4,5	0
Nylon 100%	3	3	3	3	0
Poliéster 100%	3	3	3	3	0

Nota. Se presentan el análisis estadístico de las muestras de la prueba “solidez al color al frote húmedo” otorgada por la AATCC, con promedio y desviación estándar de cada muestra

Tabla 17.

Promedio y varianza para la norma AATCC 8 en seco

Datos experimentos				Datos estadísticos	
Sustrato textil	Solidez de color al frote seco			Promedio muestra	Desviación estándar
Algodón 100%	4	4	4	4	0
Rayón 100%	4,5	4,5	4,5	4,5	0
Nylon 100%	3,5	3,5	3,5	3,5	0
Poliéster 100%	3	3	3	3	0

Nota. Se presentan el análisis estadístico de las muestras de la prueba “solidez al color al frote seco” otorgada por la AATCC, con promedio y desviación estándar de cada muestra

Tabla 18.

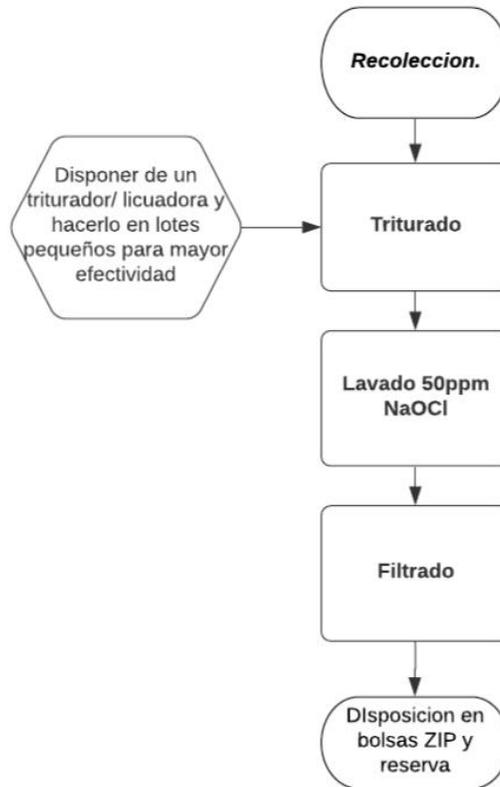
Promedio y varianza para la norma AATCC 61.

Datos experimentos				Datos estadísticos	
Sustrato textil	Solidez de color al lavado			Promedio muestra	Desviación estándar
Algodón 100%	3	3	3	3	0
Rayón 100%	4	4	4	4	0
Nylon 100%	2	2	2	2	0
Poliéster 100%	2	2	2	2	0

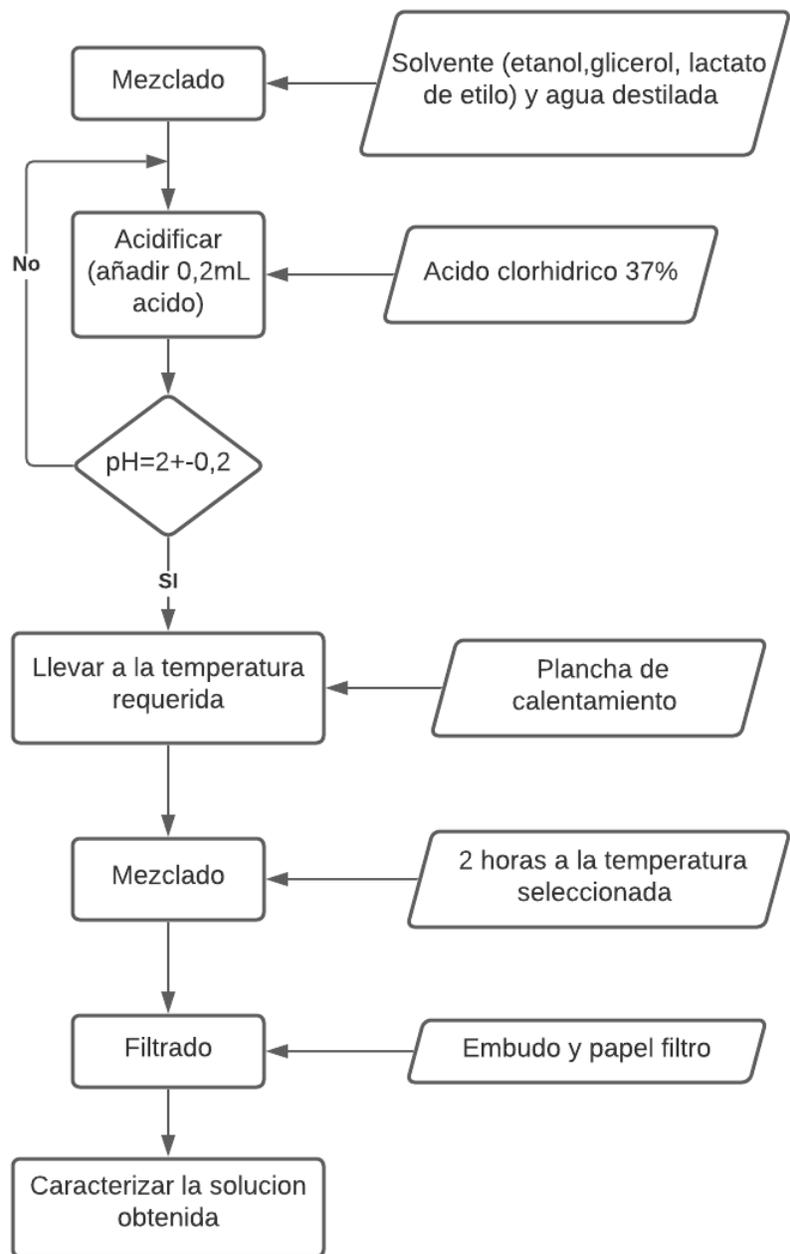
Nota. Se presentan el análisis estadístico de las muestras de la prueba “solidez al color al lavado” otorgada por la AATCC, con promedio y desviación estándar de cada muestra

