

**EVALUACIÓN DE LA FLOCULACIÓN EN EL PROCESO DE REMOCIÓN DEL
COLORANTE AZOICO ROJO CONGO EMPLEANDO UN COAGULANTE
ORGÁNICO EXTRAÍDO DE LA PULPA DE CAFÉ**

**VALENTINA REYES RODRÍGUEZ
JUAN MANUEL SILVA CÁRDENAS**

**PROYECTO INTEGRAL PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO**

**DIRECTOR
FELIPE CORREA MAHECHA
INGENIERO QUÍMICO
MAGISTER EN MEDIO AMBIENTE Y DESARROLLO SOSTENIBLE**

**CODIRECTOR
GERSON DIRCEU LÓPEZ
QUÍMICO, MSC, PHD**

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

2024

NOTA DE ACEPTACIÓN

Firma del director

Firma del presidente del jurado

Firma del jurado

Firma del jurado

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

Dra. María Fernanda Vega de Mendoza

Vicerrector Administrativo y Financiero

Dr. Ramiro Augusto Forero Corzo

Vicerrectora de Investigaciones y Extensión

Dra. Susan Margarita Benavides Trujillo

Secretario general

Dr. José Luis Macías Rodríguez

Decano De La Facultad De Ingenierías

Dra. Naliny Patricia Guerra Prieto

Directora del Programa

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

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
RESUMEN	14
INTRODUCCIÓN	15
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	16
1.1 Antecedentes	16
1.2 Justificación	19
1.3 Hipótesis	19
1.4 Objetivos	19
<i>1.4.1 Objetivo general</i>	19
<i>1.4.2 Objetivos específicos</i>	19
1.5 Marco teórico	20
<i>1.5.1 Agricultura del café en Colombia</i>	20
<i>1.5.2 Especie café arábica</i>	20
<i>1.5.3 Partes del fruto del cafeto</i>	21
<i>1.5.4 Residuos obtenidos en el proceso de producción de café</i>	22
<i>1.5.5 Compuestos polifenólicos</i>	23
<i>1.5.6 Compuestos fenólicos simples</i>	23
<i>1.5.7 Flavonoides y estilbenos</i>	25
<i>1.5.8 Estilbenos</i>	25
<i>1.5.9 Lignina</i>	26
<i>1.5.10 Taninos</i>	27
1.6 Métodos de extracción	28
<i>1.6.1 Maceración</i>	28
<i>1.6.2 Extracción Soxhlet</i>	29

1.6.3	<i>Extracción asistida por ultrasonido (EAU)</i>	29
1.6.4	<i>Extracción asistida por microondas (EAM)</i>	30
1.7	Métodos de separación	30
1.7.1	<i>Filtración por succión</i>	30
1.7.2	<i>Destilación</i>	31
1.8	Determinación de polifenoles totales	31
1.8.1	<i>Método Folin-Ciocalteu (F-C)</i>	31
1.9	HPLC	32
1.10	Colorantes	33
1.10.1	<i>Clasificación de colorantes</i>	33
1.10.2	<i>Clasificación química</i>	33
1.11	Colorantes azoicos	34
1.12	Aguas residuales en la industria textil	35
1.12.1	<i>Partículas coloidales</i>	35
1.12.2	<i>Coagulación</i>	36
1.12.3	<i>Floculación</i>	36
2.	EXTRACCIÓN DE POLIFENOLES A PARTIR DE LA PULPA DE CAFÉ MEDIANTE UN DISEÑO EXPERIMENTAL	38
2.1	Metodología	38
2.2	Pretratamiento de la materia prima	39
2.2.1	<i>Molienda</i>	39
2.2.2	<i>Secado</i>	39
2.2.3	<i>Tamizado</i>	40
2.3	Caracterización	41
2.3.1	<i>Humedad</i>	41

2.3.2	<i>Cenizas</i>	42
2.4	Matriz de selección	42
2.5	Diseño de experimentos	43
2.6	Curva de calibración de ácido gálico	45
2.6.1	<i>Solución stock</i>	45
2.6.2	<i>Diluciones de ácido gálico</i>	45
2.6.3	<i>Barrido espectral</i>	45
2.6.4	<i>Curva patrón</i>	46
2.7	Extracción asistida por ultrasonido	48
2.7.1	<i>Preparación del solvente</i>	48
2.7.2	<i>Baño de ultrasonido</i>	48
2.7.3	<i>Filtración al vacío</i>	49
2.7.4	<i>Recuperación del solvente</i>	50
2.7.5	<i>Preparación de diluciones</i>	51
2.8	Cuantificación de polifenoles por método F-C	52
2.9	Caracterización HPLC y Espectrofotometría de masa	54
2.10	Superficies de respuesta	58
3.	SELECCIONAR EL FLOCULANTE QUE PERMITA OPTIMIZAR EL PROCESO DE COAGULACIÓN CONSIDERANDO CRITERIOS TÉCNICOS	65
3.1	Metodología	65
3.2	Curva de calibración Rojo Congo	66
3.2.1	<i>Barrido espectral del colorante</i>	66
3.2.2	<i>Curva de calibración</i>	66
3.3	Actividad coagulante	68
3.4	Comparación de floculantes seleccionados	72

3.4.1 Dosificación de coagulante y floculante de 20 mg/L	72
3.4.2 Dosificación de coagulante de 25 mg/L y floculante de 30 mg/L	73
3.4.3 Dosificación de coagulante y floculante de 25 mg/L con variación de pH	74
4. DETERMINAR LAS CONDICIONES ADECUADAS PARA LOGRAR UNA REMOCIÓN SATISFACTORIA DEL COLORANTE AZOICO UTILIZANDO EL FLOCULANTE SELECCIONADO	77
4.1 Metodología	77
4.2 Diseño de experimentos	78
4.3 Procedimiento experimental	79
4.4 Volumen de lodos	80
4.5 Superficies de respuesta	83
5. CONCLUSIONES	90
REFERENCIAS	91
ANEXOS	96

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1 <i>Relación entre dosificación, pH y turbidez removida</i>	16
Figura 2 <i>Relación de pH y concentración de coagulante para la remoción del colorante azul de metileno</i>	17
Figura 3 <i>Relación del pH y actividad de coagulante a diferentes concentraciones</i>	17
Figura 4 <i>Remoción de color para variación de pH y dosificación de extracto para el colorante amarillo ácido #36.</i>	18
Figura 5 <i>Remoción de color para variación de pH y dosificación de extracto para el colorante rojo ácido #88.</i>	18
Figura 6 <i>Especificaciones del grano de café arábica</i>	21
Figura 7 <i>Estructura del café</i>	22
Figura 8 <i>Residuos obtenidos en el proceso de la pulpa de café</i>	22
Figura 9 <i>Estructura general de los compuestos fenilpropanoides</i>	24
Figura 10 <i>Estructura química de la cumarina (A) y de la 7-hidroxycumarina o umbeliferona (B)</i>	24
Figura 11 <i>Estructura química del ácido gálico, componente de taninos hidrolizables</i>	25
Figura 12 <i>Estructura general de los compuestos flavonoides</i>	25
Figura 13 <i>Estructura química del resveratrol, perteneciente al grupo de los estilbenos</i>	26
Figura 14 <i>Estructura química de los monolignoles componentes de las ligninas</i>	27
Figura 15 <i>Estructura química de un ejemplo de taninos hidrolizables</i>	27
Figura 16 <i>Estructura química de los taninos condensados</i>	28
Figura 17 <i>Montaje para la extracción Soxhlet.</i>	29
Figura 18 <i>Montaje para filtración por succión</i>	31
Figura 19 <i>Ácido gálico.</i>	32
Figura 20 <i>Clasificación química de colorantes</i>	34
Figura 21 <i>Estructura de colorantes azoicos.</i>	35
Figura 22 <i>Diagrama de secuencia del objetivo 1.</i>	38
Figura 23 <i>Molienda de la pulpa de café</i>	39
Figura 24 <i>Pulpa de café seca</i>	40

Figura 25 <i>Montaje para la reducción del diámetro de partícula</i>	41
Figura 26. <i>Barrido espectral de Folin Ciocalteu</i>	46
Figura 27 <i>Preparación de curva de calibración</i>	47
Figura 28 <i>Curva de calibración</i>	47
Figura 29 <i>Preparación del solvente</i>	48
Figura 30 <i>Montaje para la EAU</i>	49
Figura 31 <i>Montaje para la filtración por succión</i>	49
Figura 32 <i>Montaje para separación usando rotaevaporador (heidolph).</i>	50
Figura 33 <i>Determinación de densidad del extracto.</i>	51
Figura 34 <i>Extracto antes y después de centrifugar para el análisis HPLC.</i>	55
Figura 35 <i>Lectura del ácido 3 – cafeoilquinico.</i>	57
Figura 36 <i>Lectura del ácido p-hidroxidihidrocumárico</i>	58
Figura 37 <i>Lectura del ácido ferúlico</i>	58
Figura 38 <i>Superficie de respuesta temperatura, S:L y CP.</i>	59
Figura 39 <i>Superficie de respuesta tiempo, S:L y CP.</i>	59
Figura 40 <i>Superficie de respuesta temperatura, tiempo y CP.</i>	60
Figura 41 <i>Diagrama de Pareto para el primer objetivo</i>	62
Figura 42 <i>Diagrama de secuencia para el segundo objetivo</i>	65
Figura 43 <i>Barrido espectral colorante Rojo Congo.</i>	66
Figura 44 <i>Diluciones de colorante Rojo Congo</i>	67
Figura 45 <i>Curva de calibración Rojo Congo.</i>	68
Figura 46 <i>Montaje test de jarras</i>	69
Figura 47 <i>Montaje test de conos Imhoff</i>	70
Figura 48 <i>Prueba de remoción del colorante usando solamente el coagulante</i>	71
Figura 49 <i>Prueba de remoción usando mismas cantidades de coagulante y floculante.</i>	72
Figura 50 <i>Test de jarras con coagulante de 25g/L y floculante 30g/L.</i>	74
Figura 51 <i>Gráfica de variaciones de pH usando dosificaciones de 25mg/L de los reactivos</i>	75
Figura 52 <i>Diagrama de secuencia para el tercer objetivo</i>	77
Figura 53 <i>Conos Imhoff de jarras del diseño de experimentos.</i>	80
Figura 54 <i>Conos Imhoff.</i>	81
Figura 55 <i>Superficie de respuesta de %remoción, pH, dosificación de coagulante</i>	85

Figura 56 <i>Superficie de respuesta de %remoción, pH, dosificación de floculante.</i>	85
Figura 57 <i>Superficie de respuesta de %remoción, dosificación de coagulante, dosificación de floculante</i>	86
Figura 58 <i>Diagrama de Pareto para el tercer objetivo</i>	88
Figura 59 <i>Diagrama de secuencia de determinación de humedad</i>	98
Figura 60 <i>Diagrama de secuencia de terminación de cenizas</i>	99
Figura 61 <i>Diagrama de secuencia preparación de solución stock.</i>	100
Figura 62 <i>Diagrama de secuencia disolución de ácido gálico</i>	101
Figura 63 <i>Diagrama de secuencia preparación de solvente</i>	102
Figura 64 <i>Diagrama de secuencia baño de ultrasonido</i>	103
Figura 65 <i>Diagrama de secuencia de filtración al vacío</i>	104
Figura 66 <i>Diagrama de secuencia para recuperación de solvente</i>	105
Figura 67 <i>Diagrama de secuencia de preparación de solución concentrada</i>	119
Figura 68 <i>Diagrama de secuencia de preparación de curva de calibración del colorante</i>	120
Figura 69 <i>Diagrama de secuencia del test de jarras</i>	121

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1 <i>Porcentaje de humedad de materia prima seca</i>	42
Tabla 2 <i>Porcentaje de humedad después de filtrado</i>	42
Tabla 3 <i>Matriz de decisión del método de extracción</i>	43
Tabla 4 <i>Factores y sus respectivos niveles para el diseño central compuesto</i>	44
Tabla 5 <i>Diseño central compuesto formulado en Minitab</i>	44
Tabla 6 <i>Preparación de diluciones</i>	52
Tabla 7 <i>Resultados de extracción en mg de ácido gálico equivalente por litro extraído en base seca</i>	53
Tabla 8 <i>Caracterización de todos los compuestos del extracto</i>	56
Tabla 9 <i>Análisis de varianza primer objetivo</i>	61
Tabla 10 <i>Remoción de colorante usando 20mg/L de coagulante a pH 2.</i>	71
Tabla 11 <i>Comparación de métodos de dosificación</i>	73
Tabla 12 <i>Comparación entre los floculantes seleccionados</i>	74
Tabla 13 <i>Factores del diseño de experimentos</i>	78
Tabla 14 <i>Diseño de experimentos central compuesto para el tercer objetivo</i>	79
Tabla 15 <i>Condiciones de diseño de experimentos.</i>	81
Tabla 16 <i>Diseño de experimentos central compuesto para el tercer objetivo.</i>	82
Tabla 17 <i>Resultados del diseño de experimento</i>	83
Tabla 18 <i>Análisis de varianza primer objetivo</i>	87
Tabla 19 <i>Información de los laboratorios, reactivos y materiales usados</i>	97
Tabla 20 <i>Resultados experimentales de la extracción (solvente)</i>	106
Tabla 21 <i>Resultados experimentales de la extracción (relación).</i>	107
Tabla 22 <i>Resultados experimentales de la extracción (ultrasonido)</i>	108
Tabla 23 <i>Resultados experimentales de la extracción (filtración)</i>	109
Tabla 24 <i>Resultados experimentales de la extracción (rotaevaporacion)</i>	110
Tabla 25 <i>Resultados experimentales de la extracción (Humedad de refinado).</i>	111
Tabla 26 <i>Resultados experimentales de la extracción (Densidad después de la extracción)</i>	112

Tabla 27 <i>Resultados experimentales de la extracción (Densidad después de la rotaevaporación).</i>	113
Tabla 28 <i>Cuantificación de polifenoles</i>	114
Tabla 29 <i>Resultados experimentales de la extracción (Cajas de Petri).</i>	115
Tabla 30 <i>Información de los laboratorios, reactivos y materiales usados para el segundo objetivo</i>	117

RESUMEN

La industria del teñido de textiles consume grandes cantidades de agua y produce volúmenes significativos de aguas residuales resultantes de los diversos procesos de teñido y acabado. El principal objetivo de este estudio es evaluar la eficacia del proceso de coagulación-floculación utilizando un coagulante natural obtenido a partir de compuestos polifenólicos mediante extracción asistida por ultrasonido. Al evaluar las condiciones de temperatura, relación sólido-líquido y tiempo, se logró una concentración máxima de compuestos polifenólicos de 8,77 mgGAE/gBS. Los resultados mostraron altos porcentajes de remoción del colorante Rojo Congo, especialmente con el uso de policloruro de aluminio como floculante, alcanzando hasta un 97,22% de remoción a pH 2. Estos hallazgos son prometedores en comparación con el uso de coagulantes convencionales como el sulfato de aluminio, sugiriendo un potencial impacto positivo en la industria de tratamiento de aguas residuales.

INTRODUCCIÓN

El tratamiento de aguas residuales es un proceso que implica la eliminación de contaminantes y sustancias no deseadas del agua utilizada por hogares, industrias y otras fuentes, antes de que esta sea liberada de nuevo al medio ambiente o reutilizada para diversos fines. Uno de los pasos para tratar el agua es la coagulación, usualmente mediante el uso de coagulantes, que en la mayoría de los casos son sales metálicas. Estos coagulantes logran un alto porcentaje de remoción de contaminantes, pero presentan inconvenientes, como cambios en el pH del agua y agotamiento de la alcalinidad.

Por otra parte, se están aprovechando recursos naturales, como la pulpa de café. Colombia, uno de los mayores exportadores de café del mundo, genera más de 12.000 toneladas anuales de residuos de café, que se utilizan principalmente en la industria agrícola y en la alimentación de animales. En esta industria, el 70% de los colorantes disponibles son azoicos, con más de 10.000 tonos para todas las variedades de colorantes utilizados. Estos colorantes son dañinos para la salud y representan un riesgo para el medio ambiente, además de presentar dificultades debido a su tamaño de partícula y la variedad de cargas que pueden tener.

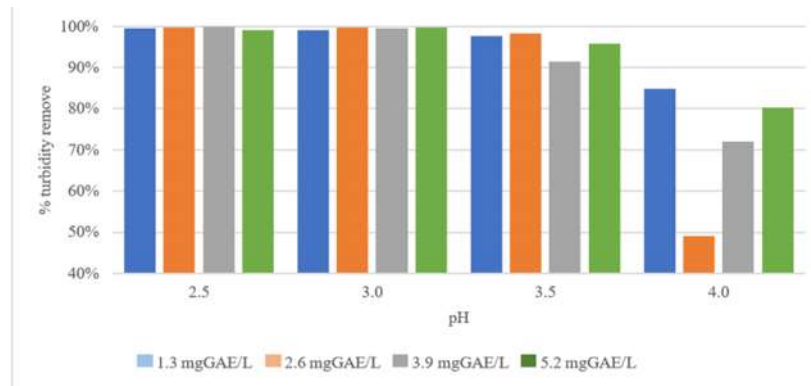
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1 Antecedentes

Varios estudios investigaron acerca de la eficacia de los polifenoles usados como coagulantes en diversas aplicaciones como aguas residuales de diferentes industrias en las que usa coagulantes frecuentemente, como lo son la industria textil o carbonera. Donde se realizaron estudios con elementos claves para parametrizar los coagulantes, como son las pruebas de remoción de “caolín” siendo un material de arcilla, siendo un patrón para la remoción de partículas coloidales, considerando el porcentaje de remoción como se puede evidenciar en los resultados reportados por Correa-Mahecha [1], donde, a concentraciones de 1,3 mg GAE/L en pH ácidos se puede llegar a un porcentaje de remoción de 99,8%.

Figura 1

Relación entre dosificación, pH y turbidez removida

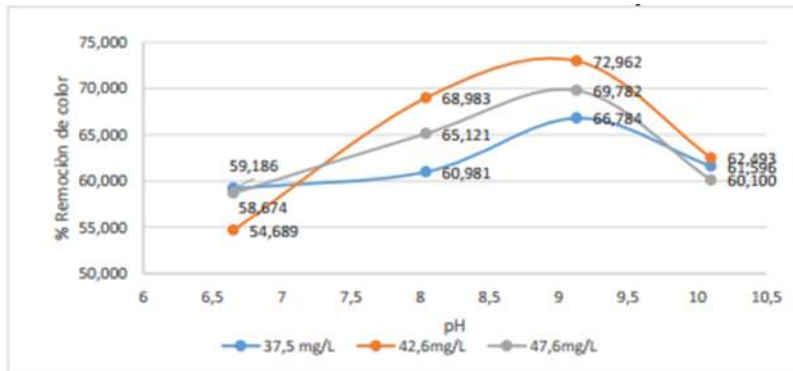


Nota. Diagrama de barras de remoción de turbidez a diferentes dosificaciones de coagulante y diferente pH. Realizado por Correa-Mahecha.

Por otra parte, se tiene en cuenta el estudio de C. Musalan [2] que hace uso del agua sintética con colorantes textiles como azul de metileno y verde malaquita.

Figura 2

Relación de pH y concentración de coagulante para la remoción del colorante azul de metileno

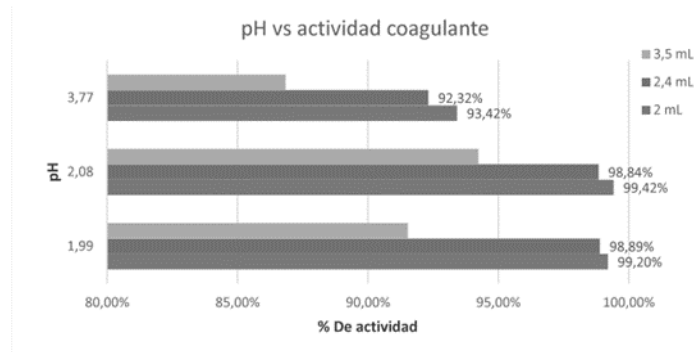


Nota. Grafica de funcionamiento del coagulante en base a la remoción del colorante azul de metileno, usando varias dosificaciones y valores de pH. Realizado por Mariana Cristina Musalan.

Además del aporte realizado por L. Nuván y M. Rojas [3], donde realizaron la evaluación del coagulante en aguas de la industria carbonera en diferentes periodos del año donde cambia significativamente los sólidos presentes en estas muestras de agua, en la Figura 3. Se muestra una gráfica resumiendo la actividad del coagulante a base de polifenoles.

Figura 3

Relación del pH y actividad de coagulante a diferentes concentraciones

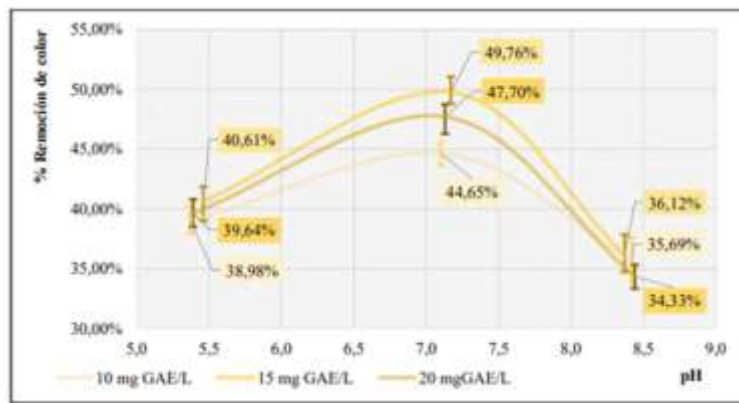


Nota. Gráfica de barras mostrando el porcentaje de actividad del coagulante con la variación de pH y dosificaciones del coagulante en las aguas seleccionadas. Realizado por Nuvan Vargas Laura Natalia y Rojas Nariño Melissa Margarita.

Como antecedente principal de la eficiencia de los taninos en colorantes azoicos se puede mencionar a A. Mejía y L. Moreno [4] que hacen una investigación de la extracción de los polifenoles a partir de diferentes materias primas del café como lo son casara fresca y deshidratada además de semillas verdes de café, usando el método de extracción por ultrasonidos, además, realizando un estudio de remoción de color de los colorantes azoicos amarillo ácido #36 y rojo ácido #88 teniendo las siguientes curvas de efectividad.

Figura 4

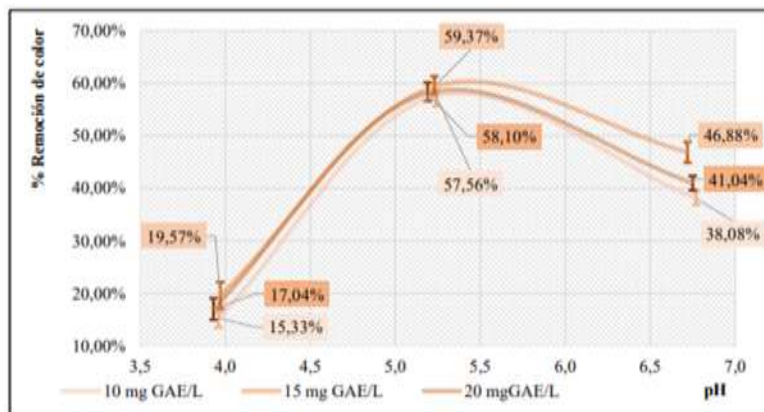
Remoción de color para variación de pH y dosificación de extracto para el colorante amarillo ácido #36.



Nota. Remoción del colorante amarillo #36 con variación de pH y dosificación de coagulante

Figura 5

Remoción de color para variación de pH y dosificación de extracto para el colorante rojo ácido #88.



Nota. Remoción del colorante rojo #88 con variación de pH y dosificación de coagulante

1.2 Justificación

El desarrollo de esta investigación, realizada únicamente a escala laboratorio, pretende reducir el uso de coagulantes y floculantes inorgánicos usados en la industria textil como las sales metálicas, reduciendo la contaminación de los lodos formados por este tipo de compuestos usando alternativas amigables con el medio ambiente, mediante coagulantes orgánicos, evitando el riesgo de contaminación de efluentes cercanos.

La relevancia de este proyecto se puede observar desde varios puntos, comenzando por el uso de las mencionadas sales metálicas en el tratamiento de aguas con colorantes azoicos, siendo poco efectivos al neutralizar las cargas de este tipo colorantes, pudiendo afectar la salud de las personas en contacto con esos vertimientos, y el aprovechamiento de residuos orgánicos siendo la pulpa de café, residuo usado en la agricultura, volviéndolo una materia prima para un proceso de alto valor, siguiendo los objetivos del CONPES (Consejo Nacional de Política Económica y Social, Departamento nacional de planeación), como delimitación el proyecto solo se evaluara a nivel laboratorio .

1.3 Hipótesis

Se anticipa una posible mejora en la eficiencia de la remoción del colorante mediante el uso de floculantes, considerando factores como la dosificación y el pH. Además, se evaluará la compatibilidad de diferentes tipos de floculantes con el coagulante utilizado. Asimismo, se definirán las condiciones óptimas para la extracción de polifenoles, teniendo en cuenta variables como el tiempo, la temperatura y la relación sólido-líquido.

1.4 Objetivos

1.4.1 Objetivo general

Evaluar el rendimiento de diferentes floculantes en la eliminación de colorantes azoicos presentes en muestras de agua, empleando polifenoles extraídos de la pulpa de café como un coagulante orgánico.

1.4.2 Objetivos específicos

- Realizar la extracción eficiente de polifenoles a partir de la pulpa de café mediante un diseño experimental.
- Seleccionar el floculante que permita optimizar el proceso considerando criterios técnicos.

- Determinar las condiciones adecuadas para lograr una remoción satisfactoria del colorante azoico del agua sintética utilizando el floculante seleccionado.

1.5 Marco teórico

1.5.1 Agricultura del café en Colombia

El café colombiano posee una calidad destacada a nivel mundial, lo que le ha dado un gran prestigio, tiene ventajas competitivas en el mercado internacional, se le reconoce una prima o sobreprecio por factores como su origen geográfico, con las condiciones climáticas y de suelos de sus de Investigaciones de Café, su origen botánico, la especie y variedades sembradas, la cultura cafetera del país y los procesos y operaciones realizados hasta la obtención del producto para exportación y consumo [5].

Los mayores productores de este son Brasil, Colombia, Etiopía y Honduras, Durante la temporada de cultivo 2022/23, las exportaciones de café colombiano descendieron a 11,9 millones de sacos de 60 kilogramos, frente a los 12,36 millones de sacos del año anterior. Se pronosticó que las exportaciones de café del país sudamericano alcanzarán los 12,1 millones de sacos en 2023/24 [6].

1.5.2 Especie café arábica

Los granos de café colombianos son famosos en todo el mundo y sirven el café de mejor sabor en todo momento. Uno de los factores más importantes que hace que el café colombiano sea único es que produce casi exclusivamente café Arábica. El arábica generalmente se considera el tipo de grano superior (a diferencia del Robusta), por lo que el dominio de la producción en Colombia habla de la calidad general del país, las variedades más populares que se siembran en Colombia: Typica, Bourbon, Maragogipe, Tabi, Caturra, Castillo y Variedad Colombia. Estas pueden ser de porte alto o de porte bajo, y se caracterizan por tener frutos rojos o amarillos [7].

Figura 6

Especificaciones del grano de café arábica

Género:	Coffea
Especie:	Coffea arabica L.
Familia:	Rubiáceas
Origen:	África Oriental
Lluvia anual:	1.500 – 2000 mm/m ²
pH	Ligeramente ácido
Temperatura:	20-25 °C
Características:	Arbusto de 3 m y libremente puede crecer hasta 7 m de altura, con ramas redondeadas, hojas opuestas, peciolo corto, flores blancas aromáticas. El fruto es una drupa esférica u oval más o menos carnosa, contiene dos semillas.

Nota. Muestra la especificación del café tomado para este proyecto. Realizado por Curay Alejandra

1.5.3 Partes del fruto del cafeto

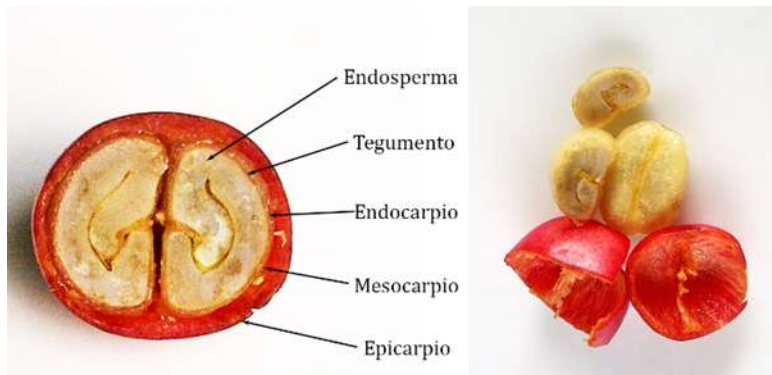
Hay alrededor de 70 especies de este arbusto de las cuales solo 10 se usan para producir café comercial [8]. El fruto del cafeto es similar a una pequeña «cereza». En principio son verdes, y en la medida en que van madurando se vuelven rojos; o en algunos casos amarillos. En el interior de cada fruto hay dos semillas separadas por un surco; son los granos del café, protegidos por una película plateada y recubiertos por una piel amarilla [9].

El fruto del cafeto este compuesto de las siguientes partes:

- Endosperma: el grano de café como tal. Es la parte del fruto que, una vez tostada y molida, se utiliza para la producción de la bebida del café [9].
- Tegumento: también llamado piel plateada. Es una cubierta o película muy delgada y plateada [9].
- Endocarpio: cubierta dura llamada pergamino o cáscara, y cuando se seca la semilla se separa del grano de café [9].
- Mesocarpio: sustancia gelatinosa llamada baba o mucílago, que queda una vez el café se descereza y se le retira por fermentación [9].
- Epicarpio: Una cubierta o piel exterior del fruto, conocida como pulpa del café. Puede ser rojo o amarillo [9].

Figura 7

Estructura del café



Nota. Representa la estructura morfológica de la semilla del café. Tomado de: Gélvez, J.

Según la federación nacional de cafeteros de Colombia “el proceso del café se estima que menos del 5% de la biomasa generada se aprovecha en la elaboración de la bebida, el resto queda en forma de residual representado en materiales lignocelulósicos”, lo que indica que alrededor del 95% del grano producido por la planta serán residuos que serán eliminados en la extracción del grano de café [10].

1.5.4 Residuos obtenidos en el proceso de producción de café

Figura 8

Residuos obtenidos en el proceso de la pulpa de café

Proceso	Residuo obtenido	Pérdida (en gramos)
Despulpado	Pulpa fresca	436
Desmucilaginado	Mucílago	149
Secado	Agua	171
Trilla	Pergamino	42
	Película plateada	
Torrefacción	Volátiles	22
Preparación bebida	Borra	104
Pérdida acumulada		924

Nota. Muestra la cantidad en gramos de pérdida por cada etapa del proceso de beneficio e industrialización de 1000 g de café cereza. Realizado por Curay Alejandra.

En la Figura 8 queda evidenciado que, por cada kg de café, el 92,4% son residuos lignocelulósicos, además de la pérdida de granos de café por frutos que se caen de la planta antes de la cosecha o granos verdes recolectados, siendo este uno de los principales residuos que se está. En la industria

del café, solamente se utiliza alrededor de 9,5% del peso del fruto fresco en la preparación de la bebida, el 90,5% queda en forma de residuos. La pulpa es la parte más voluminosa, representa entre el 40 - 56% en peso de este, además de contener agua (20%), pulpa (41%), cascarilla (4,5%), mucílago (16%) [8].

1.5.5 Compuestos polifenólicos

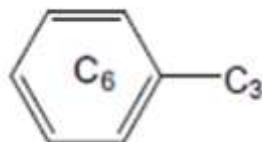
Los compuestos fenólicos tienen su origen en el mundo vegetal. Son unos de los principales metabolitos secundarios de las plantas y su presencia en el reino animal se debe a la ingestión de éstas [11]. Las plantas sintetizan una gran cantidad de metabolitos primarios y secundarios. Los metabolitos secundarios son moléculas orgánicas que, a diferencia de los primarios, no parecen tener una función directa en procesos fotosintéticos, respiratorios, asimilación de nutrientes, transporte de solutos o síntesis de proteínas, carbohidratos o lípidos reportados por D. A. Martín Gordo [11]. Existen diversos criterios para clasificar a los compuestos fenólicos. En el presente capítulo se dará una versión resumida de los distintos grupos que comprenden. No se pretende detallar las numerosas clases que abarca este grupo tan diverso, sino solo señalar la diversidad de este grupo [12].

1.5.6 Compuestos fenólicos simples

1.5.6.a Fenilpropanoides. Comparten la estructura fundamental fenilpropanoide, portando una cadena lateral, lineal, de tres átomos de carbono que se encuentra unida al anillo fenilo constituido por seis carbonos (Figura 9). Los fenilpropanoides representan las unidades centrales que componen a prácticamente todos los compuestos fenólicos [13].

Figura 9

Estructura general de los compuestos fenilpropanoides

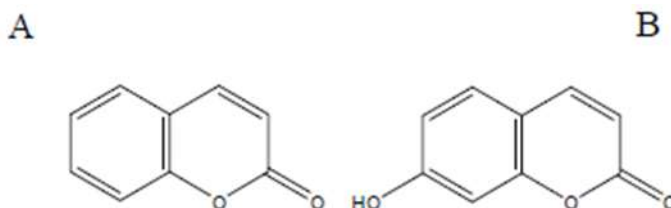


Nota. Estructura de fenilpropanoides. Realizado por S. Z. Viña.

1.5.6.b Cumarinas e hidroxycumarinas. Presentan el esqueleto básico fenilpropanoide, pero difieren de los fenilpropanoides simples en que la cadena lateral forma una estructura cíclica se pueden mencionar ejemplos de la cumarina, la umbeliferona (7-hidroxycumarina) (Figura 11 A y B), la esculetina (6,7- dihidroxycumarina) y la escopoletina (7-hidroxi-6-metoxicumarina) [13].

Figura 10

Estructura química de la cumarina (A) y de la 7-hidroxycumarina o umbeliferona (B)

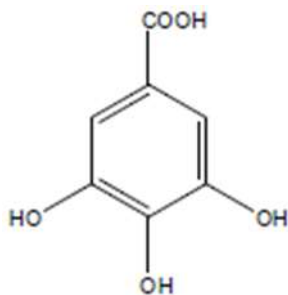


Nota. Estructura de fenilpropanoides. Realizado por S. Z. Viña.

1.5.6.c Derivados del ácido benzoico. Los compuestos fenólicos derivados del ácido benzoico presentan una estructura C₆-C₁, como se observa en las estructuras químicas de la vainillina y del ácido salicílico, además en este grupo se puede mencionar los ácidos gálicos y sus derivados, estos componentes también están presentes en una clase de taninos, llamados taninos hidrolizables [13].

Figura 11

Estructura química del ácido gálico, componente de taninos hidrolizables



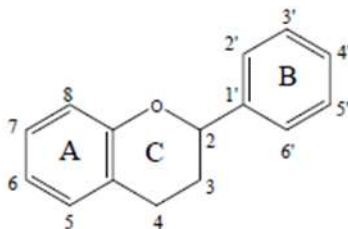
Nota. Estructura de fenilpropanoides. Realizado por S. Z. Viña

1.5.7 Flavonoides y estilbenos

1.5.7.a Flavonoides. Los flavonoides son un grupo muy diverso de compuestos fenólicos, de los cuales se conocen más de 6.000 estructuras diferentes. El esqueleto común a todos los integrantes del grupo consta de dos anillos de seis átomos de carbono (designados con las letras A y B) unidos mediante un puente de tres átomos de carbono que por lo común forma un tercer ciclo (anillo C), Dependiendo del grado de oxidación del anillo central, se obtienen las diferentes estructuras de cada compuesto flavonoide en particular [13].

Figura 12

Estructura general de los compuestos flavonoides



Nota. Estructura de fenilpropanoides. Realizado por S. Z. Viña.

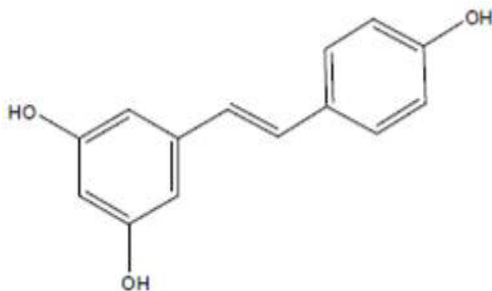
1.5.8 Estilbenos

La estructura de los estilbenos está representada por dos anillos fenilo unidos entre sí mediante un puente de dos átomos de carbono. Se encuentran en un grupo relativamente pequeño de especies (pino, vid, maní, entre otras). Particularmente, se los ha mencionado como sustancias con efectivas propiedades antifúngicas [13].

Dentro del grupo de los estilbenos se ubica al resveratrol (Figura 13), un compuesto que actúa como fitoalexina, hallado en concentraciones relativamente elevadas en las uvas y consiguientemente en vinos tintos [13].

Figura 13

Estructura química del resveratrol, perteneciente al grupo de los estilbenos



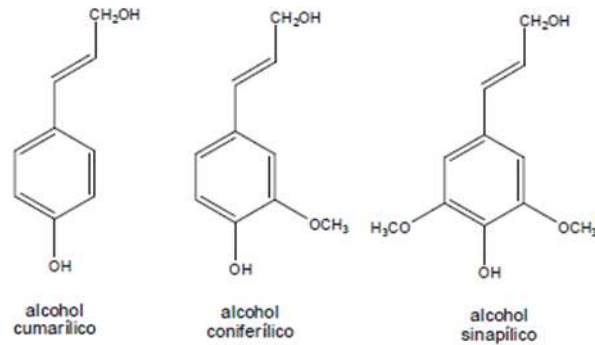
Nota. Estructura de fenilpropanoides. Realizado por S. Z. Viña.

1.5.9 Lignina

Se trata de un polímero complejo, heterogéneo, formado mayoritariamente por derivados fenilpropanoides que corresponden a los llamados monolignoles: los alcoholes p-cumarílico, coniferílico y sinapílico (Figura 14). La diferencia estructural entre estos compuestos radica en la cantidad y posición de los grupos metoxilo unidos al anillo fenilo. Debido a las diversas estructuras de resonancia, se establecen muchas combinaciones posibles en el polímero complejo. La mayoría de los monolignoles reaccionan para formar uniones C-C o C-O-C, construyendo un polímero altamente ramificado [13].

Figura 14

Estructura química de los monolignoles componentes de las ligninas



Nota. Estructura de fenilpropanoides. Realizado por S. Z. Viña.

1.5.10 Taninos

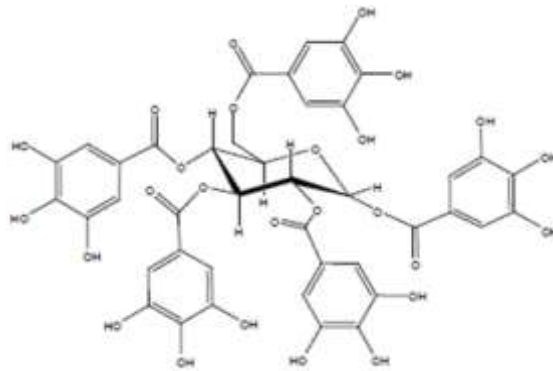
Los taninos son una variedad de polifenoles vegetales usados en el proceso de curtiembre para convertir la piel de los animales en cuero y hacerla así resistente al agua, al calor y al ataque de los microorganismos [13].

Los taninos se agrupan en dos clases principales:

- Taninos hidrolizables: se caracterizan por presentar estructura de glicósidos. La porción no glucídica (aglicón) corresponde a moléculas de ácido gálico o su dímero, el ácido elágico. En los azúcares suele estar presente la glucosa (Figura 15) [13].

Figura 15

Estructura química de un ejemplo de taninos hidrolizables

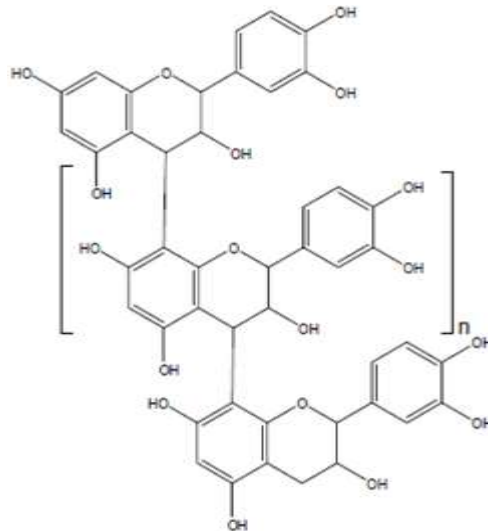


Nota. Estructura de fenilpropanoides. Realizado por S. Z. Viña.

- Taninos condensados: se trata en este caso de polímeros cuyas estructuras están relacionadas con los compuestos flavonoides. Reciben también el nombre de proantocianidinas, proantocianidoles o leucoantocianidinas (Figura 16) [13].

Figura 16

Estructura química de los taninos condensados



Nota. Estructura de fenilpropanoides. Realizado por S. Z. Viña

1.6 Métodos de extracción

Tradicionalmente la extracción de compuestos polifenólicos se ha llevado a cabo mediante técnicas convencionales como la maceración y extracción Soxhlet, en las que se utiliza agua y disolventes orgánicos como etanol, acetona, metanol, entre otros. Sin embargo, aunque estos métodos son procedimientos sencillos, presentan una serie de limitaciones: baja selectividad, rendimientos de extracción reducidos, requieren mucho tiempo, así como el uso de grandes cantidades de disolventes orgánicos que en algunos casos pueden ser tóxicos. Debido a estos inconvenientes, estas técnicas convencionales están siendo sustituidas por métodos de extracción alternativos o no convencionales, que generalmente utilizan una fuente de energía para aumentar la transferencia de los compuestos polifenólicos al disolvente. Entre estos métodos se encuentran la extracción asistida por ultrasonido (EAU) y la extracción asistida por microondas (EAM) [14].

1.6.1 Maceración

Es un proceso de extracción simple que consiste en remojar una muestra pulverizada en el solvente apropiado en un sistema cerrado, seguido de una agitación constante a temperatura ambiente.

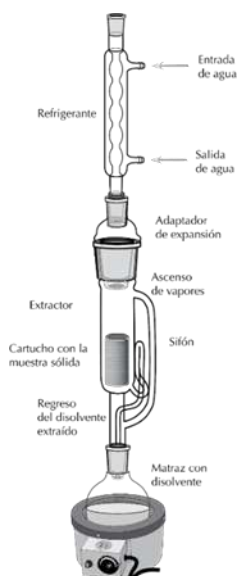
Después de la extracción, se lleva a cabo un proceso de separación entre las partes sólidas y el disolvente, generalmente mediante filtración o decantación. Aunque esta es una técnica sencilla, tiene la desventaja de requerir mucho tiempo y grandes volúmenes de disolventes [15].

1.6.2 Extracción Soxhlet

En cuanto al método de extracción Soxhlet, la muestra se coloca dentro de un dedal y se agrega el disolvente en el matraz redondo. Durante el proceso de extracción, al calentarse, el solvente se vaporiza, se condensa y gotea sobre la muestra sólida. La cámara de disolvente se llena hasta que el tubo de sifón inicia un intercambio de disolvente, permitiendo que el extracto fluya de nuevo al matraz [16]. Aunque esta técnica es simple, también presenta algunos inconvenientes, como el uso de grandes cantidades de muestras, largos tiempos de extracción, y grandes volúmenes de disolvente [17].

Figura 17

Montaje para la extracción Soxhlet.



Nota. Montaje para la extracción Soxhlet. Realizado por L. Shi, W. Zhao, Z. Yang, V. Subbiah, y H. A. R. Suleria

1.6.3 Extracción asistida por ultrasonido (EAU)

Este método es una técnica de extracción sencilla que utiliza la influencia mecánica inducida mediante la explosión de microburbujas para desorganizar el tejido que facilita la difusión de los fitoquímicos de la sustancia al disolvente. El proceso experimental generalmente requiere el uso de ultrasonidos con un rango de frecuencia entre 20 y 2000 kHz para aumentar la permeabilidad

de la pared celular y producir cavitación. La EAU, según diversos estudios, garantiza una extracción más rápida y eficiente de los polifenoles con una descomposición minimizada de los compuestos en relación con otras técnicas de extracción [15].

1.6.4 Extracción asistida por microondas (EAM)

Es un método de extracción que utiliza energía de microondas para calentar el solvente que contiene la muestra, lo que permite la partición de los compuestos polifenólicos de la matriz de muestra del solvente. En comparación con la extracción convencional, la migración selectiva de los compuestos objetivo podría transferirse de los materiales a los alrededores en un tiempo más corto gracias a la temperatura y presión altamente localizadas generadas durante la MAE. Además, los requisitos de espacio tiempo y disolvente son menores. Sin embargo, el coste energético durante este proceso puede ser mayor [18].

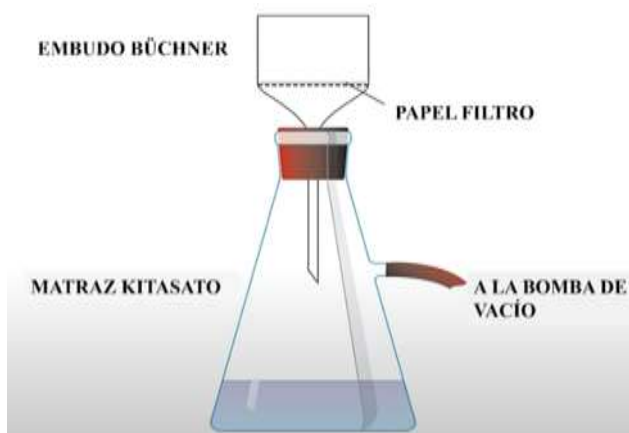
1.7 Métodos de separación

1.7.1 Filtración por succión

La filtración por succión, también conocida como filtración al vacío, es una técnica utilizada para separar sólidos de líquidos. Esta separación se logra aprovechando la gravedad y creando un diferencial de presión entre el exterior e interior del Kitasato mediante el uso de una bomba de vacío, lo que causa que la presión atmosférica permita que el líquido pase a través del papel filtro mucho más rápido, mientras las partículas sólidas quedan atrapadas en la superficie del papel [19].

Figura 18

Montaje para filtración por succión



Nota. Montaje de filtración al vacío

1.7.2 Destilación

La destilación es un proceso para separar los componentes de una mezcla líquida que tienen diferentes puntos de ebullición. Para ello, se le suministra calor a la mezcla hasta que el componente con menor punto de ebullición comience a evaporarse y se separe en forma de vapor. Luego, este vapor pasa a través de un condensador, donde se enfría y vuelve a estado líquido, obteniendo así el destilado en otro recipiente.

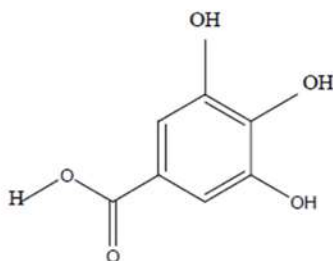
1.8 Determinación de polifenoles totales

1.8.1 Método Folin-Ciocalteu (F-C)

El ensayo Folin-Ciocalteu (F-C) es el método de referencia para determinar y cuantificar compuestos fenólicos en una amplia variedad de alimentos y muestras biológicas debido a su simplicidad y reproducibilidad [20] según la norma ISO 14502-1:2005 [21]. Se basa en que los compuestos fenólicos reaccionan con el reactivo de Folin. Esta reacción, de naturaleza redox, da paso a la oxidación de los polifenoles presentes en la muestra, generando una coloración azulada que presenta un máximo de absorción a 765 nm, lo que permite su cuantificación por espectrofotometría utilizando una curva de calibración patrón de ácido gálico [22].

Figura 19

Ácido gálico.



Nota. Estructura química del ácido gálico. Realizado por Cristian Vargas.

La selección del ensayo F-C sobre otras técnicas generalmente se basa en su reputación de confiabilidad. Además, es relativamente económica en comparación con otros métodos, lo que lo hace fácil de integrar en prácticas a escala laboratorio [20].

1.9 HPLC

La separación de mezclas de polifenoles se realiza casi siempre mediante HPLC, por su peso molecular, polaridad y estereoquímica.^{18 19 26} Se usaron tanto fase reversa como fase normal para ello, por ejemplo, la segunda se usó en mezclas de oligómeros de procianidinas.

Fase reversa: Es la primera opción para analizar la mayoría de las muestras, especialmente, aquellas que contienen sustancias neutras o no ionizadas, solubles, en mezclas de compuestos orgánicos y agua. La fase estacionaria es hidrofóbica mientras que la fase móvil es un líquido polar, normalmente una mezcla de agua-metanol o agua-acetonitrilo [23].

Fase normal: Este método separa los analitos con base en su polaridad. La fase estacionaria (usualmente sílice) es polar, mientras la móvil es no polar. Se emplea como segunda opción cuando ninguna de las anteriores funciona; aunque es la primera opción para muestras lipofílicas que no se disuelven bien en mezclas de agua y compuestos orgánicos o mezclas de isómeros. Las sustancias comúnmente usadas como fase móvil para este método son: hexano, cloruro de metileno, cloroformo, éter dietílico y mezclas de estos [23].

El uso de fase reversa es más habitual, aunque supone en muchas situaciones un par de dificultades. Comenzando con la dificultad de separar y el solapamiento de picos. En estos casos se hace uso

de un gradiente binario de solventes polares, generalmente agua/ metanol o agua/acetonitrilo, el gradiente comienza con un alto porcentaje de agua e incrementando proporcionalmente el porcentaje del disolvente menos polar. En estos casos el HPLC, se encuentra acoplado a un detector de arreglo de diodos (DAD) donde los compuestos fenólicos se pueden detectar entre 240-285 nm y entre 300-330 nm [23].

La espectrometría de masas es muy usada en estos casos, ya que permite determinar masas exactas al igual que fragmentaciones tanto MS2 como MS3, que facilitan la elucidación de compuestos y su cuantificación.