ANEXO 2

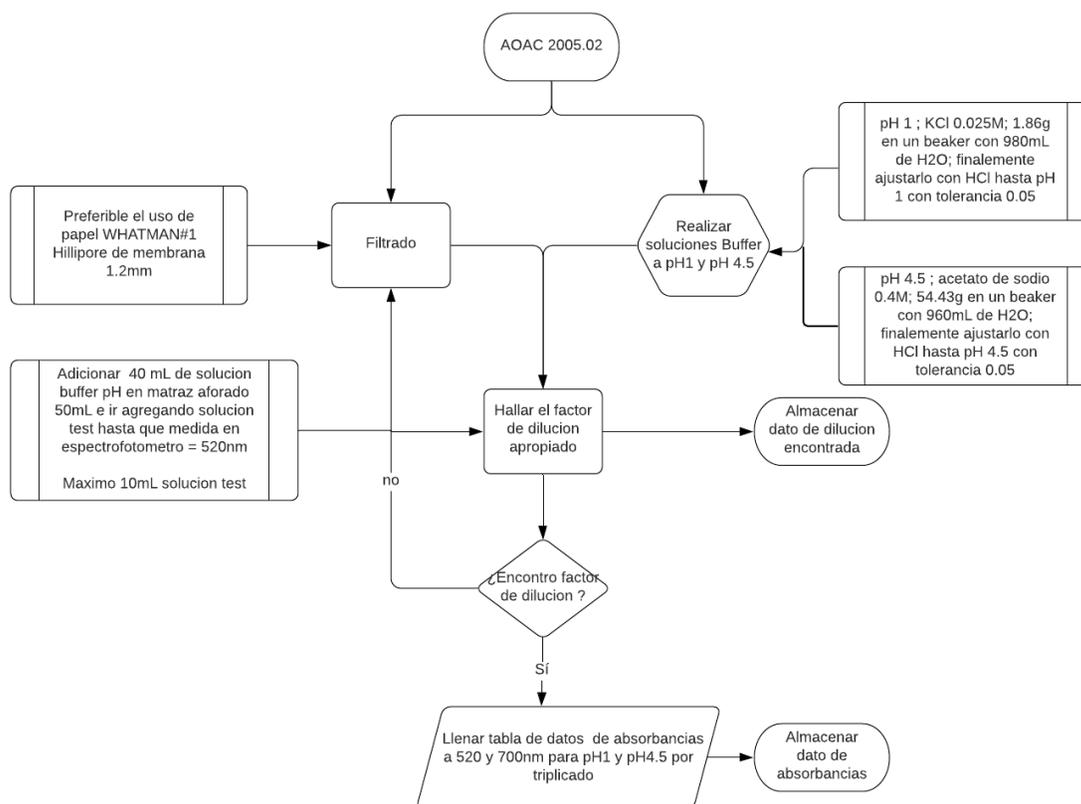
FLUJOGRAMAS PARA LA EXTRACCION Y CARACTERIZACIÓN



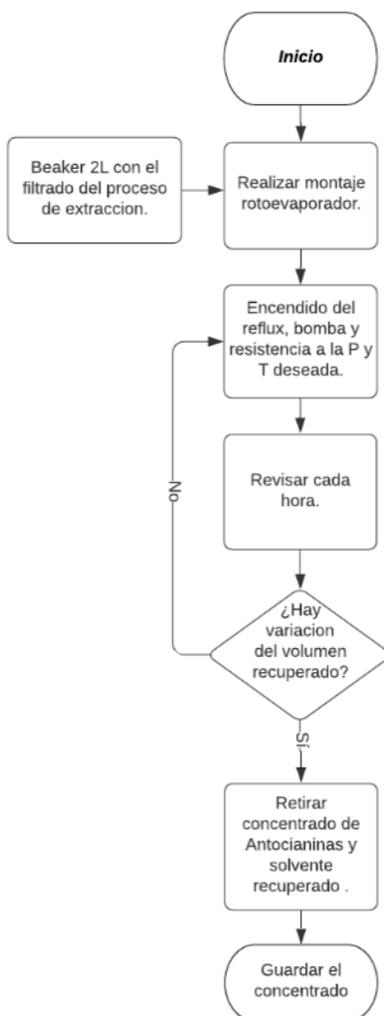
Nota. Flujograma proceso a nivel laboratorio en el pretratamiento de la pulpa del café para poder hacer una extracción solido liquido