1.10 Colorantes

1.10.1 Clasificación de colorantes

Para que una sustancia se considere colorante, además de poseer color (o desarrollarlo mediante una reacción química) debe poder transferirlo al medio al que se aplica; hay sustancias cromógenas específicas para diferentes sustratos, dependiendo del criterio que se maneje por su agrupación, hay varias formas de clasificar los materiales cromométricos, teniendo dos enfoques para clasificar estas sustancias [24].

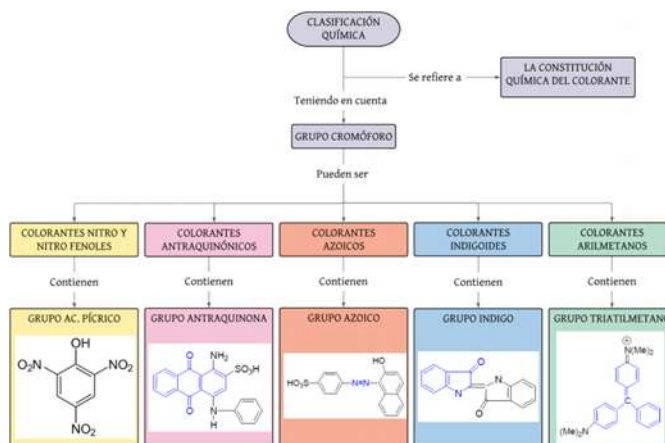
- Los métodos de aplicación en el teñido de fibras: clasificación tintórea.
- La constitución química del colorante: clasificación química. (descrita a continuación)

1.10.2 Clasificación química

Para esta clasificación se considera el grupo cromóforo presente en la molécula colorante, el grupo funcional con una alta densidad electrónica correspondiente a la longitud de onda de alguna zona visible en la escala de radiaciones electromagnéticas. En la Figura 20 se puede entender más a detalle esta clasificación.

Figura 20

Clasificación química de colorantes



Nota. Mapa conceptual donde se puede denotar la clasificación química que se le otorga a los colorantes y se destaca los colorantes azoicos empleados en este estudio. Realizado por E Marcano, D.

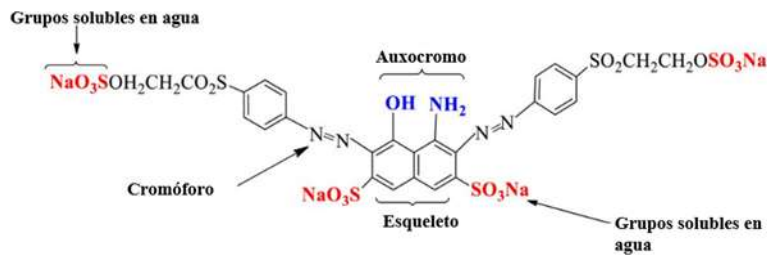
1.11 Colorantes azoicos

Los colorantes azoicos representan el mayor volumen de la industria química de tintes en la actualidad, aproximadamente el 70% de los colorantes usados en la industria son colorantes azoicos, estos se sintetizan a partir de un método diazotización y acoplamiento, estos compuestos se caracterizan por el grupo funcional ($R-N=N-R'$) que une dos radicales alquilo o arilo, idénticos o no azoicos, simétricos y/o asimétricos [25].

Los colorantes azoicos son los colorantes sintéticos más importantes que se han utilizado ampliamente en la industria textil, la impresión, la fabricación de papel, etc. Además de los efectos nocivos de los colorantes azoicos sobre los seres humanos y la vida acuática, han despertado demandas urgentes para el tratamiento de los efluentes que contienen colorantes azoicos para eliminarlos o convertirlos en productos útiles y seguros, En general, la estructura química de un colorante azoico está representada por una columna vertebral, los grupos auxocromos, los grupos cromóforos y los grupos solubles según Figura 21 El color de los tintes azoicos está determinado por los enlaces azo ($R-N=N-R'$) y sus cromóforos y auxocromos asociados [26].

Figura 21

Estructura de colorantes azoicos.



Nota. Estructura de un colorante azoico. Realizado por S. Benkhaya, S. M'rabet, y A. El Harfi

1.12 Aguas residuales en la industria textil

La industria textil es uno de los sectores de mayor consumo de agua, ya que utiliza grandes cantidades para las etapas de teñido, acabado y lavado. Esto implica generar un gran volumen de aguas residuales, con un color intenso y una alta cantidad de químicos, utilizados durante la solubilización del tinte. La composición de estas aguas residuales depende del tipo de tejido, del teñido y de los químicos auxiliares utilizados en el proceso. Actualmente se emplean más de 100.000 colorantes textiles diferentes. Existen varias tecnologías para la eliminación de estos colorantes dependiendo de sus concentraciones [25]. Este trabajo, se enfoca en los procesos fisicoquímicos de coagulación y floculación.

1.12.1 Partículas coloidales

Los coloides son partículas de muy bajo diámetro responsables de la turbidez o el color del agua superficial. El diámetro del coloide está entre 1 μm y 1 nm. La relación superficie/volumen confiere a los coloides muy buenas propiedades de adsorción de iones libres. Este fenómeno de adsorción de iones implica la presencia de una carga electrónica en su superficie que provoca algunas fuerzas de repulsión. Por eso los coloides son tan estables en solución [27].

- Coloides hidrofóbicos: son los responsables de la coloración del agua y básicamente son de origen orgánico con una parte R-NH₂ o R-OH. Estas partes electronegativas crean enlaces de hidrógeno con las moléculas de agua. Esta capa se opone al encuentro del coloide y es un factor de estabilización [27].
- Coloides hidrofílicos: son de origen mineral. En su superficie se concentran cargas negativas que provocan una aglomeración imposible [27].

Por su bajísima velocidad de sedimentación, la mejor forma de eliminarlos es coagulación de partículas. El objetivo de este paso es desestabilizar la carga electrostática coloidal para favorecer el encuentro y su futura aglomeración durante el paso de floculación [27].

1.12.2 Coagulación

Las partículas coloidales llevan cargas en su superficie que conducen a la estabilización de la suspensión. Por lo tanto, en el proceso de coagulación, las partículas suspendidas se eliminan combinando partículas pequeñas en partículas grandes [28].

- **Coagulantes inorgánicos:** Como lo es el sulfato de alúmina en estado sólido, líquido o sal. También los polímeros de aluminio, como las sales de aluminio que se condensan dando lugar a polímeros que son capaces de coagular, estos son los tipos más usados de coagulantes en la industria [29].
- **Coagulantes orgánicos:** Como lo son los polielectrolitos, a su vez, pueden ser de origen natural o sintéticos.
- **De origen natural:** En ocasiones son considerados auxiliares de la coagulación o coadyuvantes, derivados del almidón o la celulosa [29].
- **Sintéticos:** Macromoléculas de cadena larga como el óxido de polietileno o la poliacrilamida [29].

1.12.3 Floculación

El proceso de floculación es una etapa de mezcla suave que aumenta el tamaño de las partículas desde microflocs hasta partículas suspendidas grandes y visibles llamadas pin-flocs. Las colisiones adicionales entre pin-flocs hacen que produzcan 'macro-flocs' aún más grandes. Los floculantes ayudan en esto al ser polímeros de cadena larga con baja carga que implican entrelazamiento, fuerzas de Van der Waal mejoradas y enlaces de hidrógeno entre las partículas. Cuando estos flóculos alcanzan un tamaño y resistencia óptimos, el agua está lista para la separación sólido-líquido [30].

- **Agentes adsorbentes:** Su misión consiste en dar mayor peso a los flóculos ligeros, adicionando arcillas bentoníticas, al añadirse los flóculos formados mejoran su densidad, se usa carbonato de calcio pulverizado [29].

- Sílice activa: Se obtiene a partir de silicato sódico, en disolución, el cual actúa neutralizando con ácido parte de la alcalinidad, hoy en día es muy poco usado, siendo reemplazado por los polielectrolitos [29].
- Polielectrolitos: Son polímeros de alto peso molecular pudiéndose obtener de distintas formas, ya sea natural o sintéticos, estos pueden ser usados como coagulantes solamente o como coadyuvantes como es el caso de los floculantes, este presenta una dosificación óptima como se cómo la sílice, donde al agregar más compuesto se obtiene menor rendimiento [29].

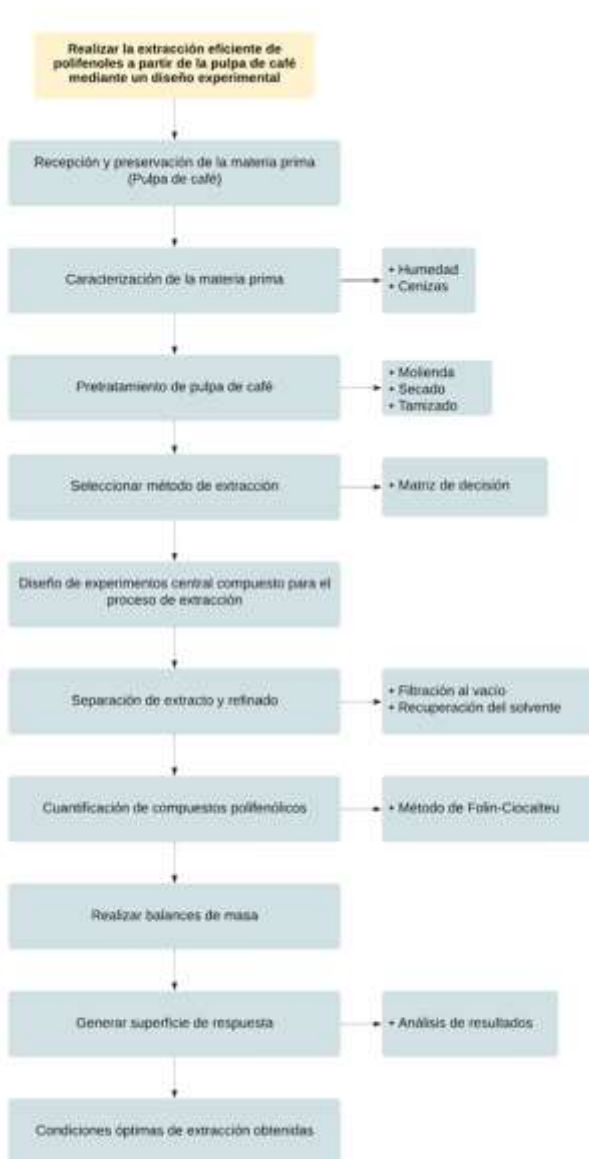
2. EXTRACCIÓN DE POLIFENOLES A PARTIR DE LA PULPA DE CAFÉ MEDIANTE UN DISEÑO EXPERIMENTAL

2.1 Metodología

El diagrama de secuencia representado en la Figura 22 a continuación, describe las actividades realizadas para cumplir el objetivo establecido.

Figura 22

Diagrama de secuencia del objetivo 1.



Nota. Diagrama de secuencia para realizar cumplir el primer objetivo.

2.2 Pretratamiento de la materia prima

2.2.1 Molienda

Para que la pulpa de café sea fácilmente manipulable en la caracterización, se reduce su tamaño de partícula con un molino manual (CORONA), según la Figura 23.

Figura 23

Molienda de la pulpa de café



Nota. Molienda de la pulpa de café.

2.2.2 Secado

Dado que el proyecto implica trabajar con la materia prima en su base seca, se colocan 250 g de pulpa de café en el horno a una temperatura de 80°C durante 12 horas aproximadamente.

Figura 24

Pulpa de café seca



Nota. Pulpa de café seca.

2.2.3 Tamizado

Para beneficiar la interacción entre la pulpa y el solvente, se decide reducir el diámetro de partícula a 1,18 mm, esto con la ayuda del tamiz estándar correspondiente a la malla número 16 del laboratorio de las instalaciones de la universidad. El montaje se realizó como se muestra en la Figura 25.

Figura 25

Montaje para la reducción del diámetro de partícula



Nota. Montaje para la reducción del diámetro de partícula.

2.3 Caracterización

2.3.1 Humedad

Para determinar la humedad presente en la materia prima se sigue la norma Icontec NTC 2558 [31], que corresponde al procedimiento del Anexo 1. Se realiza en varios puntos este análisis, inicialmente se realiza el procedimiento en la materia después de secarla, obteniendo un promedio de 9,1619%.

Para calcular el porcentaje de humedad se usa la ecuación 1, presentada a continuación [31].

Ecuación 1

Ecuación de pérdida de masa

$$\% \text{ Humedad} = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m_0)} \times 100$$

- m_0 : Es la masa, en gramos, del crisol.
- m_1 : Es la masa, en gramos, del crisol y la porción de ensayo antes del secado.
- m_2 : Es la masa, en gramos, del crisol y la porción de ensayo después del secado.

Tabla 1*Porcentaje de humedad de materia prima seca*

Muestra	m ₀ (g)	m ₁ (g)	m ₂ (g)	Humedad (%)	Humedad promedio (%)
1	17,2227	22,2228	21,7624	9,2404	9,1619 ± 0,07618
2	16,4624	21,4614	21,0032	9,1567	
3	19,0807	24,0802	23,6261	9,0883	

Nota. Porcentaje de humedad de materia prima seca

2.3.2 Cenizas

La determinación de cenizas se realiza según el anexo 2, esta determinación se realiza una vez en el proceso, tomando la pulpa de café después del proceso de secado, determinado la cantidad de materia inorgánica que se puede calcinar, obteniendo los siguientes resultados.

Tabla 2*Porcentaje de humedad después de filtrado*

Muestra	m ₀ (g)	M ₁ (g)	Cenizas (%)	Cenizas promedio (%)
1	18,7151	15,9010	10,7833	10,5555 ± 0,2475
2	25,6478	22,8320	10,2918	
3	20,8109	18,0020	10,5914	

Nota. Porcentaje de humedad después de filtrado

Para calcular el porcentaje de cenizas se usa la ecuación 2, presentada a continuación [31].

Ecuación 2

Ecuación de pérdida de masa

$$\%Cenizas = m_1 \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{100 - H\%}$$

- m₀: Es la masa, en gramos del crisol con la muestra
- m₁: Es la masa, en gramos, del crisol y la muestra después de la calcinación.
- H: Contenido de humedad, expresado como un porcentaje en masa, de la muestra.

2.4 Matriz de selección

Con el objetivo de seleccionar el método de extracción más favorable para el estudio, se elaboró una matriz de decisión. En esta se incluyó los cinco criterios que se consideraron más relevantes,

a los que se les asignó una valoración. Después se le otorgó un valor (-1, 0, +1) a cada alternativa según su cumplimiento con dichos criterios. Finalmente, se realizó el análisis teniendo en cuenta los resultados de la suma total, la cual considera la suma general de los valores asignados a cada alternativa y la valoración de los criterios de evaluación.

Tabla 3

Matriz de decisión del método de extracción

CRITERIO	VALORACIÓN	ALTERNATIVAS			
		MACERACIÓN	SOXHLET	ULTRASONIDO	MICROONDAS
Disponibilidad de equipos	3	+1	+1	+1	-1
Tiempo	3	-1	0	+1	+1
Eficiencia	3	-1	-1	+1	+1
Dificultad	2	+1	+1	+1	0
Consumo energético	2	+1	+1	-1	-1
Suma general		1	2	3	0
Total		1	4	9	1

Nota. Matriz de decisión del método de extracción

Como se observa en la Tabla 3, se le asignó una mayor valoración a la disponibilidad de equipos, el tiempo y la eficiencia del proceso. Los métodos convencionales, como la maceración y la extracción Soxhlet, a pesar de ser técnicas sencillas, requieren de grandes volúmenes de solventes y demandan más tiempo de extracción en comparación con los métodos no convencionales. La EAM, la falta de disponibilidad de los equipos necesarios y su alto consumo energético la descarta como opción viable pese a tener una valoración positiva por sus tiempos reducidos de extracción y menor uso de solvente. Por último, la EAU al disponer equipos, utilizar bajas cantidades de solvente, requerir menos tiempo en el proceso de extracción y un montaje de pasos mínimos, se posiciona como la mejor opción, a pesar de su considerable consumo energético.

2.5 Diseño de experimentos

Se identificó la relación (S:L), temperatura y tiempo como los factores más importantes en el proceso de extracción.

Tabla 4

Factores y sus respectivos niveles para el diseño central compuesto

FACTOR	NIVEL
Relación S:L	1:10
	1:15
	1:20
Temperatura (°C)	20
	30
	40
Tiempo (min)	15
	25
	35

Nota. Presenta los factores que se identificaron como los más importantes en el proceso de extracción con los rangos de niveles a evaluar.

La información de la Tabla 5 fue ingresada en el software Minitab para generar el diseño central compuesto.

Tabla 5

Diseño central compuesto formulado en Minitab

EXPERIMENTO	NIVEL	TIEMPO	TEMPERATURA	RELACIÓN S:L
1	1	15	20	1:10
2	1	15	20	1:20
3	1	15	40	1:10
4	1	15	40	1:20
5	-1	8,7	30	1:15
6	-1	25	30	1:23,2
7	-1	25	30	1:6,8
8	-1	25	46,3	1:15
9	0	25	30	1:15
10	-1	25	13,7	1:15
11	1	35	20	1:10
12	1	35	20	1:20
13	1	35	40	1:10
14	1	35	40	1:20
15	-1	41,3	30	15

Nota. Diseño central compuesto formulado en Minitab

2.6 Curva de calibración de ácido gálico

2.6.1 Solución stock

Como se detalla en el protocolo “Método Folin-Ciocalteu”, adaptado de la norma ISO 14502-1:2005 [21] en el anexo 3, planteado según A. Mejía y L. Moreno [4], se agregan 50 mg de ácido gálico a un balón aforado de 1 L y se lleva al aforo con agua destilada. Después se lleva a agitación magnética hasta completa disolución.

2.6.2 Diluciones de ácido gálico

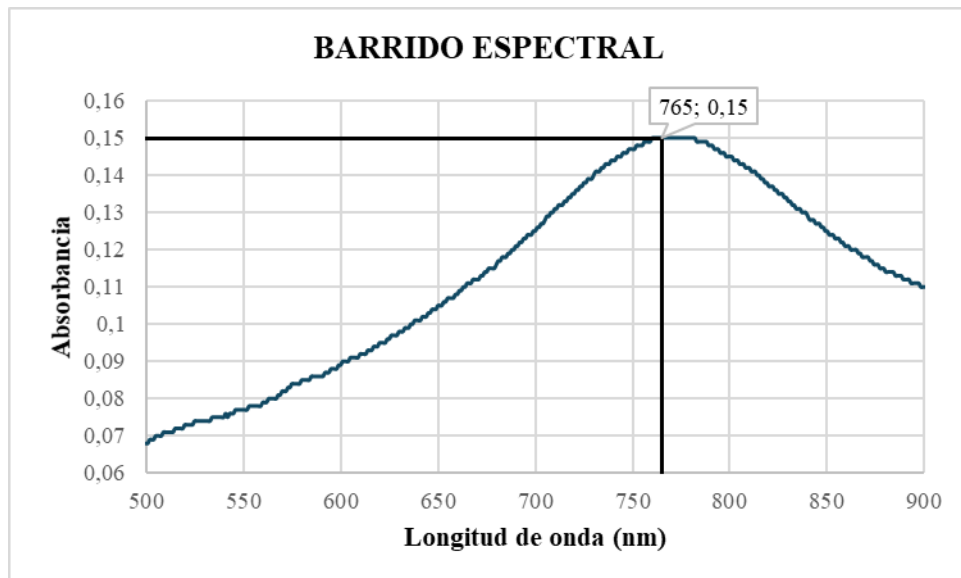
Se toman 6 balones aforados de 50 ml, toma 10 ml de la solución stock para el primer balón para posteriormente llevarlo al aforo con agua destilada, se realiza el mismo procedimiento para las siguientes soluciones, tomando 20 ml para el segundo balón, 30 ml para el tercero, 40 ml para el cuarto, el siguiente con 50 ml y el ultimo de 60 ml, con esto se logra soluciones con concentraciones de 10, 20, 30, 40, 50 y 60 mg/L respectivamente para cada balón.

2.6.3 Barrido espectral

Con el fin de encontrar la longitud de onda adecuado para realizar cuantificación por espectrofotometría, usando un espectrofotómetro GENESYS 30, operando en modo barrido, se toman las muestras usadas para realizar la curva de calibración, ya preparado las soluciones de Folin-Ciocalteu, el equipo lee absorbancias desde 500 hasta 900 nm, obteniendo 765 nm donde la absorción de luz es máxima, obteniendo la longitud de onda donde se puede realizar la cuantificación de los compuestos de interés por medio del método de Folin-Ciocalteu, como se puede observar en la Figura 26.

Figura 26.

Barrido espectral de Folin Ciocalteu



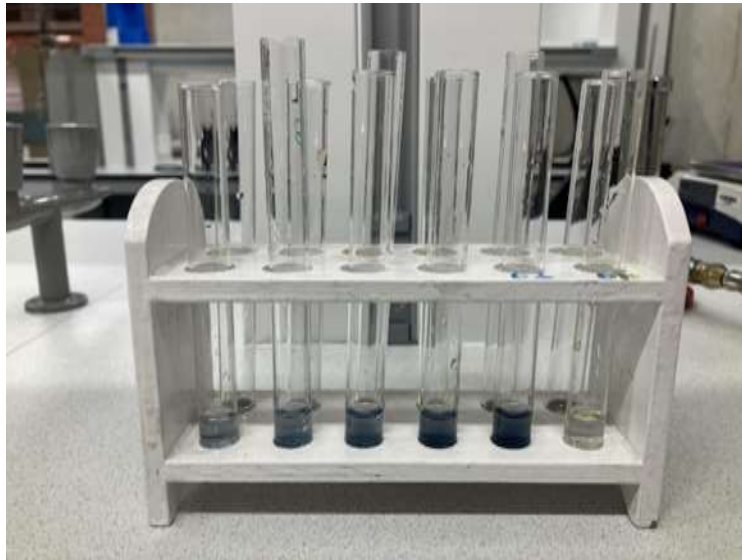
Nota. La Figura representa el barrido espectral realizado con una concentración de 60 mg/L en un rango de 500 a 960 nm.

2.6.4 Curva patrón

Obtenida la longitud de onda por la cual se leerán las muestras se usa el equipo espectrofotómetro génesis 30 para realizar la curva de calibración, de 10 a 60 mg/L teniendo la concentración y la absorbancia de estas muestras podemos cuantificar la concentración de muestras desconocidas gracias a la ecuación de esta curva, siendo una ecuación confiable teniendo un R2 de 0,9989.

Figura 27

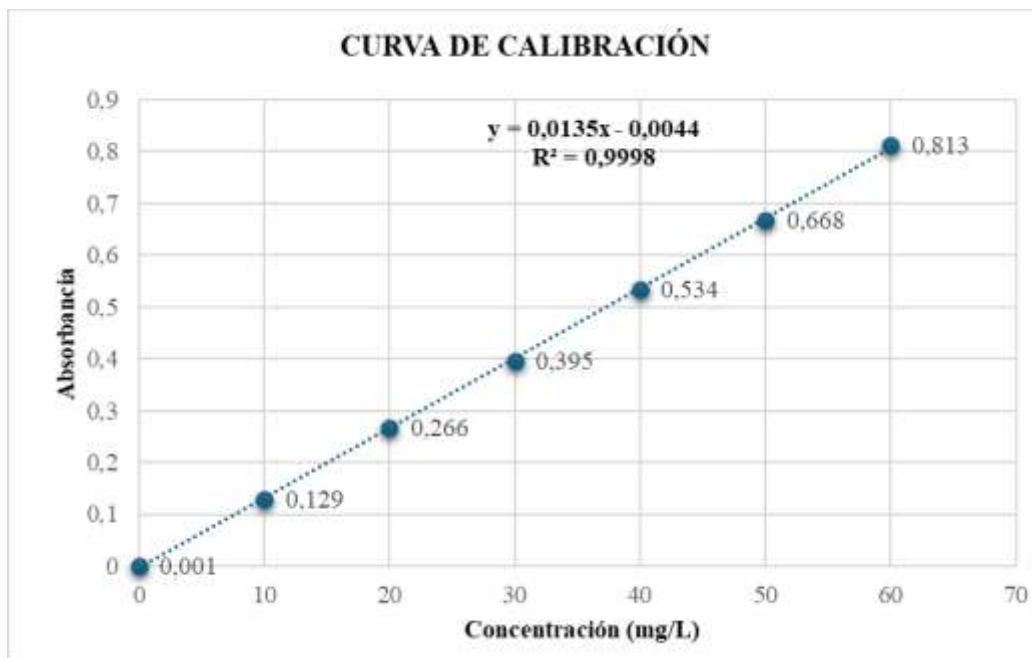
Preparación de curva de calibración



Nota. Las muestras en la figura corresponden a concentraciones de 10 a 50 mg/L

Figura 28

Curva de calibración



Nota. Curva de calibración realizada a la absorbancia de 765 con concentraciones de 10 a 60 mg/L, incluyendo el blanco

2.7 Extracción asistida por ultrasonido

2.7.1 Preparación del solvente

Para la preparación del solvente, de acuerdo con los resultados reportados en Earth and Environmental Science [32], se empleó una proporción de 50:50 de agua destilada y etanol al 96% previamente calculada con los balances de masa presentados en los anexos 5, que luego se agitó a 30 rpm durante 1 minuto en la plancha de agitación, conforme al procedimiento detallado en el protocolo del anexo 4 titulado "Extracción asistida por ultrasonido".

Figura 29

Preparación del solvente



Nota. Preparación del solvente a 300 rpm por 1 minuto

2.7.2 Baño de ultrasonido

Utilizando el mismo protocolo del anexo 4, se emplean 4g de pulpa de café y se aplica la relación S:L correspondiente al experimento que se esté llevando a cabo, en el caso de la Figura 30, el Erlenmeyer de la izquierda corresponde a una relación 1:10 y el de la derecha una de 1:20. Ambos se someten al baño de ultrasonido (DIGITAL ULTRASONIC CLEANER) a una temperatura de 40°C por 15 minutos. Todos los experimentos se realizaron a una frecuencia de 40kHz.

Figura 30

Montaje para la EAU



Nota. Montaje baño de ultrasonido a 40°C y 15 minutos para los experimentos 2 y 5.

2.7.3 Filtración al vacío

Con el objetivo de separar la parte sólida de la parte líquida, se realiza una filtración al vacío empleando un embudo Büchner, un Kitasato y una bomba de succión (THOMAS) como se observa en la Figura 31.

Figura 31

Montaje para la filtración por succión



Nota. Se observa la separación sólido-líquido filtrando al vacío

2.7.4 *Recuperación del solvente*

Para separar el solvente de la muestra y cuantificar los polifenoles presentes en ella, se realiza una rota evaporación. Este proceso se fundamenta en la destilación sencilla, aplicando una temperatura de 50°C y 100 rpm para incrementar la energía cinética de las moléculas y facilitar la rápida ebullición del etanol, logrando así la separación del analito de interés.

Figura 32

Montaje para separación usando rotaevaporador (heidolph).

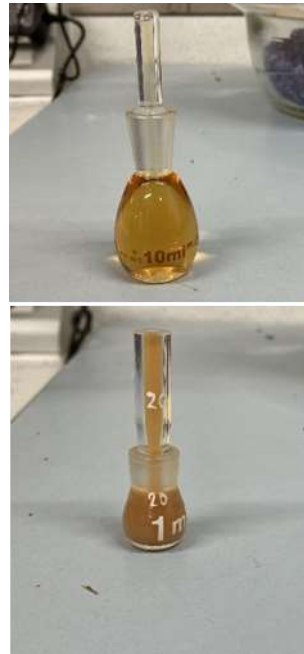


Nota. En el balón dentro del baño maría del equipo queda la muestra mientras que en el grande se recupera el etanol usado

Con el propósito de realizar un balance de masa adecuado, se determina la densidad tanto del extracto obtenido después del proceso de extracción como del extracto sometido a rotavaporación.

Figura 33

Determinación de densidad del extracto.



Nota. Se usa picnómetro de 10 ml para el extracto y picnómetro de 1 ml para extracto rotaevaporado.

2.7.5 Preparación de diluciones

Para poder cuantificar los polifenoles de las muestras de extraídas, se preparan diluciones debido a su alta concentración, tanto antes de la rotaevaporación (SR) como después de la separación del solvente (R). Estas se realizaron con factores de dilución (FD) de 20, 30, 40 y 50, como se muestra en la Tabla 6.

Tabla 6*Preparación de diluciones*

Experimento	Relación S:L	FD SR	FD R
1	1:10	20	40
2	1:20	20	40
3	1:10	20	40
4	1:20	20	40
5	1:15	20	40
6	01:23,2	20	40
7	01:06,8	20	40
8	1:15	20	40
9.1	1:15	30	50
9.2	1:15	30	50
9.3	1:15	30	50
9.4	1:15	30	50
9.5	1:15	30	50
9.6	1:15	30	50
10	1:15	20	40
11	1:10	20	40
12	1:20	30	50
13	1:10	30	50
14	1:20	30	50
15	1:15	30	50

Nota. Preparación de diluciones

2.8 Cuantificación de polifenoles por método F-C

Para este método de cuantificación de Folin-Ciocalteu, se prepara agregando 200 µl de muestra diluida, posteriormente se agregaron 200 µl de reactivo de Folin-Ciocalteu y 1600 µl de una solución de carbonato de sodio al 7,5%, después de esta se deja en la oscuridad por una hora con ausencia de luz favoreciendo la reacción a temperatura ambiente, pasado el tiempo se puede leer la observancia a una longitud de onda de 765 nm. La ecuación para cuantificar los polifenoles se obtuvo a partir del balance de masa del proceso de extracción.

Ecuación 3

Cuantificación de polifenoles totales

$$\text{Polifenoles totales} = \frac{\text{mgGAE/L} \times V_{\text{Extracto filtrado(L)}}}{m_{\text{Pulpa de café (g)}} \times \left(1 - \frac{\% \text{Humedad}}{100}\right)}$$
$$\text{Polifenoles totales} = \frac{\text{mgGAE}}{\text{g en Base seca}}$$

Utilizando la Ecuación 3 y los datos obtenidos en cada experimento, se obtuvieron los resultados que se presentan a continuación.

Tabla 7

Resultados de extracción en mg de ácido gálico equivalente por litro extraído en base seca

Experimento	mgGAE/L	mgGAE/gBS
1	554,44	4,92
2	279,25	5,23
3	655,19	5,62
4	313,83	6,20
5	389,02	5,56
6	396,54	8,77
7	1028,12	4,80
8	474,74	6,48
9.1	436,92	6,81
9.2	430,15	6,95
9.3	434,66	6,90
9.4	432,41	6,50
9.5	430,15	6,34
9.6	436,92	6,31
10	312,33	4,68
11	513,83	4,43
12	432,41	8,46
13	666,99	5,96
14	486,54	7,00
15	380,53	5,75

Nota. Resultados de extracción en mg de ácido gálico equivalente por litro extraído en base seca

2.9 Caracterización HPLC y Espectrofotometría de masa

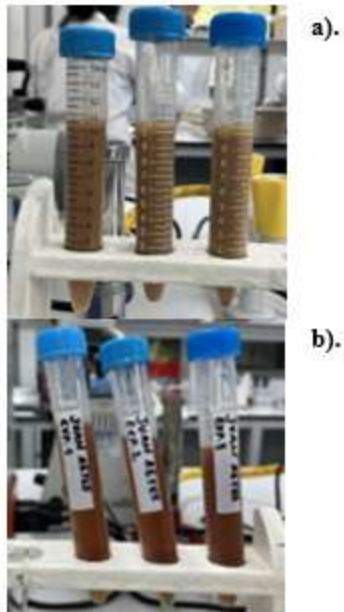
Para entender el comportamiento del extracto como coagulante, se realizó una caracterización de los compuestos presentes utilizando HPLC acoplado a un espectrómetro de masas (HPLC-MS). Antes de este análisis, se centrifugó la muestra a 15,000 rpm durante 2 horas para eliminar impurezas. Esto permitió identificar los polifenoles extraídos de la pulpa de café.

El análisis se llevó a cabo utilizando un cromatógrafo líquido de ultra alto rendimiento Dionex UltiMate 3000, equipado con una bomba binaria, desgasificador en línea, muestreador automático y compartimento de columna termostaticado, acoplado a un espectrómetro de masas con trampa de iones LCQ Fleet™ a través de una fuente ESI en modo negativo (Thermo Scientific, San José, CA, EE. UU.). Los datos de metabolitos se adquirieron y procesaron utilizando el software Xcalibur 3.0 (Thermo Scientific, San José, CA, EE. UU.).

La separación por RP-HPLC se realizó a 50°C con un volumen de inyección de 10 µL (muestras a temperatura ambiente) en una columna C8 (HPLC Phenomenex Kinetex C18, 2.6 µm, 100 Å, 2.1 × 100 mm). Las fases móviles utilizadas fueron agua (0.1% de ácido fórmico, disolvente A) y acetonitrilo (0.1% de ácido fórmico, disolvente B) para la adquisición en modo de ionización negativa (ESI-).

Figura 34

Extracto antes y después de centrifugar para el análisis HPLC.



Nota. a). Muestra por triplicado antes de centrifugar. b). Muestra por triplicado después de centrifugar.

Tabla 8*Caracterización de todos los compuestos del extracto*

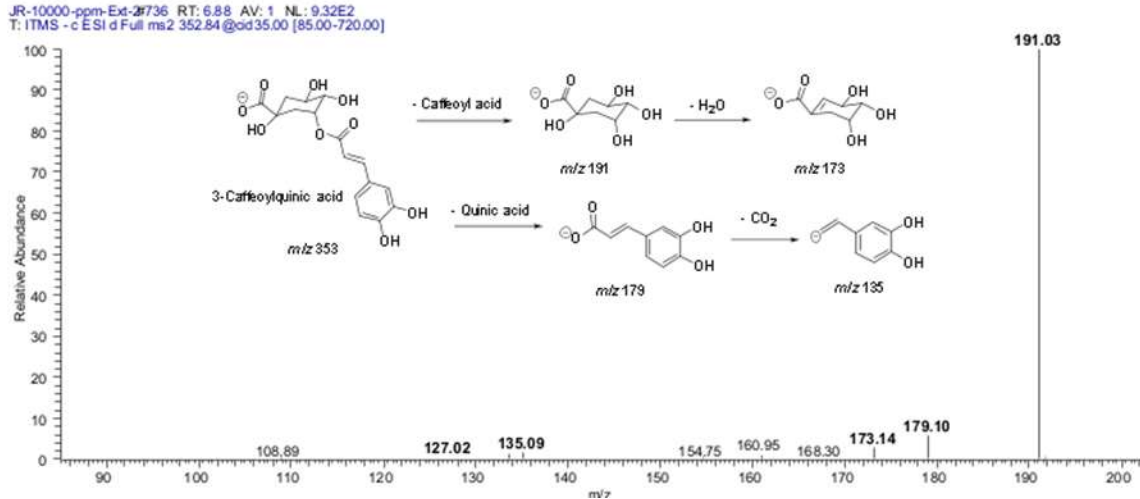
Metabolito	Tiempo retención	Full MS [M-H]-	MS/MS	Nombre lípido	Referencia
1	6.76	352.97	233, 191, 179, 161, 135	3-Caffeoylquinic acid	[33], [34], [35], [36]
2	7.21	352.82	263, 233, 191, 179, 173	4-Caffeoylquinic acid	[33], [34]
3	8.09	165.08	147, 119, 97,	p-hydroxidihidrocumaric acid	[33]
4	10.34	136.85	108, 107, 95, 93	Protocatechualdehyde	[34], [35]
5	10.52	190.89	176, 149, 111, 93, 85	Quinic acid	[33], [34], [35], [36]
6	10.82	420.94	403, 331, 301, 275, 259	Unknown	[33]
7	11.72	593.12 [M-H+Na]-	575, 503, 473, 383, 353	2-O-glucopyranosyl-dicarboxyatractyligenin (Na adduct)	[35]
8	11.78	525.13	481, 391, 364, 177	2-O-glucopyranosyl-carboxyatractyligenin	[35]
9	12.40	548.93	501, 481, 351, 337, 193	2-O-glucopyranosyl-carboxyatractyligenin (Na adduct)	[35]
10	12.46	558.85	513, 471, 443, 423, 351	Caffeoylquinic acid-Na-glucoside	[35]
11	14.72	670.70	653, 641, 627, 556, 507.	2-O-glucopyranosyl-deoxyhexopyranose-carboxyatractyligenin	[35]
12	14.82	192.98	178, 149, 147, 121.	Ferulic acid	[34], [35]
13	14.87	151.05	118, 107, 93, 88, 84.	Xanthine	[35]
14	18.30	514.86	471, 353, 335, 317, 299, 203.	1,4-dicaffeoylquinic acid	[35]
15	42.21	311.23	198, 183, 170, 134, 119.	trans-caftaric acid	[35]

Nota. Caracterización de todos los compuestos del extracto

En la Figura 35 se puede apreciar detalladamente la caracterización y las fragmentaciones que se hacen para el ácido 3-cafeoilquinico, además de presentarse la estructura química de este compuesto.

Figura 35

Lectura del ácido 3 – cafeoilquinico.

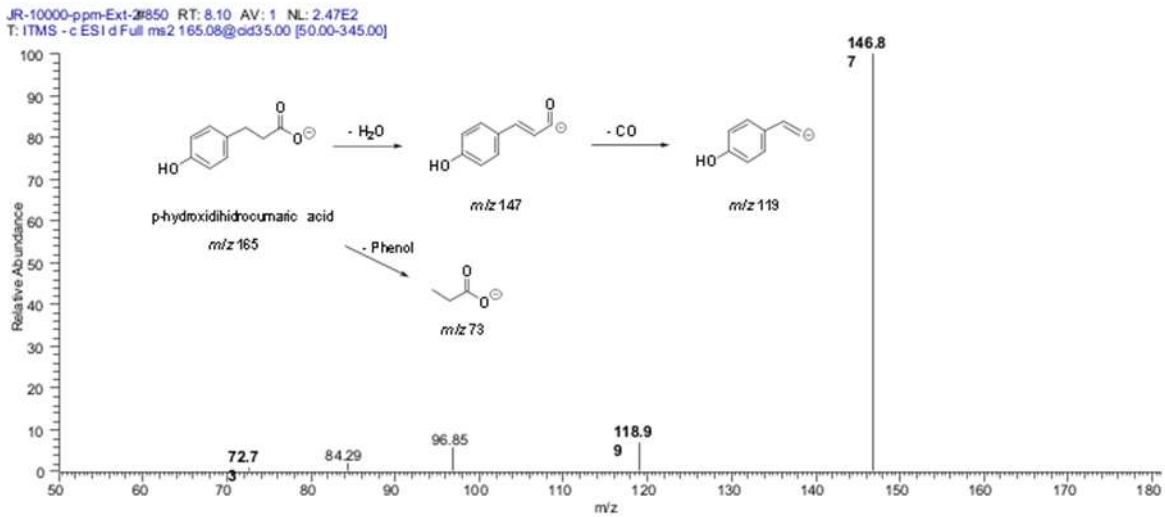


Nota. Caracterización del ácido 3 – cafeoilquinico

En las Figuras 36 y 37 se presenta la caracterización de otros compuestos presentes en abundancia en el extracto, como el ácido p-hidroxidihidrocumárico y el ácido ferúlico, respectivamente. En estas figuras se ven detalladamente los fraccionamientos que se realizaron.

Figura 36

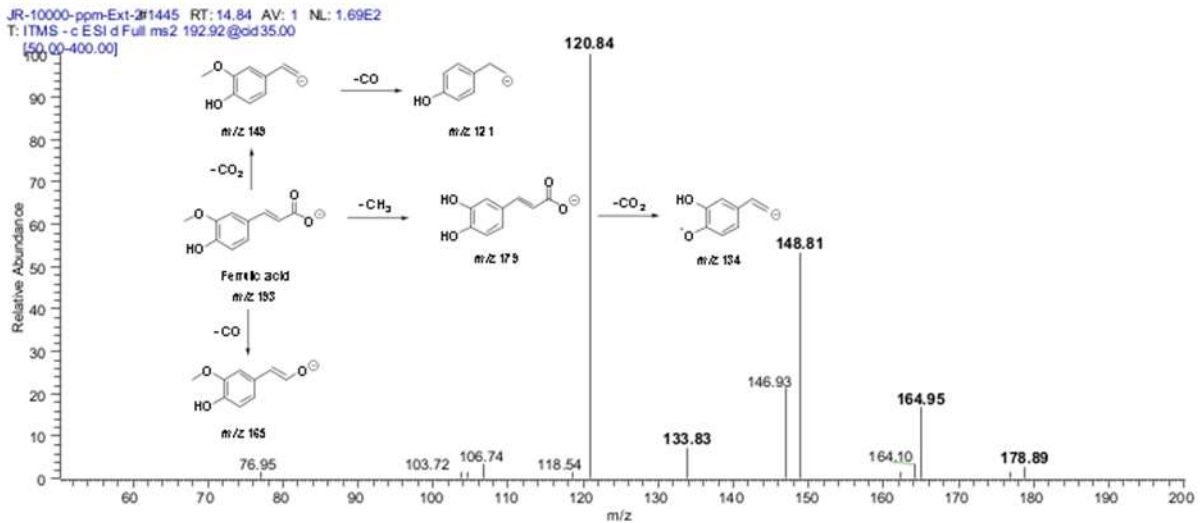
Lectura del ácido p-hidroxi dihidrocumárico



Nota. Caracterización del p-hidroxi dihidrocumárico

Figura 37

Lectura del ácido ferúlico



Nota. Caracterización del ácido ferúlico

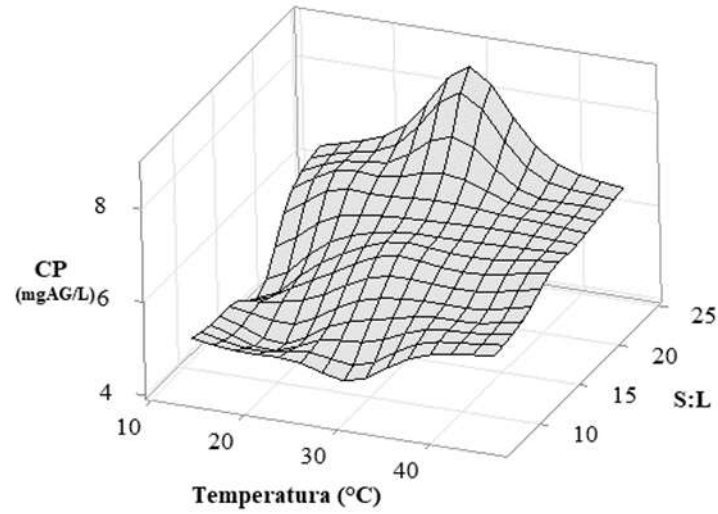
2.10 Superficies de respuesta

Como resultado del diseño de experimento se obtienen 3 superficies de respuesta donde el eje z en todas representa la variable de respuesta siendo CP (concentración de polifenoles en base seca),

los demás ejes varían en los factores estudiados como S:L (relación solido: liquido), tiempo y temperatura, mostrando las Figuras 38, 39 y 40.

Figura 38

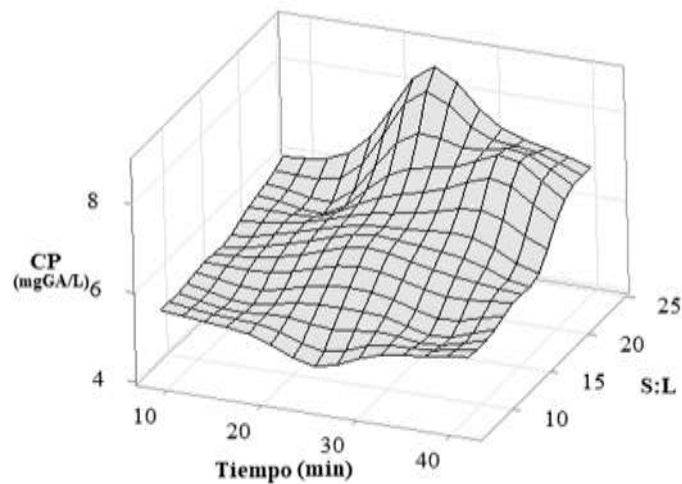
Superficie de respuesta temperatura, S:L y CP.



Nota. Resultado del diseño de experimentos central compuesto.

Figura 39

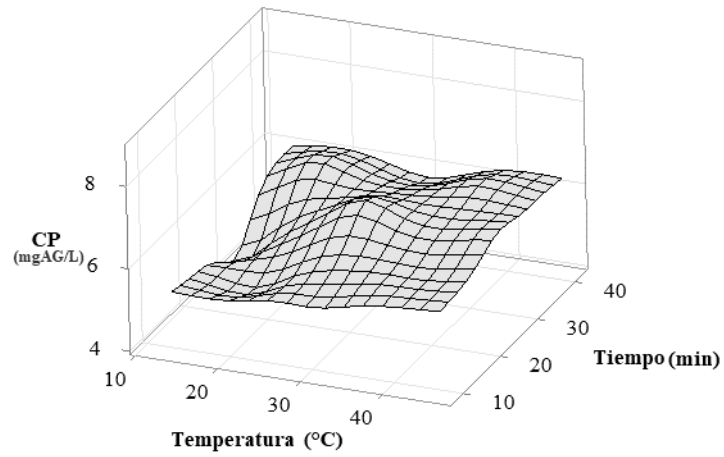
Superficie de respuesta tiempo, S:L y CP.



Nota. Resultado del diseño de experimentos central compuesto

Figura 40

Superficie de respuesta temperatura, tiempo y CP.



Nota. Resultado del diseño de experimentos central compuesto.

Con las gráficas de resultados del diseño de experimento, se obtiene la tabla 10 donde se muestra la varianza de cada factor de manera individual soportado en el diagrama de Pareto de la Figura 41.

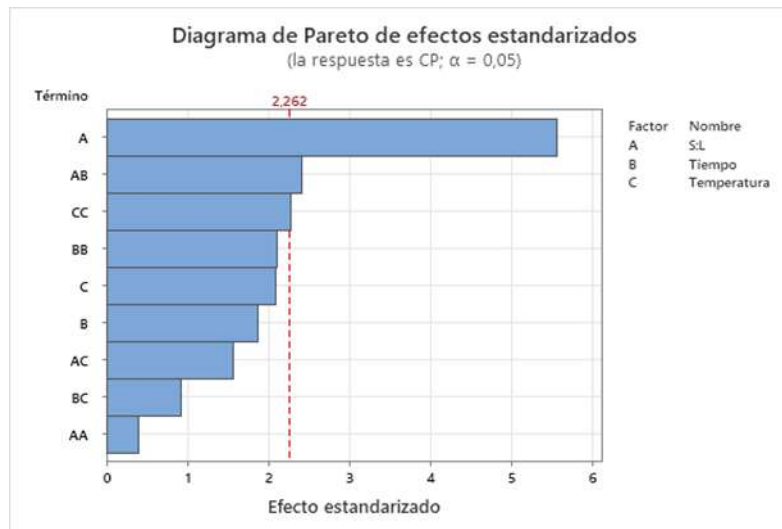
Tabla 9*Análisis de varianza primer objetivo*

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	10	21,6017	2,1602	5,76	0,007
Bloques	1	0,0233	0,0233	0,06	0,809
Lineal	3	14,5936	4,8645	12,96	0,001
S:L	1	11,637	11,637	31	0
Tiempo	1	1,3108	1,3108	3,49	0,094
Temperatura	1	1,6458	1,6458	4,38	0,066
Cuadrado	3	3,5732	1,1911	3,17	0,078
S:L*S:L	1	0,0615	0,0615	0,16	0,695
Tiempo*Tiempo	1	1,6738	1,6738	4,46	0,064
Temperatura*Temperatura	1	1,9561	1,9561	5,21	0,048
Interacción de 2 factores	3	3,4116	1,1372	3,03	0,086
S:L*Tiempo	1	2,1787	2,1787	5,8	0,039
S:L*Temperatura	1	0,9148	0,9148	2,44	0,153
Tiempo*Temperatura	1	0,318	0,318	0,85	0,381
Error	9	3,3781	0,3753		
Falta de ajuste	5	3,1501	0,63	11,06	0,019
Error puro	4	0,2279	0,057		
Total	19	24,9798			

Nota. Análisis de varianza primer objetivo

Figura 41

Diagrama de Pareto para el primer objetivo



Nota. Análisis estadístico del diseño central compuesto

El ANOVA muestra que el modelo es significativo ($p = 0,007$), con un valor F de 5,76. Los bloques no son significativos ($p = 0,809$). Los términos lineales de S:L son altamente significativos ($p < 0,001$), mientras que Tiempo ($p = 0,094$) y Temperatura ($p = 0,066$) no lo son. Entre los términos cuadráticos, Temperatura*Temperatura es significativo ($p = 0,048$), mientras que Tiempo*Tiempo está cerca del nivel de significancia ($p = 0,064$) y S:L* S:L no es significativo ($p = 0,695$). La interacción de S:L*Tiempo es significativa ($p = 0,039$), pero S:L*Temperatura ($p = 0,153$) y Tiempo*Temperatura ($p = 0,381$) no lo son. La falta de ajuste es significativa ($p = 0,019$), lo que indica que el modelo no explica toda la variabilidad en los datos y podría mejorarse.

En la Figura 41 se evidencia que la variación del factor S:L tiene la mayor implicación, mostrando una tendencia creciente a medida que este factor aumenta, como se observa en las Figuras 38 y 39. Esto es confirmado por la Tabla 9 y la Figura 41, que indican que S:L es el factor con el mayor impacto significativo, destacándose considerablemente sobre los demás factores. La Figura 40, sin embargo, muestra un comportamiento más estable, sin una tendencia clara de aumento o disminución, aunque no se debe asumir que los cambios en los otros factores son insignificantes.

El punto óptimo del diseño de experimentos se alcanzó con una concentración de compuestos fenólicos de 8,77 mgGAE/gBS bajo las condiciones de una relación S:L de 1:23, 25 minutos en el

baño de ultrasonido y una temperatura constante de 30°C. Estos resultados pueden justificarse por varios factores clave.