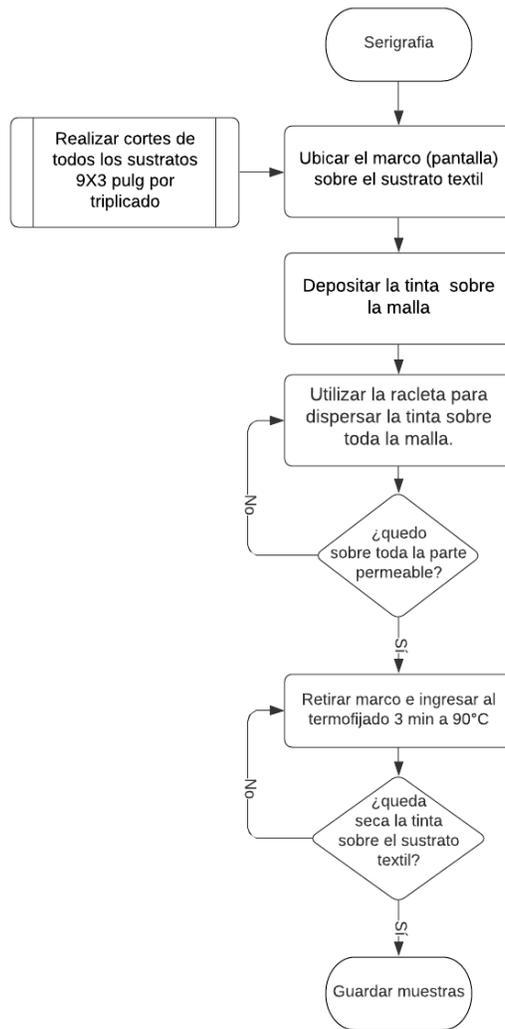
Nota. Flujograma proceso a nivel laboratorio para una extracción Sólido-Líquido de antocianinas.



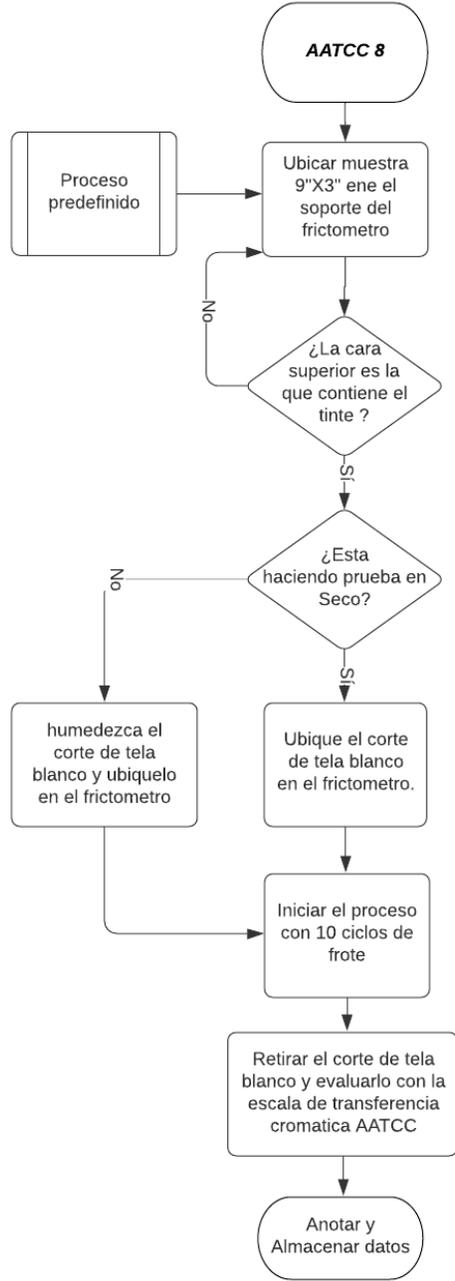
Nota. Flujograma proceso a nivel laboratorio para la Caracterización de Antocianinas extraídas mediante el método de pH diferencial.



Nota. Flujograma proceso a nivel laboratorio para Concentración Filtrado extracción antocianinas.



Nota. Flujograma proceso a nivel laboratorio para realizar Serigrafia Manual.



Nota. Flujograma proceso a nivel laboratorio para realizar Pruebas de solidez AATCC 8.