En primer lugar, la relación sólido-líquido es crucial porque una mayor cantidad de solvente permite disolver más polifenoles de la materia prima. Dado que la solubilidad de los polifenoles en el solvente tiene un límite, una alta relación sólido-líquido asegura que el solvente no se sature rápidamente, permitiendo una extracción más completa. Este principio se basa en la transferencia de masa, incluyendo la ley de difusión de Fick y los equilibrios de solubilidad [37].

En segundo lugar, el tiempo de extracción óptimo no es prolongado. Las superficies de respuesta indican que tras cierto tiempo, las extracciones se vuelven menos efectivas. Después de 20-30 minutos en el ultrasonido, los compuestos fenólicos comienzan a degradarse debido a la formación y colapso de burbujas, así como a microjets y choques hidrodinámicos [38], [39].

Por último, la temperatura es un factor crítico. Los polifenoles son sensibles a la temperatura y tienden a degradarse con temperaturas elevadas. Este fenómeno también está influenciado por la frecuencia del equipo de ultrasonido, ya que la formación y colapso de burbujas incrementa la temperatura durante la extracción [39].

Al comparar los resultados obtenidos con estudios previos, se evidencia una mejora significativa en la eficiencia de extracción. C. Musalan [2] reportó resultados de $6,024 \pm 0,625$ mgGAE/gBS utilizando el método de extracción por ultrasonido, y al usar el método de maceración obtuvo resultados de $8,471 \pm 1,743$ mgGAE/gBS, empleando 10 g de café para la extracción. A. Mejía y L. Moreno [4], informaron concentraciones de $6,96 \pm 0,08$ mgGAE/gBS usando 10 g de pulpa de café deshidratada. Estos datos demuestran que las condiciones óptimas empleadas en este proyecto permiten obtener mayores concentraciones de polifenoles utilizando una menor cantidad de materia prima, en comparación con los estudios anteriores.

La Ecuación 4, proporcionada por el software Minitab, se utiliza para optimizar el proceso en evaluación. En este caso, el programa también identifica los puntos óptimos de acuerdo con el diseño de experimentos propuesto.

Ecuación 4

Optimización del parámetro concentración de polifenoles.

$$CP = -3,70 + 0,047S:L + 0,113Tiempo + 0,417Temperatura + 0,00273S:L * S:L \\ -0,00356Tiempo * Tiempo - 0,00385Temperatura * Temperatura + 0,01044S:L * Tiempo \\ -0,00676S:L * Temperatura - 0,00199Tiempo * Temperatura$$

Las condiciones óptimas proporcionadas por Minitab incluyen una relación S:L de 23,165, un tiempo de 41,33 minutos y una temperatura de 23,2371°C. Bajo estas condiciones, se lograría una extracción de 9,4803 mgGAE/gBS, una concentración mayor en comparación con otros estudios y con el actual. Ya que este punto está en los extremos del diseño de experimentos, se deduce que aún no se ha alcanzado el punto óptimo para la extracción máxima de polifenoles.

Por último, se considera la caracterización realizada mediante HPLC acoplado a un espectrómetro de masas. Se prevé que los compuestos fenólicos extraídos mostrarán una mayor eficacia coagulante en un ambiente ácido, dado que poseen una carga negativa en soluciones. Esto podría desestabilizar partículas cargadas positivamente, formar puentes de hidrógeno o interactuar como ácido-base con cargas negativas.

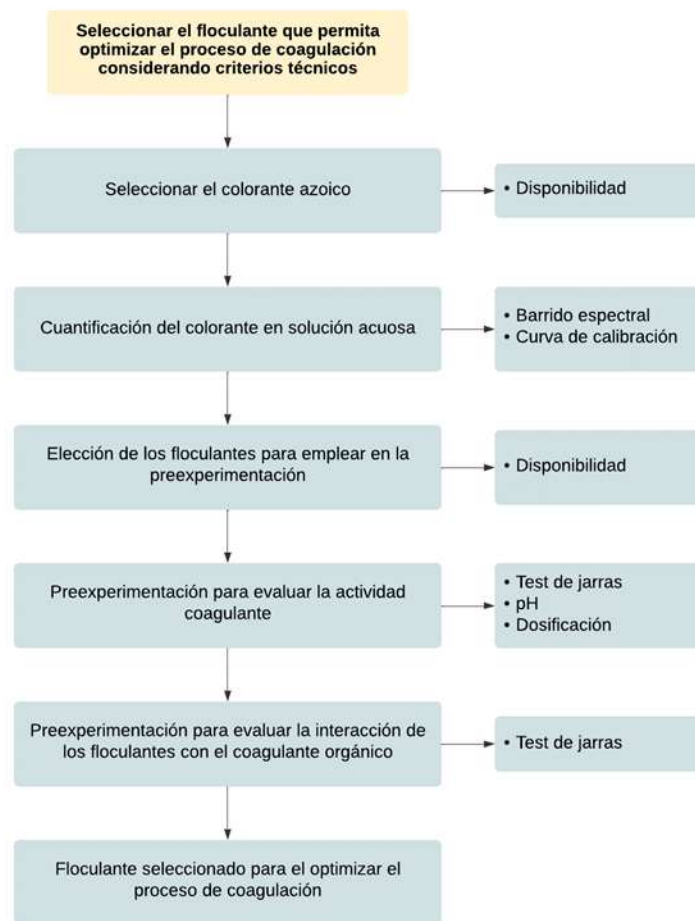
3. SELECCIONAR EL FLOCULANTE QUE PERMITA OPTIMIZAR EL PROCESO DE COAGULACIÓN CONSIDERANDO CRITERIOS TÉCNICOS

3.1 Metodología

El diagrama de secuencia representado en la Figura 42 a continuación, describe las actividades realizadas para cumplir el objetivo establecido.

Figura 42

Diagrama de secuencia para el segundo objetivo



Nota. Diagrama de secuencia para realizar cumplir el segundo objetivo.

3.2 Curva de calibración Rojo Congo

3.2.1 Barrido espectral del colorante

Según la ley de Lambert Beer, una curva de calibración no debe tener absorbancias mayores a 1, razón por la que se decide realizar un barrido a 15 mg/L, evaluando un rango de longitud de onda de 350 a 800 nm.

Figura 43

Barrido espectral colorante Rojo Congo.



Nota. La Figura representa el barrido espectral realizado con una concentración de 15 mg/L de una solución de rojo Congo en un rango de 360 a 660 nm

3.2.2 Curva de calibración

En la Figura 43, se observa que la longitud de onda que da la máxima absorbancia es de 498 nm. Por lo tanto, se realiza la curva de calibración a esta absorbancia. Para esto se sigue el proceso detallado en el protocolo de "Curva de calibración colorante Rojo Congo" adjunto en el Anexo 8. Primero se realiza una solución concentrada del colorante a una concentración de 100 mg/L, de la cual se sacan diluciones de 3, 5, 10, y 15 en balones aforados de 50 ml.

Figura 44

Diluciones de colorante Rojo Congo

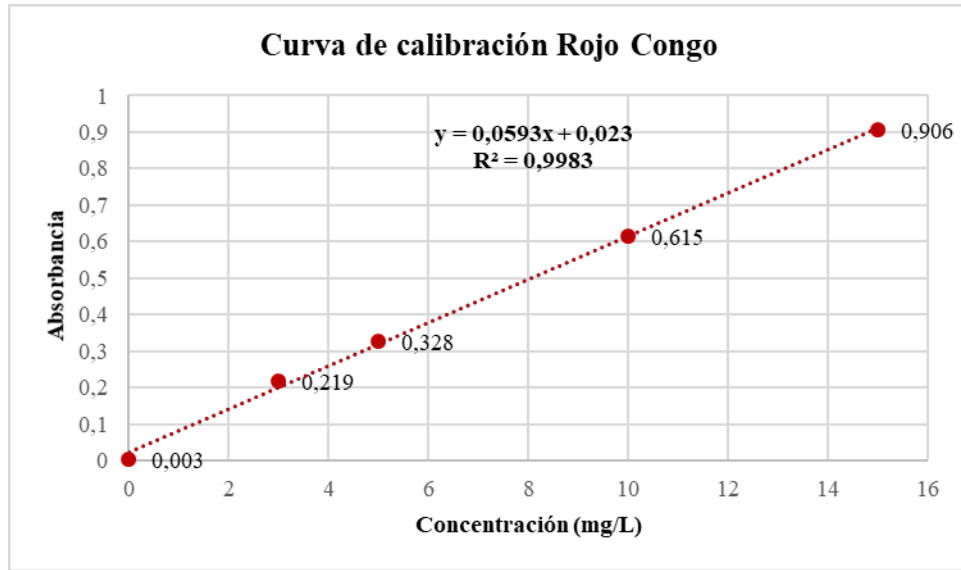


Nota. La Figura representa las diluciones realizadas para obtener la curva de calibración, con concentraciones de izquierda a derecha de 100, 17, 15, 10, 5 y 3 mg/L de colorante rojo Congo

La Figura 44 presenta una dilución de 17 mg/L ya que a esta concentración se realizó el primer barrido espectral, pero no cumplía con la Ley de Lambert Beer, razón por la cual no se contempla en la curva de calibración del colorante azoico Rojo Congo presentada en la Figura 45.

Figura 45

Curva de calibración Rojo Congo.



Nota. La Figura representa la curva de calibración con concentraciones de 2 a 13 mg/L de colorante rojo Congo, contando el blanco y obteniendo la ecuación de la recta.

3.3 Actividad coagulante

Para las preexperimentaciones se preparó 145ml del coagulante natural. Se realizó la cuantificación de polifenoles por medio del método Folin-Ciocalteu, dando como resultado una concentración de 1060,7519 mg/L. Por revisión bibliográfica de antecedentes como C. Barajas [40] y la ley de difusión de Fick [37] se decidió trabajar con una concentración de coagulante de 20 mg/L. De acuerdo con lo anterior, se calcula el volumen que se debe agregar de coagulante para el test de jarras siguiendo el procedimiento de NTC 3903 [41].

Ecuación 5

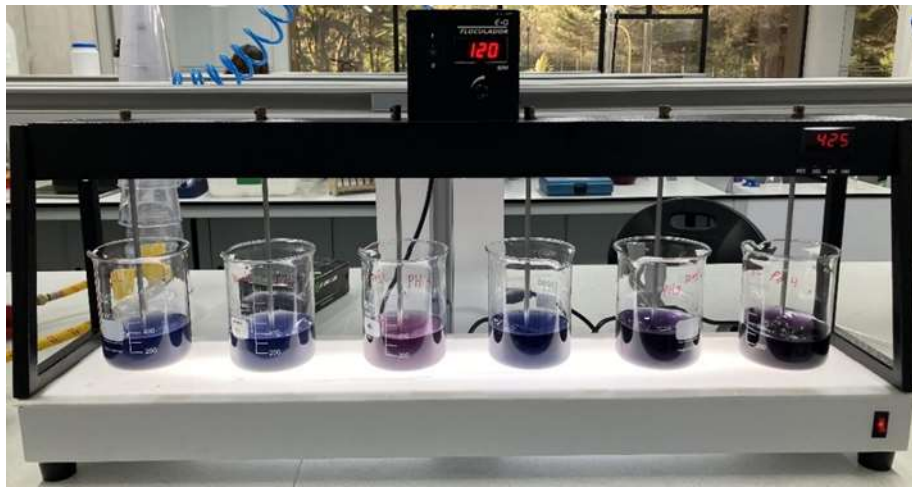
Formula de disoluciones.

$$C_1V_1 = C_2V_2$$
$$V_1 = \frac{20 \text{ mg/L} \times 300 \text{ ml}}{1060,7519 \text{ mg/L}}$$
$$V_1 = 5,656 \text{ ml}$$

Se decide evaluar la acción del coagulante en dos concentraciones de la solución de colorante de Rojo Congo distintas, 10 mg/L y 20 mg/L. Se tomaron 3 Beakers para trabajar cada concentración y se vertió 300 ml en cada uno, luego se llevó a un rango de pH 2, 3 y 4 con la ayuda de ácido sulfúrico a concentraciones de 0,1 M y 0,01 M, así como hidróxido de sodio a 0,1 M y 0,01 M para evaluar el efecto de este en la remoción, observando que el Rojo Congo, es un colorante que cambia su tonalidad en cuanto hay un cambio de pH.

Figura 46

Montaje test de jarras

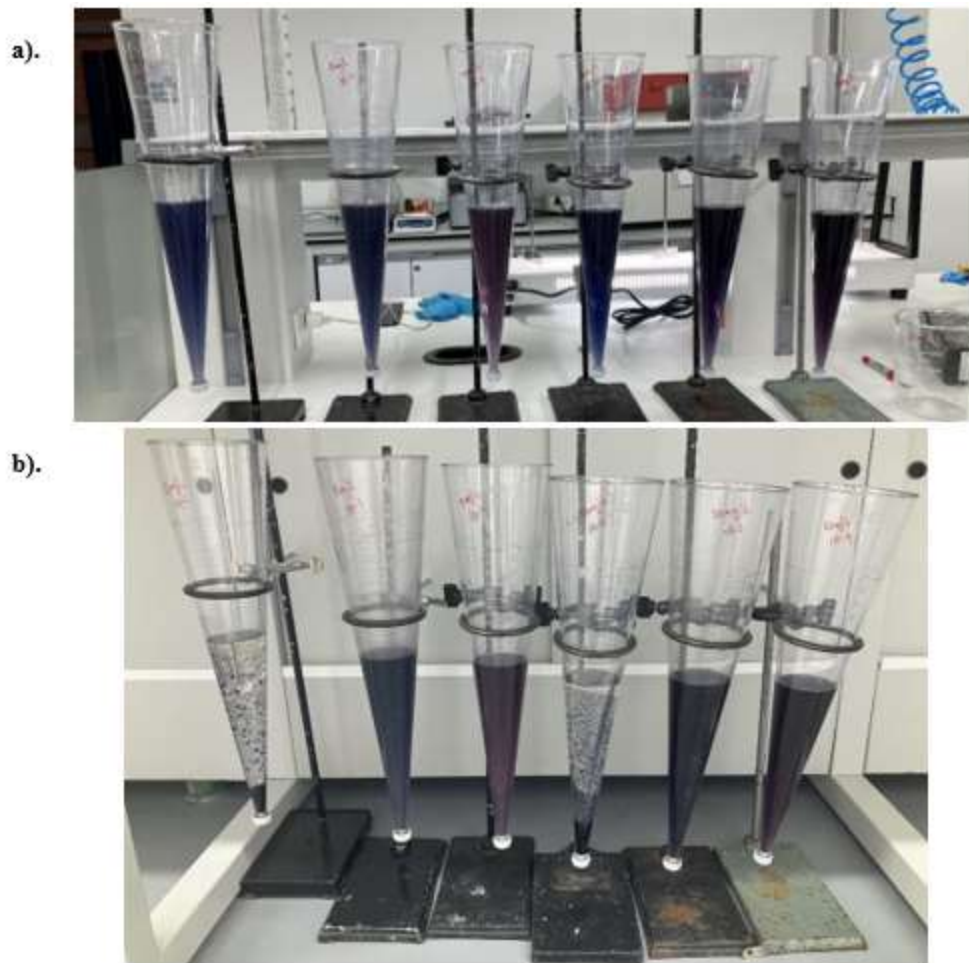


Nota. Test de jarras preliminar

Como se observa en la Figura 46, se realiza el montaje para el test de jarras y se sigue el procedimiento detallado en el protocolo “TEST DE JARRAS”, de tal manera que se adicionan los 5,656 ml de coagulante y se realiza una agitación rápida de 120 rpm por 5 minutos, para después proceder a realizar la agitación lenta a 50 rpm por 20 minutos. Una vez finalizado este proceso el contenido de cada jarra es vertido en su respectivo cono Imhoff marcado con anterioridad.

Figura 47

Montaje test de conos Imhoff



Nota. a). Conos Imhoff después de verter las jarras. b). Cono Imhoff después de 12 horas de sedimentación.

Para calcular el porcentaje de remoción, se utiliza la siguiente ecuación [42]:

Ecuación 6

Remoción de colorante en aguas sintéticas

$$\% \text{ Remoción} = \frac{C_{\text{Inicial}} - C_{\text{Final}}}{C_{\text{Inicial}}} \times 100\%$$

Como se observa en la Figura 47, utilizando una concentración de 20 mg/L del coagulante resulta eficiente para el pH de 2 como se aprecia en los datos registrados en la Tabla 10.

Tabla 10

Remoción de colorante usando 20mg/L de coagulante a pH 2.

Concentración inicial (mg/L)	10	20	10	20	10	20
pH	2	2	3	3	4	4
Concentración final (mg/L)	0,438	0,556	7,757	14,924	7,960	14,999
% Remoción	95,62	97,22	22,43	25,38	20,41	25,00

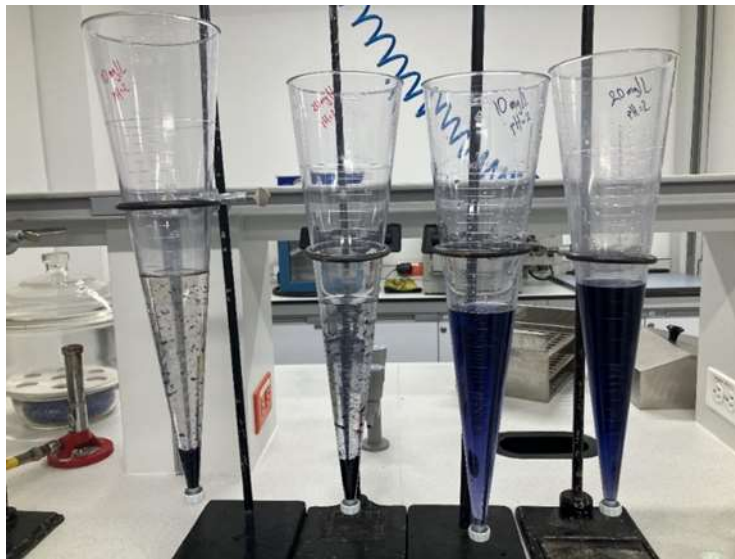
Nota. Remoción de colorante usando 20mg/L de coagulante a pH 2.

Los resultados reportados sugieren que, por el momento a esa dosificación de coagulante, se obtienen remociones de 95,62% y 97,22% para las concentraciones iniciales de colorante azoico de 10 mg/L y 20 mg/L respectivamente, lo que tiene sentido ya que, a mayor concentración de colorante, este se encuentra menos disuelto y por lo tanto la interacción del coagulante con el agua sintética es mejor.

De acuerdo con esto, se decide comprobar si el coagulante es el responsable de la remoción o es el pH, por lo que se repite la dosificación de 20 mg/L a pH de 2 con las mismas concentraciones de coagulante (10 y 20 mg/L) y otras jarras con las mismas condiciones, no se utiliza coagulante.

Figura 48

Prueba de remoción del colorante usando solamente el coagulante



Nota. Ensayo preliminar confirmando la actividad coagulante.

Como se observa en la Figura 48, el coagulante es el responsable del porcentaje de remoción en el pH de 2, información que permite continuar con la preexperimentación.

3.4 Comparación de floculantes seleccionados

Como se estableció en la metodología, los floculantes fueron seleccionados de acuerdo con la disponibilidad en el laboratorio de la Universidad de América, de esta forma los floculantes a emplear fueron un floculante aniónico, un polímero orgánico (Carboquat) y una sal metálica que corresponde al Policloruro de aluminio.

3.4.1 Dosificación de coagulante y floculante de 20 mg/L

Para comparar el comportamiento de los distintos floculantes, se usa solo el pH de 2 y se continuó evaluando en concentraciones de 10 mg/L y 20 mg/L de la solución concentrada de colorante Rojo Congo.

Figura 49

Prueba de remoción usando mismas cantidades de coagulante y floculante.



Nota. Prueba de remoción usando mismas cantidades de coagulante y floculante.

En este caso se decidió realizar dos experimentaciones, una siguiendo el protocolo de “TEST DE JARRAS”, adjunto en el Anexo 9 y otro realizando la coagulación y floculación en simultáneo, es decir, se aplicó el coagulante y el floculante antes de la agitación rápida de 120 rpm.

Tabla 11*Comparación de métodos de dosificación*

Coagulación-Floculación en tiempos distintos						
Concentración inicial (mg/L)	10	20	10	20	10	20
pH	2	2	2	2	2	2
Floculantes	Aniónico	Aniónico	Carboquat	Carboquat	Policloruro de aluminio	Policloruro de aluminio
Concentración final (mg/L)	4,098	7,352	6,61	11,113	0,573	0,253
% Remoción	59,02	63,24	33,9	44,44	94,27	98,74
Coagulación-Floculación simultánea						
Concentración final (mg/L)	5,348	8,545	5,277	7,657	1,671	1,085
% Remoción	46,52	57,27	47,23	61,71	83,29	94,57

Nota. Comparación de métodos de dosificación

Como se observa en la Tabla 11, el hecho de que se adicione el coagulante y floculante de forma simultánea no afecta en gran escala los resultados de remoción, sin embargo, es notable que se alcanzan mejores resultados tanto para el floculante aniónico, como para el policloruro de aluminio si se realiza la aplicación como se indica en el protocolo de “TEST DE JARRAS”.

3.4.2 Dosificación de coagulante de 25 mg/L y floculante de 30 mg/L

Para la segunda preexperimentación, se decide trabajar con la solución concentrada de colorante de 20 mg/L y probar una dosificación de 25 mg/L del coagulante natural y 30 mg/L de cada uno de los floculantes, esto en un pH de 2 para que se aprecien mejor los resultados de manera visual.

Figura 50

Test de jarras con coagulante de 25g/L y floculante 30g/L.



Nota. La concentración inicial del colorante es de 20mg/L.

Tabla 12

Comparación entre los floculantes seleccionados

Concentración inicial (mg/L)	20	20	20
pH	2	2	2
Floculantes	Aniónico	Carboquat	Policloruro de aluminio
Concentración final (mg/L)	7,551	17,32	1,103
% Remoción	62,25	13,4	94,49

Nota. Comparación entre los floculantes seleccionados

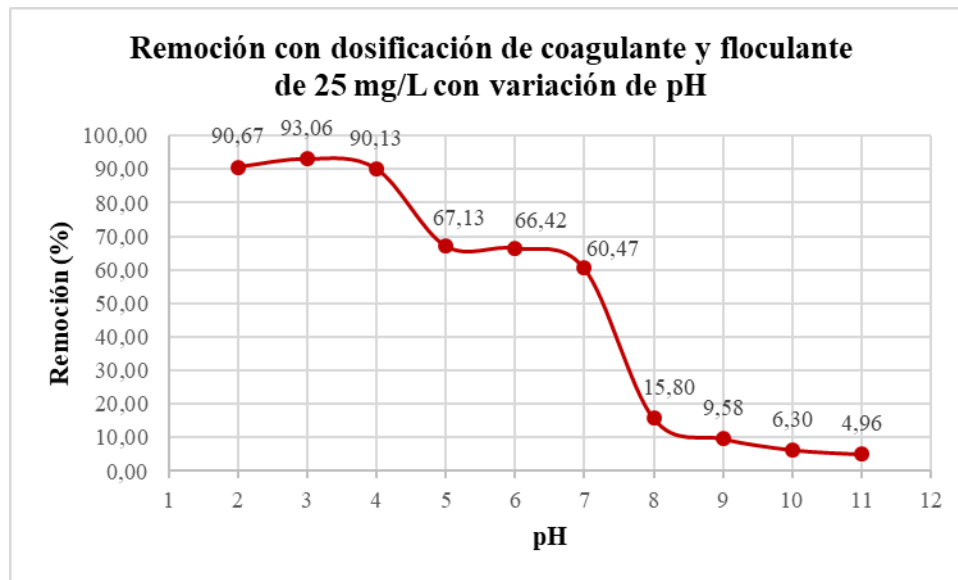
Los resultados registrados en la Tabla 12 demostraron variaciones significativas en la eficiencia de remoción del colorante entre los diferentes floculantes. El floculante aniónico logró una remoción del 62,25%, el polímero orgánico Carboquat mostró una baja eficiencia de remoción con solo un 13,40%, mientras que el policloruro de aluminio demostró ser el más efectivo con una remoción del 94,49%. Por esta razón, se selecciona el floculante policloruro de aluminio para la continuación del estudio.

3.4.3 Dosificación de coagulante y floculante de 25 mg/L con variación de pH

En esta preexperimentación se decide trabajar con una concentración de 25 mg/L tanto de coagulante como de floculante, y probar en un rango de pH de 2 a 11.

Figura 51

Gráfica de variaciones de pH usando dosificaciones de 25mg/L de los reactivos



Nota. Gráfica de variaciones de pH usando dosificaciones de 25mg/L de los reactivos

Según la Figura 51, una concentración de 25 mg/L tanto de coagulante como de floculante, da como resultado una buena remoción en pH más ácidos, en este caso el mayor fue el de pH 3 con un porcentaje de remoción de 93,06% y el menor fue el de pH 7, con un porcentaje de remoción de 60,47%. Esto podría explicarse porque la mayoría de los compuestos polifenólicos en el coagulante natural son ácidos, por lo que hay una mejor interacción del coagulante con aguas sintéticas de menor pH.

En contraste, el estudio realizado por A. Mejía y L. Moreno [4] obtuvo porcentajes de remoción para el colorante azoico rojo #88 de 59,37% a un pH de 5,23 utilizando únicamente un coagulante natural a base de compuestos polifenólicos, y de 97,70% a un pH de 3,92 utilizando el coagulante convencional sulfato de aluminio. Esto sugiere que el desempeño del coagulante natural obtenido en el estudio actual es muy bueno. Con el coagulante natural, se logró un porcentaje de remoción máximo del 97,22% para el Rojo Congo a un pH de 2. Además, con la ayuda del floculante policloruro de aluminio, se alcanzó un porcentaje de remoción máximo del 98,74% a un pH de 2. Este porcentaje de remoción es satisfactorio, especialmente considerando que se está comparando con el uso de un coagulante convencional ampliamente utilizado en la industria textil, como es el sulfato de aluminio, en la siguiente parte del proyecto, teniendo en cuenta los resultados de este

capítulo, se realizó un diseño de experimentos para hallar el mejor rendimiento variando los factores de dosificación de coagulante, floculante y pH del agua sintética preparada.

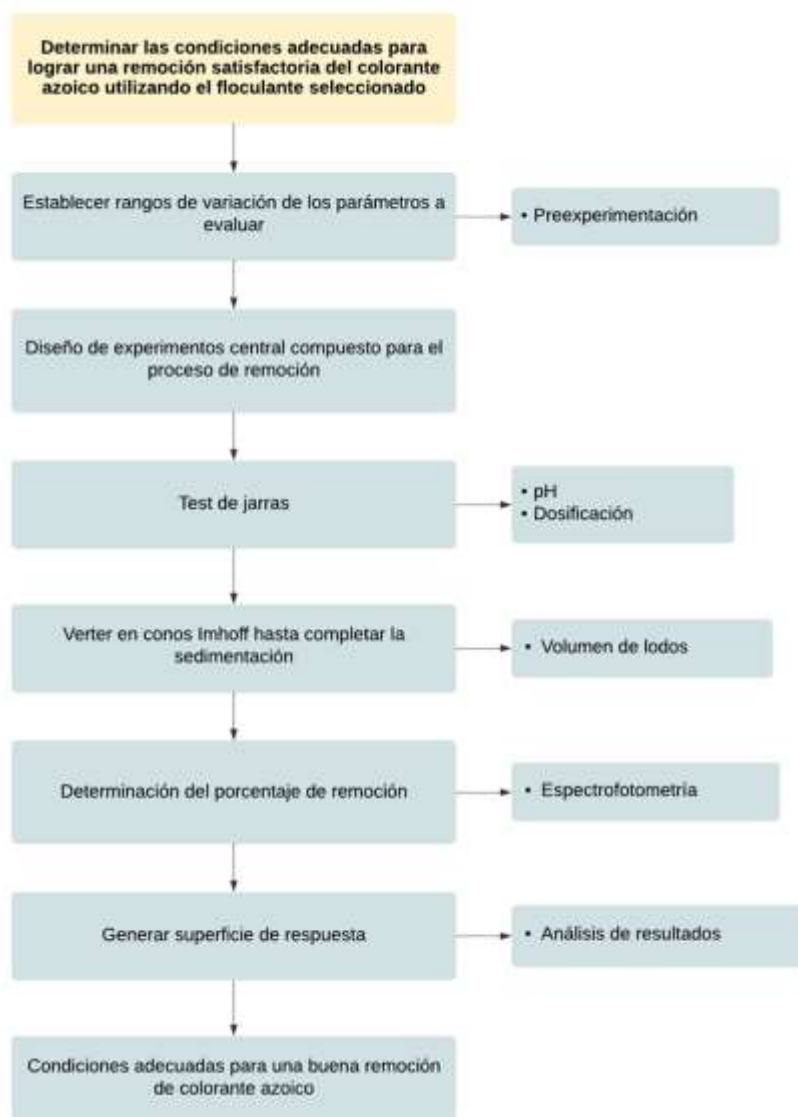
4. DETERMINAR LAS CONDICIONES ADECUADAS PARA LOGRAR UNA REMOCIÓN SATISFATORIA DEL COLORANTE AZOICO UTILIZANDO EL FLOCULANTE SELECCIONADO

4.1 Metodología

El diagrama de secuencia representado en la Figura 52 a continuación, describe las actividades realizadas para cumplir el objetivo establecido.

Figura 52

Diagrama de secuencia para el tercer objetivo



Nota. Diagrama de secuencia para realizar cumplir el tercer objetivo.

4.2 Diseño de experimentos

Para determinar la variación de los factores en el diseño central compuesto, se realizó una última prueba preliminar utilizando una dosis de 15 mg/L de coagulante. Esta prueba mostró un bajo porcentaje de remoción de colorante, apenas 2,53%. Como resultado, se decidió probar con dosis de 20 mg/L, 25 mg/L y 30 mg/L de coagulante. En cuanto a la dosificación del floculante, los resultados preliminares sugirieron que mayores cantidades de floculante eran más efectivas. Por ello, se decidió variar la dosificación del floculante entre 25 mg/L, 30 mg/L y 35 mg/L. Además, para evaluar el impacto del pH en la eficiencia de remoción, se decidió variar el pH entre 2, 3 y 4.

Tabla 13

Factores del diseño de experimentos

Factor	Nivel
pH	2
	3
	4
Dosificación de coagulante (mg/L)	20
	25
	30
Dosificación de floculante (mg/L)	25
	30
	35

Nota. Factores del diseño de experimento

Los datos de la Tabla 13 se ingresaron en el software Minitab, que se utilizó para general el diseño central compuesto. Todos los experimentos se realizaron por duplicado para asegurar la confiabilidad y reproducibilidad de los resultados, lo que resultó en 40 experimentos.

Tabla 14

Diseño de experimentos central compuesto para el tercer objetivo

Experimento	Nivel	pH	Coagulante (mg/L)	Floculante (mg/L)
1	1	2	30	25
2	1	4	20	25
3	1	2	20	35
4	1	2	30	35
5	0	3	25	30
6	1	4	20	35
7	0	3	25	30
8	-1	3	16,59	30
9	0	3	25	30
10	-1	3	33,41	30
11	-1	3	25	21,59
12	1	2	20	25
13	-1	3	25	38,41
14	0	3	25	30
15	-1	1,32	25	30
16	1	4	30	25
17	1	4	30	35
18	0	3	25	30
19	-1	4,68	25	30
20	0	3	25	30

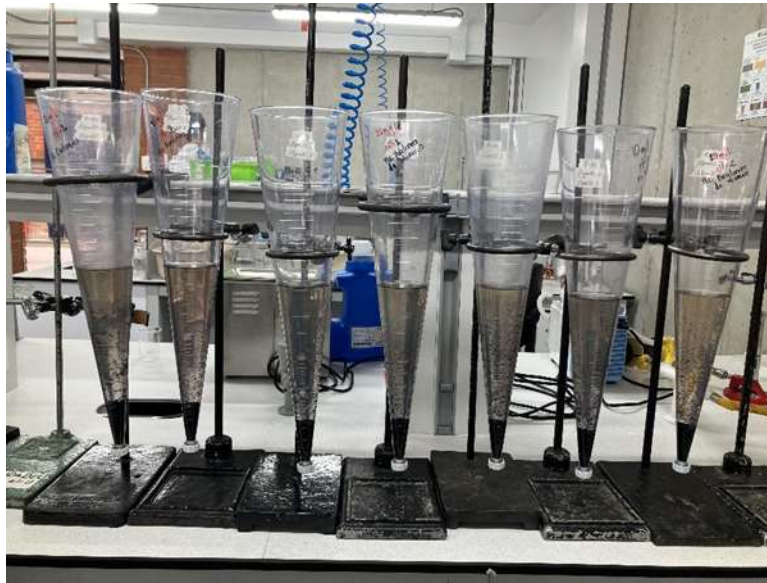
Nota. Diseño de experimentos central compuesto para el tercer objetivo

4.3 Procedimiento experimental

Para el cumplimiento del tercer objetivo, se siguió el mismo procedimiento que en la preexperimentación, pero siguiendo el diseño central compuesto. A continuación, se muestra en la Figura 53, 7 de las 12 jarras correspondientes al centro del diseño de experimentos (Resaltado en amarillo en la Tabla 14).

Figura 53

Conos Imhoff de jarras del diseño de experimentos.



Nota. Conos Imhoff usando el diseño de experimentos.

4.4 Volumen de lodos

El volumen de lodo formado se midió después de 1 hora de sedimentación en el cono Imhoff y se calculó utilizando la misma ecuación que H. Kristianto [43].

Ecuación 7

Volúmenes de lodos

$$\text{Volumen de lodo} = \frac{\text{Volumen de lodo formado después de 1 hora (ml)}}{\text{Volumen total de solución concentrada en el cono Imhoff (L)}}$$

Por ejemplo, para los experimentos presentados a continuación en la Tabla 15, correspondientes a los que utilizaban 30 mg/L de dosis de coagulante natural.

Tabla 15

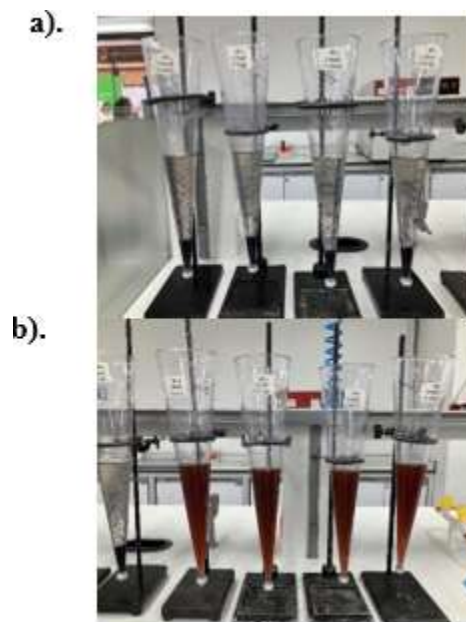
Condiciones de diseño de experimentos.

Concentración (mg/L)	20	20	20	20	20	20	20	20
pH	2	2	2	2	4	4	4	4
Concentración Coagulante (mg/L)	30	30	30	30	30	30	30	30
Volumen Coagulante (ml)	9,1	9,1	9,1	9,1	9,1	9,1	9,1	9,1
Floculante	PA	PA	PA	PA	PA	PA	PA	PA
Concentración Floculante (mg/L)	25	25	35	35	25	25	35	35
Volumen Floculante (ml)	9,4	9,4	13,1	13,1	9,4	9,4	13,1	13,1

Nota. Condiciones de diseño de experimentos.

Figura 54

Conos Imhoff.



Nota. a). Conos pH 2. b). Conos pH 4.

Después de 1 hora de sedimentación, el cono correspondiente a un pH de 2, una dosis de coagulante de 30 mg/L (El primero en la Figura 54 a). de izquierda a derecha) contaba con 20 ml de lodo. Por lo que el volumen de lodos es el siguiente.

$$\text{Volumen de lodo} = \frac{20 \text{ ml}}{0,3 \text{ L}}$$

$$\text{Volumen de lodo} = 66,7 \text{ ml/L}$$

La Tabla 16, expone la comparación de los volúmenes de lodo de todos los experimentos realizados.

Tabla 16

Diseño de experimentos central compuesto para el tercer objetivo.

pH	Concentración de coagulante (mg/L)	Concentración de floculante (mg/L)	Volumen de lodo (ml/L)
3	25	30	50
3	25	30	41,7
3	25	30	50
3	25	30	50
3	25	30	43,3
3	25	30	46,7
3	25	30	50
3	25	30	43,3
3	25	30	50
3	25	30	41,7
3	25	30	46,7
3	25	30	43,3
2	20	25	50
2	20	25	50
2	20	35	46,7
2	20	35	50
4	20	25	0
4	20	25	0
4	20	35	0
4	20	35	0
2	30	25	66,7
2	30	25	73,3
2	30	35	70
2	30	35	66,7
4	30	25	0
4	30	25	0
4	30	35	0
4	30	35	0
3	16,6	30	46,7
3	16,6	30	48,3

3	25	21,6	0
3	25	21,6	0
3	25	38,4	0,3
3	25	38,4	1
3	33,4	30	0
3	33,4	30	0
1,3	25	30	26,7
1,3	25	30	30
4,7	25	30	0
4,7	25	30	0

Nota. Diseño de experimentos central compuesto para el tercer objetivo.

Los resultados registrados sugieren que a un pH de 4 el proceso de coagulación-floculación no fue efectivo, ya que no se observó formación de lodos. Esto también se evidencia cuando la dosificación del coagulante superó la dosis de floculante. Por otro lado, a pH más bajos, en particular a pH 2, se obtuvo una sedimentación más rápida y una mayor formación de lodos.

4.5 Superficies de respuesta

En la tabla 17 se ven los resultados del diseño de experimentos siguiendo con las Figuras 55, 56, 57, en donde se ven los resultados expuestos en superficies de respuestas, en donde el eje z es el porcentaje de remoción de colorante, los demás ejes presentan los factores de dosificación de coagulante, floculante y variación de pH.

Tabla 17

Resultados del diseño de experimento

Experimento	Coagulante	Floculante	pH	%Remoción
1	30	25	2	94,60
	30	25	2	96,80
2	20	25	4	3,37
	20	25	4	2,36
3	20	35	2	96,37
	20	35	2	95,87
4	30	35	2	95,02
	30	35	2	95,53
5	25	30	3	91,40
	25	30	3	90,22
6	20	35	4	2,87
	20	35	4	1,35

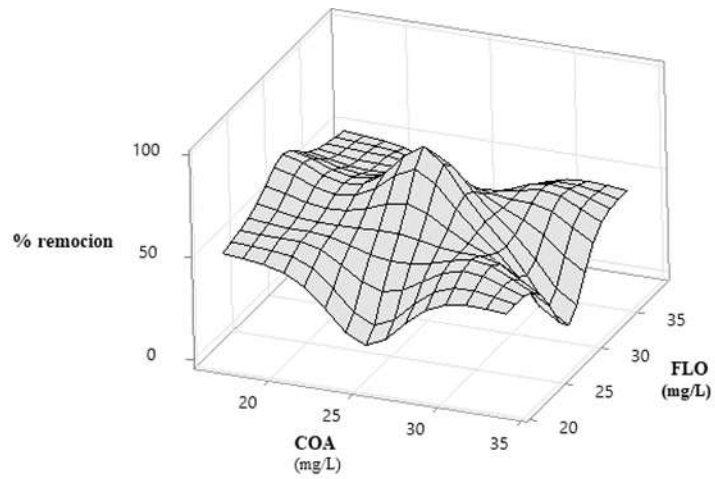
7	25	30	3	91,91
	25	30	3	91,99
8	16,6	30	3	70,4
	16,6	30	3	61,3
9	25	30	3	90,39
	25	30	3	90,22
10	33,4	30	3	1,35
	33,4	30	3	6,91
11	25	21,6	3	3,88
	25	21,6	3	1,86
12	20	25	2	96,88
	20	25	2	95,53
13	25	38,4	3	28,16
	25	38,4	3	19,06
14	25	30	3	90,47
	25	30	3	90,22
15	25	30	1,3	95,36
	25	30	1,3	95,45
16	30	25	4	1,35
	30	25	4	1,35
17	30	35	4	2,36
	30	35	4	2,87
18	25	30	3	92,16
	25	30	3	91,74
19	25	30	4,7	2,87
	25	30	4,7	3,88
20	25	30	3	90,81
	25	30	3	91,91

Nota. Resultados del diseño de experimento

Como se aprecia en la Tabla 17, se observa una tendencia donde el porcentaje de remoción aumenta a medida que disminuye el pH. Estos hallazgos resultan intrigantes, dado que durante las preexperimentaciones se lograron buenos resultados en la remoción del colorante a un pH de 4. No obstante, al llevar a cabo los experimentos del diseño central compuesto a pH 4, los porcentajes de remoción resultaron notablemente bajos. Este contraste nos insta a considerar las posibles variaciones en los resultados y a evaluar los factores que podrían influir en ellos. El principal es que hubo una fermentación de la pulpa de café antes de realizar el diseño central compuesto, lo que afectó la eficacia del coagulante natural en valores de pH superiores a 3.

Figura 55

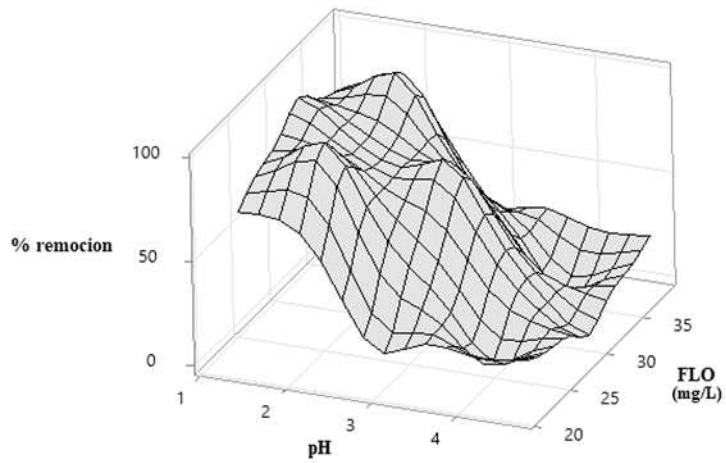
Superficie de respuesta de %remoción, pH, dosificación de coagulante



Nota. Resultado del diseño de experimentos central compuesto

Figura 56

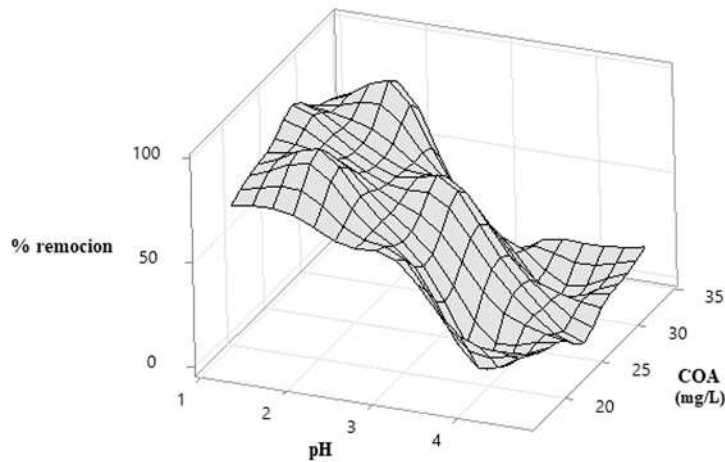
Superficie de respuesta de %remoción, pH, dosificación de floculante.



Nota. Resultado del diseño de experimentos central compuesto

Figura 57

Superficie de respuesta de %remoción, dosificación de coagulante, dosificación de floculante



Nota. Resultado del diseño de experimentos central compuesto

Según las superficies de respuesta, la mejor relación de dosificación de coagulante y floculante es de 20 mg/L y 25 mg/L respectivamente, y los mayores porcentajes de remoción se obtienen a pH de 2 y 3. El Rojo Congo es un colorante aniónico que una vez es disuelto en agua, este queda cargado negativamente [44]. El coagulante natural derivado de compuestos polifenólicos de la pulpa de café, al mayormente compuesto por ácidos que pueden disociarse y liberar protones (H⁺) en solución, lo que resulta en una carga negativa en el coagulante. Aunque ambos componentes tienen carga negativa, la formación de complejos estables puede verse facilitada por interacciones electrostáticas entre los grupos funcionales presentes en el coagulante y el colorante. Además, la inclusión de grupos hidroxilo (-OH) en el coagulante propicia la formación de puentes de hidrógeno con los grupos funcionales del colorante, lo que estabiliza la unión entre ambos. Por otro lado, ciertas áreas de la estructura molecular del coagulante pueden comportarse como ácidos débiles, permitiendo interacciones ácido-base con el colorante que favorecen su adsorción y posterior eliminación del agua.

Al haber obtenido resultados máximos de 96,88% en la remoción del Rojo Congo, se puede comparar con estudios de otros autores que utilizaron diferentes tipos de colorantes. Por ejemplo, en el estudio de A. Mejía y L. Moreno [4], se usaron los colorantes rojo #88 y amarillo #36, ambos también azoicos, y se lograron remociones menores, con valores de 87,27% y 89,26%, respectivamente. Esto demuestra que el método utilizado en nuestro estudio es más efectivo para

la remoción del colorante Rojo Congo en comparación con otros colorantes azoicos. Por otro lado, al comparar con los resultados reportados por H. Kristianto [43], quien obtuvo una remoción máxima de Rojo Congo de 90%, se confirma la buena actividad coagulante de los compuestos polifenólicos y la optimización satisfactoria del proceso gracias al uso del floculante policloruro de aluminio seleccionado.

Con las gráficas de resultados del diseño de experimento, se obtiene la Tabla 18 donde se muestra la varianza de cada factor de manera individual soportado en el diagrama de Pareto de la figura 58 realizados en el software Minitab.

Tabla 18

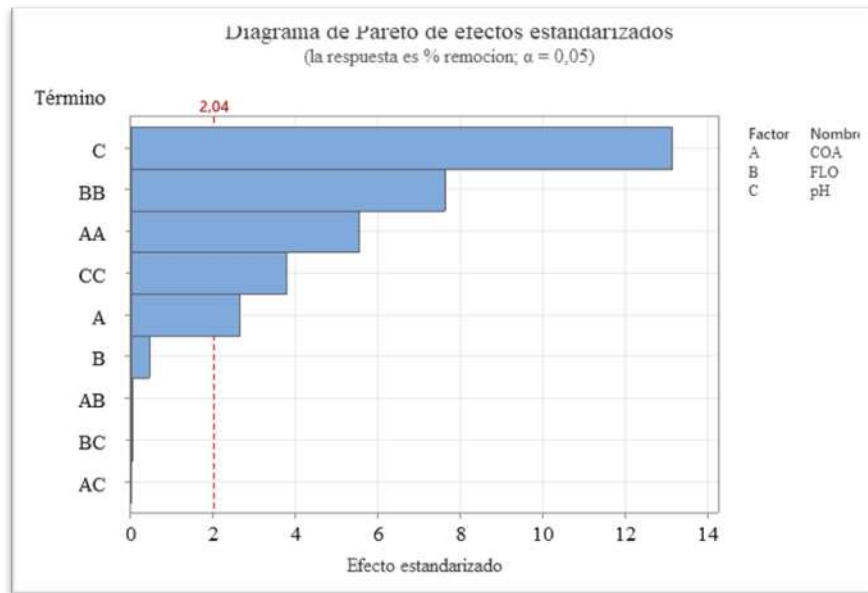
Análisis de varianza primer objetivo

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	9	63624,7	7069,4	29,71	0
Lineal	3	42702,5	14234,2	59,82	0
COA	1	1650,5	1650,5	6,94	0,013
FLO	1	48,9	48,9	0,21	0,653
pH	1	41003,1	41003,1	172,31	0
Cuadrado	3	20921,1	6973,7	29,31	0
COA*COA	1	7314,8	7314,8	30,74	0
FLO*FLO	1	13793	13793	57,96	0
pH*pH	1	3386,4	3386,4	14,23	0,001
Interacción de 2 factores	3	1	0,3	0	1
COA*FLO	1	0,7	0,7	0	0,957
COA*pH	1	0	0	0	0,991
FLO*pH	1	0,3	0,3	0	0,974
Error	30	7138,8	238		
Falta de ajuste	5	6870,4	1374,1	127,97	0
Error puro	25	268,4	10,7		
Total	39	70763,5			

Nota. Análisis de varianza primer objetivo

Figura 58

Diagrama de Pareto para el tercer objetivo



Nota. Análisis estadístico del diseño central compuesto

El análisis ANOVA muestra que el modelo es altamente significativo ($p < 0,05$) con un valor F de 29,71. Los términos lineales de COA y pH son significativos ($p = 0,013$ y $p < 0,001$, respectivamente), mientras que FLO no lo es ($p = 0,653$). Los términos cuadráticos de COA, FLO y pH también son significativos ($p < 0,05$), indicando efectos no lineales importantes. Las interacciones de dos factores no son significativas ($p > 0,05$), sugiriendo que las combinaciones de estos factores no afectan significativamente la respuesta. La falta de ajuste es significativa ($p < 0,05$), lo que indica que el modelo no explica toda la variabilidad en los datos y podría mejorarse. En resumen, el pH tiene el mayor impacto en el porcentaje de remoción, seguido por COA y sus efectos cuadráticos, mientras que FLO tiene un impacto mínimo.

Ecuación 8

Optimización del parámetro concentración de polifenoles.

$$\begin{aligned} \%Remocion = & -1081 + 29,29COA + 56,03FLO + 23,1pH - 0,622COA * COA - 0,930FLO \\ & * FLO - 10,47pH * pH + 0,008COA * FLO + 0,008COA * pH + 0,025FLO * pH \end{aligned}$$

Utilizando la Ecuación 8, el software Minitab calcula una dosis de coagulante de 23,7 mg/L y de floculante de 30,1 mg/L, con un pH de 1,3. Este resultado resulta en una remoción del 99,74% del colorante. A la luz del análisis previo, sería prudente validar estos resultados y explorar diferentes puntos experimentales para determinar las condiciones que maximizan la remoción del colorante.

5. CONCLUSIONES

Se realizó una extracción asistida por ultrasonido teniendo como criterio la eficiencia de esta para la obtención de polifenoles, obteniendo después del análisis del diseño de experimentos que la mejor extracción de polifenoles se da a una relación sólido-líquido de 1:23,2, una temperatura de 30°C y un tiempo de 25 minutos obteniendo así una concentración de polifenoles de 8,77 mgGAE/gBS. Sin embargo, las condiciones óptimas sugeridas por el software Minitab, que incluyen una relación S:L de 23,165, un tiempo de 41,33 minutos y una temperatura de 23,2371°C, alcanzan una concentración teórica de 9,4803 mg GAE/g BS. Estos datos, al estar en puntos axiales del diseño central compuesto sugieren que no se han alcanzado las condiciones óptimas, pero se establece un punto de referencia significativo. Por otro lado, la caracterización de los compuestos polifenólicos mediante HPLC acoplado a un espectrómetro de masas evidenció la abundante presencia de componentes como el ácido 3-cafeoilquínico, ácido p-hidroxiidihidrocumárico y ácido ferúlico, lo cual previó una mejor actividad coagulante en aguas sintéticas de pH ácido.

Se seleccionó el floculante que mejoró el proceso tras evaluar criterios como la disponibilidad y la interacción con el coagulante natural. El policloruro de aluminio, comparado con el polímero orgánico Carboquat y el floculante aniónico, demostró el mejor rendimiento al lograr una remoción máxima del 98,74% a un pH de 2 en el tratamiento empleado mediante pruebas de jarras y conos Imhoff. Estos resultados confirman el cumplimiento de la hipótesis planteada, incrementando la eficiencia de la remoción del colorante mediante el uso de floculantes, considerando factores como la dosificación y el pH.

Se determinaron las mejores condiciones para la eliminación del colorante azoico en una solución de agua sintética mediante el uso de policloruro de aluminio. Los resultados demostraron una remoción del 96,88% del Rojo Congo a un pH de 2, utilizando dosis de coagulante y floculante de 20 mg/L y 25 mg/L, respectivamente. Según las recomendaciones de Minitab, las condiciones ideales para alcanzar una remoción teórica del 99,74% incluyen una dosis de 23,7 mg/L de coagulante y 30,1 mg/L de floculante, con un pH de 1,3. Aunque no se trate de puntos extremos, se sugiere que las dosis de coagulante y floculante están próximas a su punto óptimo. Sin embargo, es crucial asegurar la correcta conservación de la pulpa de café durante los experimentos del diseño central compuesto, dado que su fermentación influyó significativamente en la determinación del punto óptimo de la variable pH.

REFERENCIAS

- [1] F. ; Correa-Mahecha Et Al., “Extraction Of Polyphenols From Unripened Coffee (Coffea Arabica) Residues And Use As A Natural Coagulant For Removing Turbidity”, Processes 2022, Vol. 10, Page 1105, Vol. 10, Núm. 6, P. 1105, Jun. 2022, Doi: 10.3390/Pr10061105.
- [2] “Evaluación De La Actividad Coagulante De Los Polifenoles Extraídos De Residuos De Café (Coffea Arabica) Maria Cristina Musalan Ensuncho”.
- [3] Nuván Varga Laura Natalia Y Rojas Nariño Melissa Margarita, “Evaluación Fisicoquímica Del Tratamiento Primario De Agua, Mediante El Uso De Un Coagulante Obtenido A Partir De Residuos De Café”, 2018.
- [4] “Evaluación De La Remoción De Colorantes Azoicos Mediante Un Coagulante Obtenido De Residuos De Café (Coffea Arabica) Angie Ximena Mejía Perilla Luis Alejandro Moreno Barriga Proyecto Integral De Grado Para Optar Por El Título De”.
- [5] G. Inés Y P. Quintero, “Especificaciones De Origen Y Buena Calidad Del Café De Colombia”. [En Línea]. Disponible En: <https://www.researchgate.net/publication/324066530>
- [6] “Proyectamos Que La Producción De Café Estará En 13,2 Millones De Sacos Este 2022, Lo Que Representará Un Crecimiento De 5% Frente Al Año Anterior”: Ministro Rodolfo Zea Navarro”. Consultado: El 28 De Marzo De 2024. [En Línea]. Disponible En: <https://www.minagricultura.gov.co/noticias/paginas/proyectamos-que-la-produccion-de-cafe-estara-en-13,2-millones-de-sacos-este-2022,-lo-que-representara-un-crecimiento-de-5-f.aspx>
- [7] “(27) Las 8 Etapas Del Proceso De Producción Del Café-Verisimmo | LinkedIn”. Consultado: El 28 De Marzo De 2024. [En Línea]. Disponible En: <https://www.linkedin.com/pulse/las-8-etapas-del-proceso-de-produccion-de-cafe-verisimmo-maria/?originalsubdomain=Es>
- [8] “Exportaciones De Café Colombiano 2023 | Statista”. Consultado: El 28 De Marzo De 2024. [En Línea]. Disponible En: <https://es.statista.com/estadisticas/1284125/exportaciones-de-cafe-colombiano/>

- [9] “El Cafeto: Partes Y Características De La Planta De Café | Mundo Cafeto”. Consultado: El 18 De Abril De 2024. [En Línea]. Disponible En: <https://Mundocafeto.Com/Planta/El-Cafeto/>
- [10] “Etapas Del Proceso De Producción Del Café | Café Arabo”. Consultado: El 18 De Abril De 2024. [En Línea]. Disponible En: <https://Cafearabo.Com/Etapas-Proceso-Produccion-Cafe/>
- [11] D. A. Martín Gordo, “Los Compuestos Fenólicos, Un Acercamiento A Su Biosíntesis, Síntesis Y Actividad Biológica”, *Revista De Investigación Agraria Y Ambiental*, Vol. 9, Núm. 1, Pp. 81–104, Feb. 2018, Doi: 10.22490/21456453.1968.
- [12] “¿Qué Son Los Coagulantes Y Qué Tipos Existen? | Grupo Pochteca”. Consultado: El 26 De Septiembre De 2023. [En Línea]. Disponible En: <https://Mexico.Pochteca.Net/Que-Son-Los-Coagulantes-Y-Que-Tipos-Existen/>
- [13] S. Z. Viña, “Capítulo 4 Compuestos Fenólicos”.
- [14] A. Lama-Muñoz Y M. Del M. Contreras, “Extraction Systems And Analytical Techniques For Food Phenolic Compounds: A Review”, *Foods*, Vol. 11, Núm. 22. Mdpi, El 1 De Noviembre De 2022. Doi: 10.3390/Foods11223671.
- [15] O. R. Alara, N. H. Abdurahman, Y C. I. Ukaegbu, “Extraction Of Phenolic Compounds: A Review”, *Curr Res Food Sci*, Vol. 4, Pp. 200–214, Ene. 2021, Doi: 10.1016/J.Crfs.2021.03.011.
- [16] “Extracción Soxhlet - ¿Qué Es? ¿Cómo Funciona? - Ultrasonidos Hielscher”. Consultado: El 27 De Abril De 2024. [En Línea]. Disponible En: <https://Www.Hielscher.Com/Es/Soxhlet-Extraction-Setup-And-Function.Htm>
- [17] A. Sridhar, M. Ponnuchamy, P. S. Kumar, A. Kapoor, D. V. N. Vo, Y S. Prabhakar, “Techniques And Modeling Of Polyphenol Extraction From Food: A Review”, *Environ Chem Lett*, Vol. 19, Núm. 4, Pp. 3409–3443, Ago. 2021, Doi: 10.1007/S10311-021-01217-8.
- [18] L. Shi, W. Zhao, Z. Yang, V. Subbiah, Y H. A. R. Suleria, “Extraction And Characterization Of Phenolic Compounds And Their Potential Antioxidant Activities”, *Environ Sci Pollut Res Int*, Vol. 29, Núm. 54, Pp. 81112–81129, Nov. 2022, Doi: 10.1007/S11356-022-23337-6.

- [19] “Distillation | Definition, Process, & Methods | Britannica”. Consultado: El 3 De Junio De 2024. [En Línea]. Disponible En: <https://www.britannica.com/science/distillation>
- [20] M. Pérez, I. Dominguez-López, Y R. M. Lamuela-Raventós, “The Chemistry Behind The Folin-Ciocalteu Method For The Estimation Of (Poly)Phenol Content In Food: Total Phenolic Intake In A Mediterranean Dietary Pattern”, *J Agric Food Chem*, Vol. 71, Núm. 46, Pp. 17543–17553, Nov. 2023, Doi: 10.1021/Acs.Jafc.3c04022/Asset/Images/Medium/Jf3c04022_0008.Gif.
- [21] “Iso 14502-1:2005 - Determination Of Substances Characteristic Of Green And Black Tea — Part 1: Content Of Total Polyphenols In Tea — Colorimetric Method Using Folin-Ciocalteu Reagent”. Consultado: El 9 De Julio De 2024. [En Línea]. Disponible En: <https://www.iso.org/standard/31356.html>
- [22] G. Martínez Y F. López, “Determinación De Polifenoles Totales Por El Método De Folin-Ciocalteu Apellidos, Nombre”.
- [23] D. Suarez Ospina Y Y. Morales Hernández, “Principios Básicos De La Cromatografía Líquida De Alto Rendimiento Para La Separación Y Análisis De Mezclas Basic Principles Of High Performance Liquid Chromatography For The Separation And Analysis Of Mixtures”, *América Revista Semilleros: Formación Investigativa*, Vol. 4, 2018.
- [24] D. Marcano, *Introducción A La Química De Los Colorantes*. 2018.
- [25] N. S. Chundawat Y G. P. Singh, “Analytical Study On Removal Of Azo Dye From Polluted Water Using Orange Peel”, 2021. [En Línea]. Disponible En: <https://www.researchgate.net/publication/352056248>
- [26] “Colorantes Azoicos | Qué Son Y Que Efectos Tienen En La Salud”. Consultado: El 18 De Abril De 2024. [En Línea]. Disponible En: <https://sostenibilidadmasvida.com/sustancias-toxicas/colorantes-azoicos/>
- [27] “Colloids- Lenntech”. Consultado: El 27 De Abril De 2024. [En Línea]. Disponible En: <https://www.lenntech.com/colloids.htm>

- [28] A. Y. Zahrim Et Al., “Nanoparticles Enhanced Coagulation Of Biologically Digested Leachate”, *Nanotechnology In Water And Wastewater Treatment: Theory And Applications*, Pp. 205–241, Ene. 2019, Doi: 10.1016/B978-0-12-813902-8.00011-3.
- [29] “Capítulo 3. Potabilización De Aguas Tema 6. Coagulación Y Floculación Clarificación”.
- [30] “Flocculants Coagulants Wastewater Treatment”. Consultado: El 27 De Abril De 2024. [En Línea]. Disponible En: <https://www.getchemready.com/wastewater-treatment/flocculants-coagulants-wastewater-treatment/>
- [31] “Procedimiento Para El Ensayo De Coagulación-Floculación En Un Recipiente Con Agua O Método De Jarras.” Consultado: El 9 De Julio De 2024. [En Línea]. Disponible En: <https://tienda.icontec.org/gp-procedimiento-para-el-ensayo-de-coagulacion-floculacion-en-un-recipiente-con-agua-o-metodo-de-jarras-ntc3903-2010.html>
- [32] “Iop Conference Series: Earth And Environmental Science”, Doi: 10.1088/1755-1315/443/1/012052.
- [33] D. Mascherpa, C. Carazzone, G. Marrubini, G. Gazzani, Y A. Papetti, “Identification Of Phenolic Constituents In Cichorium Endivia Var. Crispum And Var. Latifolium Salads By High-Performance Liquid Chromatography With Diode Array Detection And Electrospray Ionization Tandem Mass Spectrometry”, *J Agric Food Chem*, Vol. 60, Núm. 49, Pp. 12142–12150, Dic. 2012, Doi: 10.1021/jf3034754.
- [34] B. Nemzer, N. Abshiru, Y F. Al-Taher, “Identification Of Phytochemical Compounds In Coffea Arabica Whole Coffee Cherries And Their Extracts By Lc-MS/MS”, *J Agric Food Chem*, Vol. 69, Núm. 11, Pp. 3430–3438, Mar. 2021, Doi: 10.1021/acs.jafc.0c05937.
- [35] B. Nemzer, N. Abshiru, Y F. Al-Taher, “Identification Of Phytochemical Compounds In Coffea Arabica Whole Coffee Cherries And Their Extracts By Lc-MS/MS Supporting Information”.
- [36] S. P. Kusumocahyo, S. Wijaya, A. A. C. Dewi, D. Rahmawati, Y D. I. Widiputri, “Optimization Of The Extraction Process Of Coffee Pulp As A Source Of Antioxidant”, *Iop Conference Series: Earth And Environmental Science*, Institute Of Physics Publishing, Mar. 2020. Doi: 10.1088/1755-1315/443/1/012052.

- [37] L. A. Caicedo, G. Rodríguez, Y A. Durán, “Las Matemáticas Y La Ingeniería Química, Una Relación Sinérgica”.
- [38] Gutiérrez Matamoros Stephany, “Evaluación Del Proceso De Extracción Con Soluciones De Etanol, De Un Subproducto Del Procedimiento Industrial De Café, Para Obtener Un Extracto De Antocianinas Y Ácido Clorogénico”, Universidad De Costa Rica, 2020.
- [39] B. C. E., “Hydrodynamics Of Pumps. Cambridge University Press.” 2011.
- [40] C. Barajas Et Al., “Executive Business School”, Avances En Ciencias E Ingeniería, Vol. 7, Pp. 67–80, 2016, Consultado: El 22 De Mayo De 2024. [En Línea]. Disponible En: [Http://Www.Redalyc.Org/Articulo.Oa?Id=323649144008](http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=323649144008)
- [41] “Ntc3903 Test De Jarras.Pdf”. Consultado: El 8 De Julio De 2024. [En Línea]. Disponible En: [Https://Es.Slideshare.Net/Slideshow/Ntc3903-Test-De-Jarraspdf/251685725](https://es.slideshare.net/slideshow/ntc3903-test-de-jarraspdf/251685725)
- [42] “Contents Vol. 209”, Desalination Water Treat, Vol. 209, Pp. V–VII, 2021, Doi: 10.5004/Dwt.2021.26996.
- [43] H. Kristianto, H. Rahman, S. Prasetyo, Y A. K. Sugih, “Removal Of Congo Red Aqueous Solution Using Leucaena Leucocephala Seed’s Extract As Natural Coagulant”, Appl Water Sci, Vol. 9, Núm. 4, Jun. 2019, Doi: 10.1007/S13201-019-0972-2.
- [44] H. Patel Y R. T. Vashi, “Removal Of Congo Red Dye From Its Aqueous Solution Using Natural Coagulants”, Journal Of Saudi Chemical Society, Vol. 16, Núm. 2, Pp. 131–136, Abr. 2012, Doi: 10.1016/J.Jscs.2010.12.003.

ANEXOS

En la tabla que se observa a continuación, se presentan los lugares, equipos, materiales y reactivos utilizados para cumplir con el procedimiento experimental del primer objetivo del trabajo.

Tabla 19

Información de los laboratorios, reactivos y materiales usados

LUGAR	Laboratorios de química de la Universidad de América
EQUIPOS	Baño de ultrasonido
	Agitador magnético
	Plancha de agitación
	Bomba de vacío
	Rotaevaporador
	Balanza analítica
	Horno
	Mufla
	Desecador
	Espectrofotómetro
MATERIALES	Crisoles (6)
	Espátulas (3)
	Microespátula (1)
	Papel filtro
	Embudo de Büchner y Kitasato (1)
	Beaker de 500 ml (2)
	Probeta 100 ml (6)
	Beaker 100 ml (3)
	Pipeta 10 ml (1)
	Pipeta pasteur (1)
	Micropipeta (1)
	Vidrio de reloj (1)
	Picnómetro de 10 ml y 1 ml (1)
	Balón aforado 1 L (1)
	Balones aforados 500 ml (6)
	Balón aforado 100 ml (1)
	Tubos de ensayo (24)
REACTIVOS	Agua destilada
	Etanol 96%
	Reactivo de Folin
	Carbonato de sodio

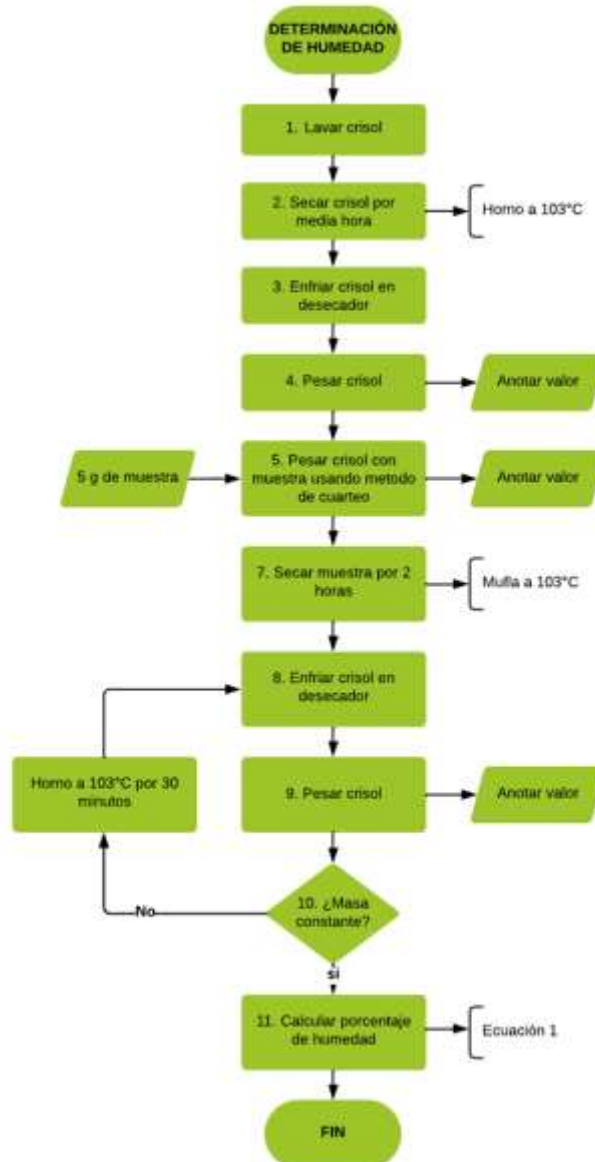
Nota. Información de los laboratorios, reactivos y materiales usados

ANEXO 1.

DETERMINACIÓN DE HUMEDAD

Figura 59

Diagrama de secuencia de determinación de humedad



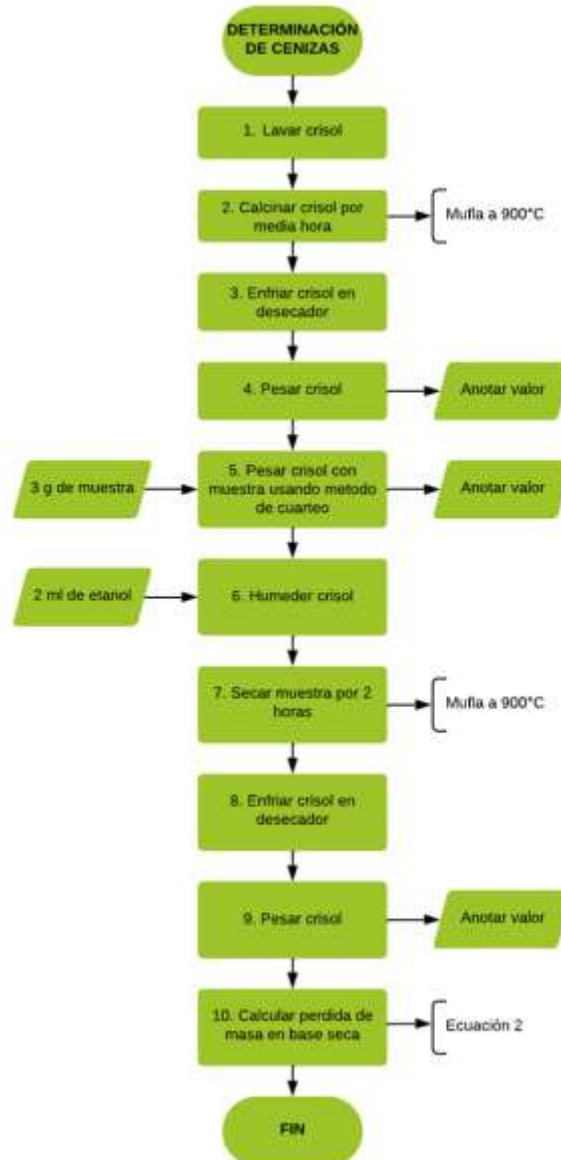
Nota. Diagrama de secuencia de determinación de humedad

ANEXO 2.

DETERMINACIÓN DE CENIZAS

Figura 60

Diagrama de secuencia de terminación de cenizas



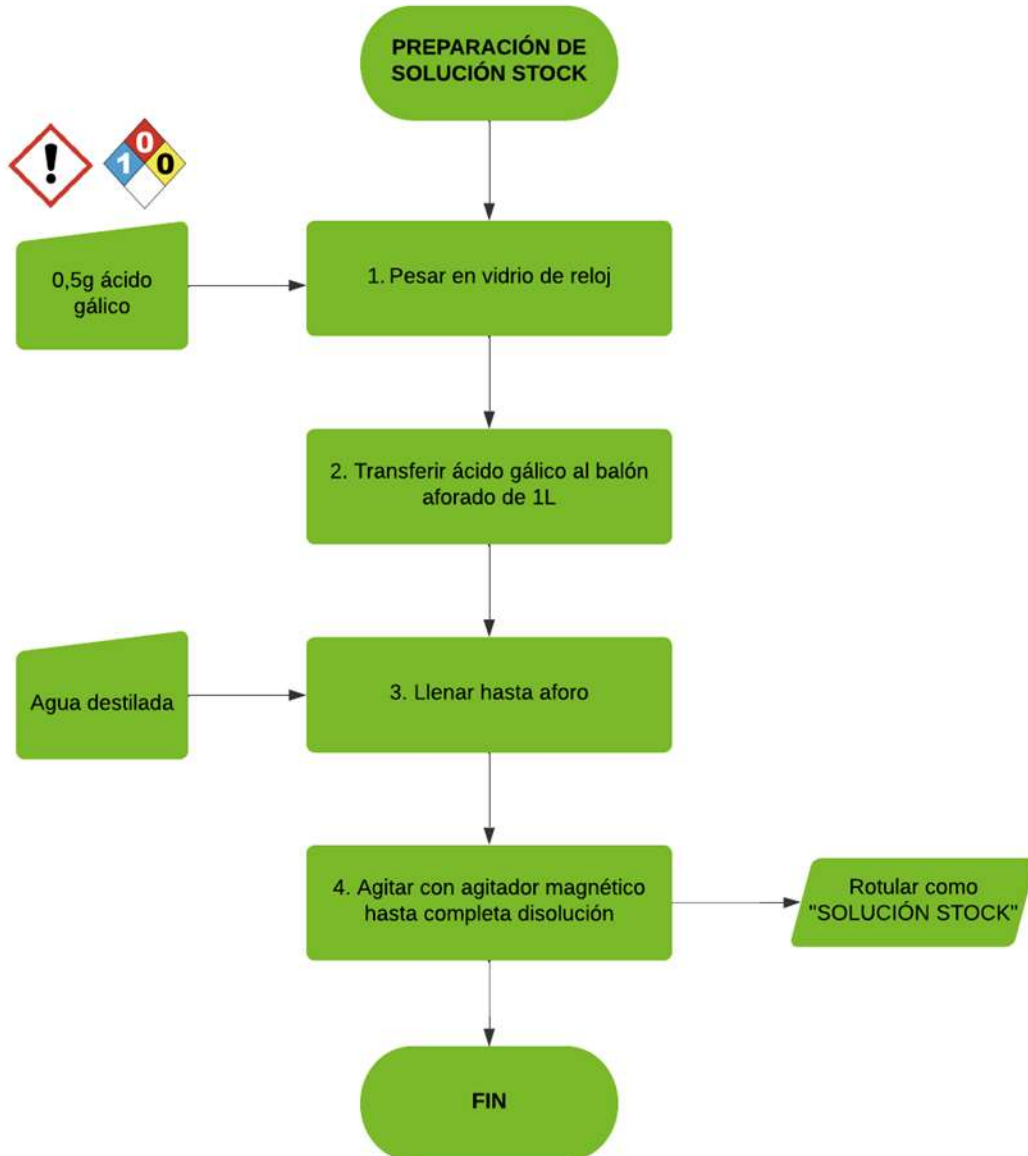
Nota. Diagrama de secuencia de terminación de cenizas

ANEXO 3.

MÉTODO DE FOLIN-CIOCALTEU

Figura 61

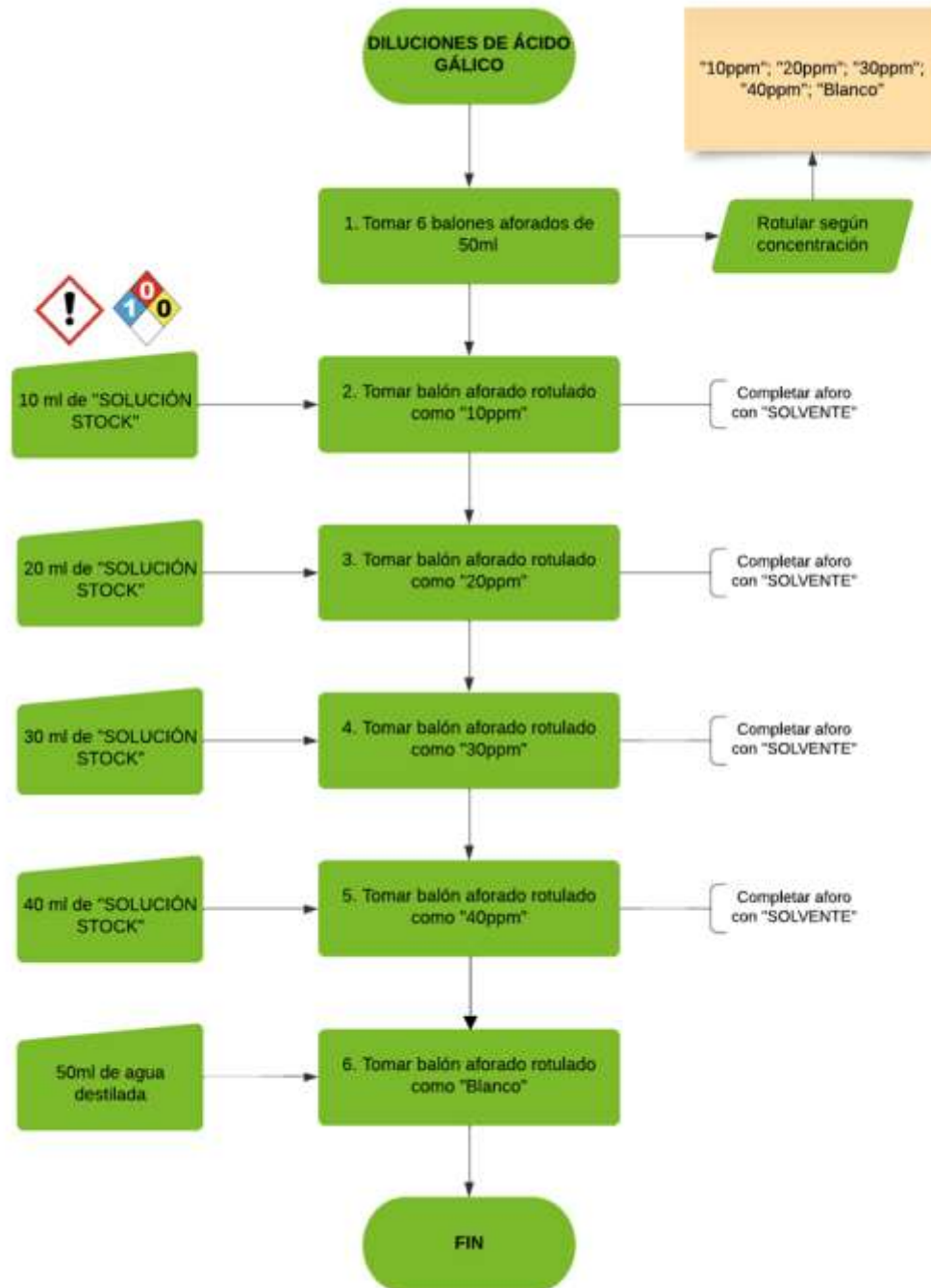
Diagrama de secuencia preparación de solución stock.



Nota. Diagrama de secuencia preparación de solución stock.

Figura 62

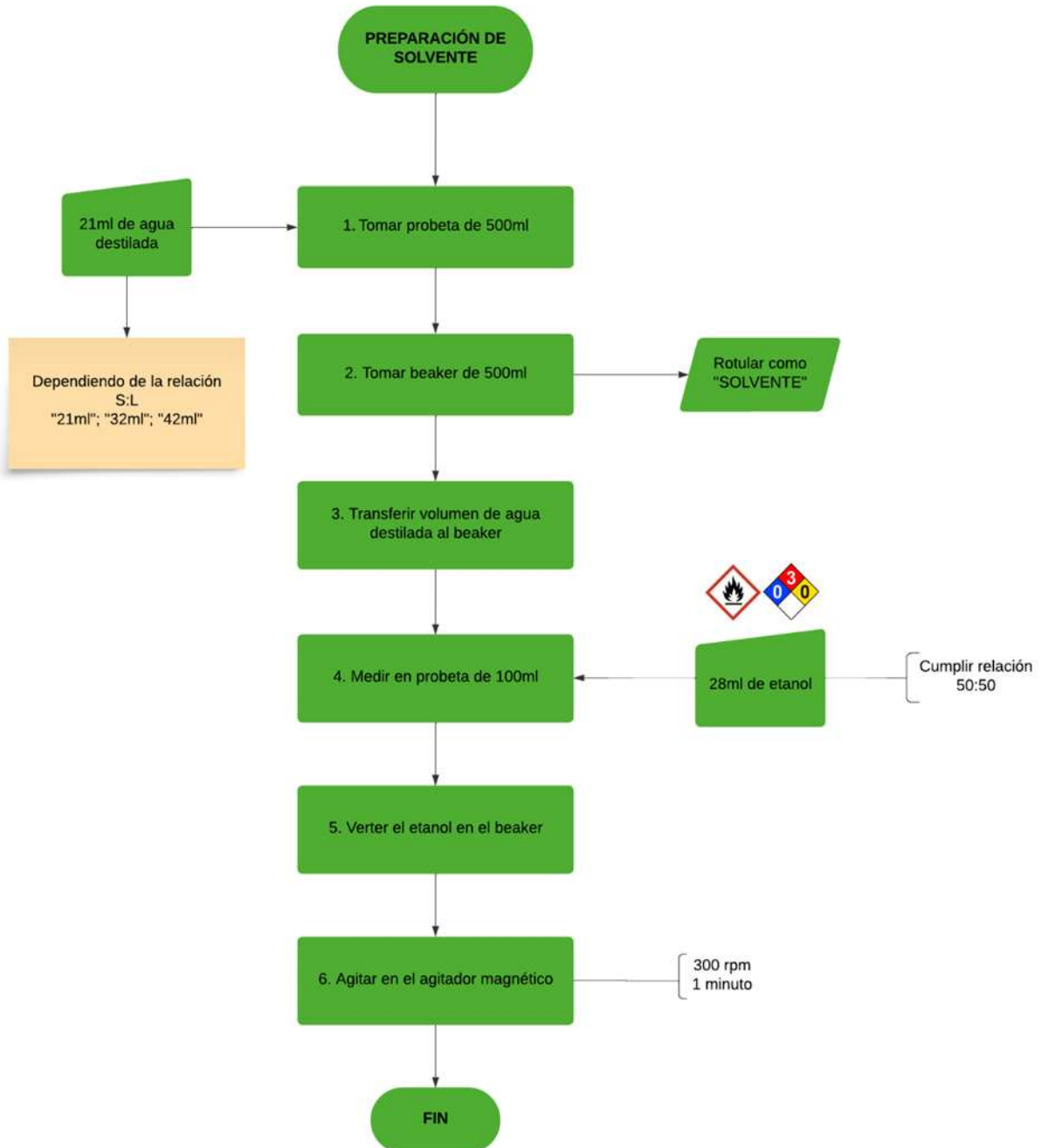
Diagrama de secuencia disolución de ácido gálico



Nota. Diagrama de secuencia disolución de ácido gálico

Figura 63

Diagrama de secuencian preparación de solvente



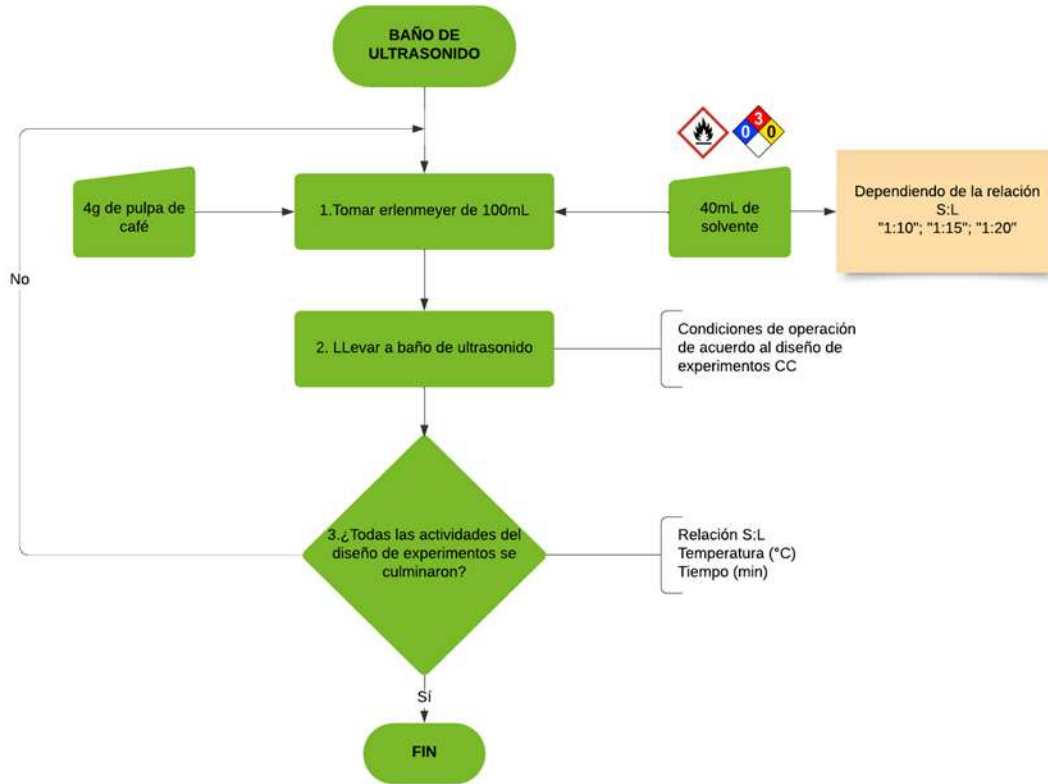
Nota. Diagrama de secuencian preparación de solvent

ANEXO 4.

EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONI

Figura 64

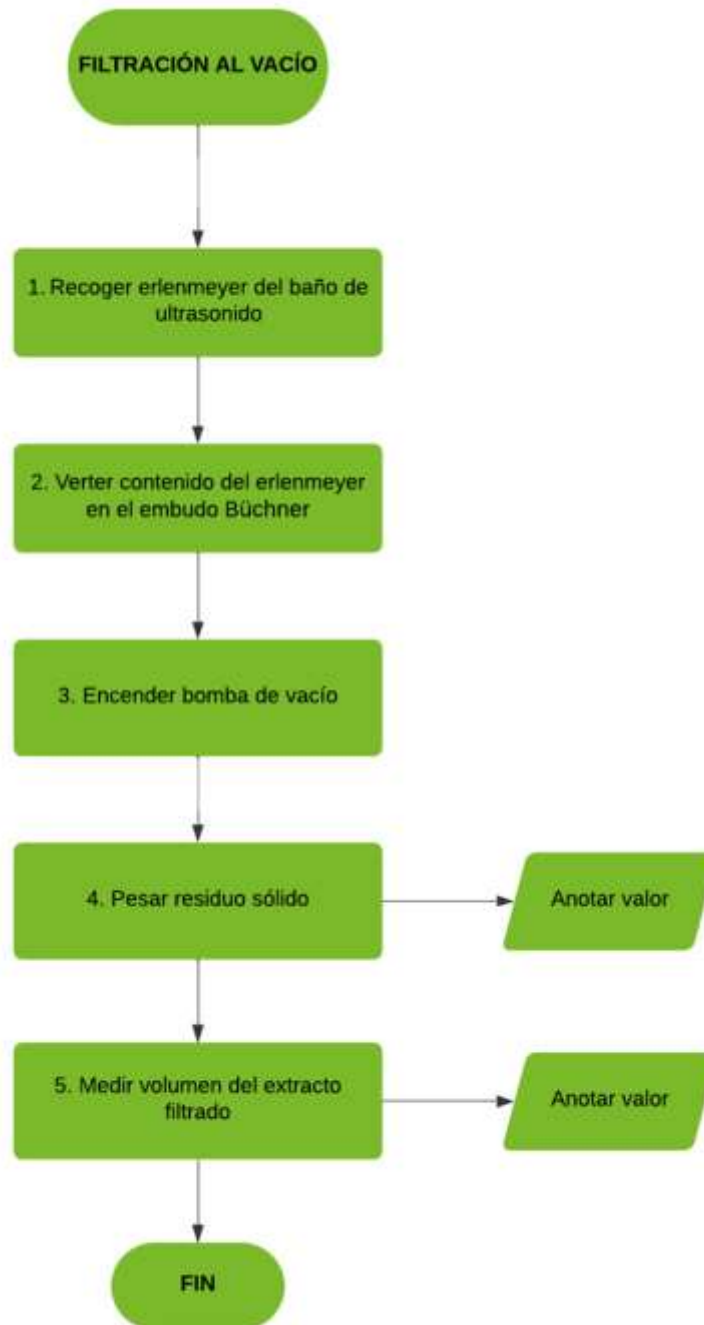
Diagrama de secuencia baño de ultrasonido



Nota. Diagrama de secuencia baño de ultrasonido

Figura 65

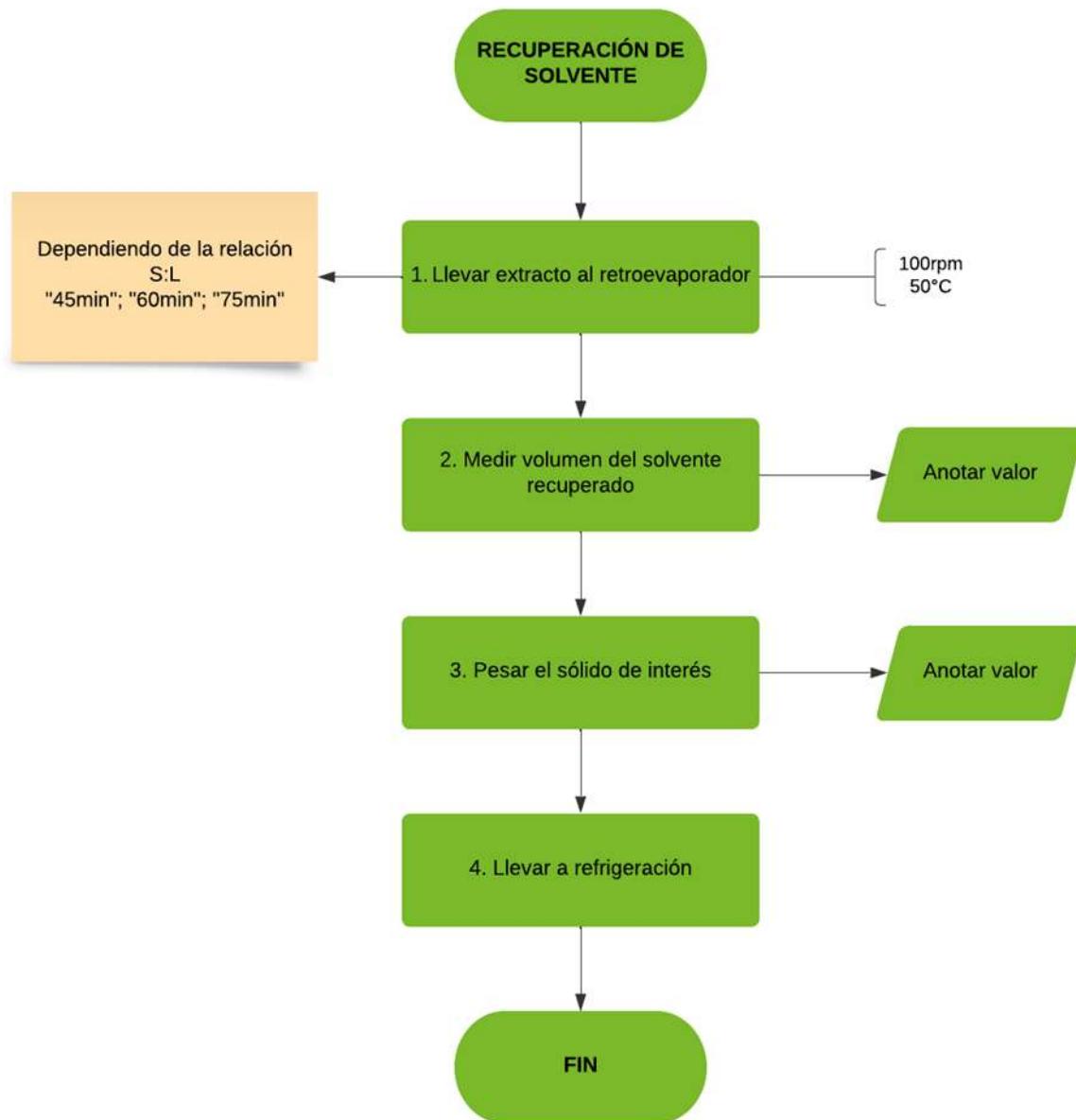
Diagrama de secuencia de filtración al vacío



Nota. Diagrama de secuencia de filtración al vacío

Figura 66

Diagrama de secuencia para recuperación de solvente



Nota- Diagrama de secuencia para recuperación de solvent

ANEXO 5.

RESULTADOS DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN

Tabla 20

Resultados experimentales de la extracción (solvente)

Solvente			
Experimento	Relación S:L	Volumen de etanol (ml)	Volumen de agua (ml)
1	1:10	23	17
2	1:20	46	35
3	1:10	23	17
4	1:20	46	35
5	1:15	35	26
6	01:23,2	53,9	40,3
7	01:06,8	15,9	11,9
8	1:15	35	26
9.1	1:15	35	26
9.2	1:15	35	26
9.3	1:15	35	26
9.4	1:15	35	26
9.5	1:15	35	26
9.6	1:15	35	26
10	1:15	35	26
11	1:10	23	17
12	1:20	46	35
13	1:10	23	17
14	1:20	46	35
15	1:15	35	26

Nota. Resultados experimentales de la extracción (solvente)

Tabla 21*Resultados experimentales de la extracción (relación).*

Relación S:L					
Experimento	Relación S:L	Peso pulpa (g)	Volumen de solvente (ml)	Peso erlenmeyer vacío (g)	Peso erlenmeyer lleno (g)
1	1:10	4,0010	40	68,4364	108,3795
2	1:20	4,0010	80	51,0452	127,4386
3	1:10	4,0010	40	48,1773	88,1598
4	1:20	4,0010	80	48,5504	126,2285
5	1:15	4,0000	60	48,1672	106,7021
6	01:23,2	4,0000	93	66,9651	161,2032
7	01:06,8	4,0005	27	48,4404	78,5437
8	1:15	4,0003	60	49,3597	108,1013
9.1	1:15	4,0001	60	66,9655	125,6529
9.2	1:15	3,9999	60	49,3603	112,6035
9.3	1:15	4,0002	60	68,436	131,5009
9.4	1:15	4,0001	60	48,8691	107,8822
9.5	1:15	4,0001	60	48,5030	107,1800
9.6	1:15	4,0002	60	50,5445	108,9048
10	1:15	4,0006	60	68,4368	127,4673
11	1:10	3,9998	40	48,5561	88,3559
12	1:20	4,0000	80	51,0465	108,0334
13	1:10	4,0000	40	48,3033	88,3164
14	1:20	3,9999	80	49,6461	107,8702
15	1:15	4,0003	60	48,3215	107,009

Nota. Resultados experimentales de la extracción (relación).

Tabla 22*Resultados experimentales de la extracción (ultrasonido)*

Ultasonido			
Experimento	Relación S:L	Temperatura (°C)	Tiempo (min)
1	1:10	20	15
2	1:20	20	15
3	1:10	40	15
4	1:20	40	15
5	1:15	30	9
6	01:23,2	30	25
7	01:06,8	30	25
8	1:15	46	25
9.1	1:15	30	25
9.2	1:15	30	25
9.3	1:15	30	25
9.4	1:15	30	25
9.5	1:15	30	25
9.6	1:15	30	25
10	1:15	14	25
11	1:10	20	35
12	1:20	20	35
13	1:10	40	35
14	1:20	40	35
15	1:15	30	41

Nota. Resultados experimentales de la extracción (ultrasonido)

Tabla 23*Resultados experimentales de la extracción (filtración)*

Filtración						
Experimento	Relación S:L	Peso papel filtro (g)	Peso del vaso de precipitado (g)	Peso del sólido (g)	Peso del sólido (g)	Volumen del extracto filtrado (ml)
1	1:10	0,3153	51,4986	58,8530	7,0391	32
2	1:20	0,3187	51,4997	57,8610	6,0426	66
3	1:10	0,3144	51,4991	58,6187	6,8052	31
4	1:20	0,3236	51,4996	58,1106	6,2874	70
5	1:15	0,3198	51,5026	58,2219	6,3995	51
6	01:23,2	0,3105	51,4996	58,2175	6,4074	79
7	01:06,8	0,3217	51,4981	58,8058	6,9860	17
8	1:15	0,3199	51,4981	58,5830	6,7650	49
9.1	1:15	0,3334	51,4985	58,3106	6,4787	55
9.2	1:15	0,3262	51,4981	58,1782	6,3539	57
9.3	1:15	0,3358	51,4992	58,9140	7,0790	56
9.4	1:15	0,3230	49,6486	56,6435	6,6719	53
9.5	1:15	0,3206	49,6485	56,8838	6,9147	52
9.6	1:15	0,3243	49,6490	56,5302	6,5569	51
10	1:15	0,3155	51,5023	57,9299	6,1121	53
11	1:10	0,3185	51,4990	58,0968	6,2793	31
12	1:20	0,3237	51,5000	58,5310	6,7073	69
13	1:10	0,3218	51,5006	59,3524	7,5300	32
14	1:20	0,3233	51,4030	58,8496	7,1233	51
15	1:15	0,3166	46,8965	53,9021	6,6890	53

Nota. Resultados experimentales de la extracción (filtración)

Tabla 24*Resultados experimentales de la extracción (rotaevaporacion)*

Rotaevaporación (100rpm)										
Muestra	Muestra	Muestra	Muestra	Muestra	Muestra	Muestra	Muestra	Muestra	Muestra	Muestra
1	1:10	30	50	61,8167	94,2327	32,4160	73,7952	11,9785	14	15,4532
2	1:20	50	50	61,0159	127,5776	66,5617	66,2188	5,2029	44	48,5672
3	1:10	30	50	61,8176	93,3074	31,4898	67,3135	5,4959	20	22,0760
4	1:20	50	50	61,0181	131,7657	70,7476	71,5981	10,5800	31	34,2178
5	1:15	40	50	61,8180	113,4938	51,6758	66,4385	4,6205	37	40,8406
6	01:23,2	60	50	61,8196	140,3772	78,5576	79,5309	17,7113	49	54,0862
7	01:06,8	15	50	61,0154	78,4861	17,4707	66,8130	5,7976	4,8	5,2982
8	1:15	40	50	61,8191	110,6623	48,8432	72,9529	11,1338	21	23,1798
9.1	1:15	40	50	61,0221	117,4928	56,4707	66,7489	5,7268	38	41,9444
9.2	1:15	40	50	61,0236	118,3143	57,2907	69,3710	8,3474	35	38,6330
9.3	1:15	40	50	61,0155	117,3336	56,3181	71,7562	10,7407	26	28,6988
9.4	1:15	40	50	55,0461	108,7786	53,7325	63,6753	8,6292	28	30,9064
9.5	1:15	40	50	55,0442	107,9838	52,9396	65,2786	10,2344	31	34,2178
9.6	1:15	40	50	55,0454	107,0649	52,0195	58,0583	3,0129	36	39,7368
10	1:15	40	50	61,0177	113,9721	52,9544	69,4466	8,4289	28	30,9064
11	1:10	30	50	61,0193	92,7974	31,7781	64,1537	3,1344	14	15,4532
12	1:20	50	50	61,0166	131,1648	70,1482	68,9919	7,9753	29	32,0102
13	1:10	30	50	61,0156	93,6114	32,5958	69,2988	8,2832	14	15,4532
14	1:20	50	50	61,0160	111,6014	50,5854	70,2828	9,2668	26	28,6988
15	1:15	40	50	61,0167	115,1467	54,1300	75,3669	14,3502	19	20,9722

Nota Resultados experimentales de la extracción (rotaevaporacion).

Tabla 25*Resultados experimentales de la extracción (Humedad de refinado).*

Humedad Refinado						
Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento
1	1:10	4,9999	25,0755	30,0737	27,5459	50,5742
2	1:20	4,9997	24,6879	29,6858	27,5175	43,3840
3	1:10	4,9998	18,6542	23,6481	21,1048	50,9281
4	1:20	4,9999	24,6050	29,6049	27,1802	48,4950
5	1:15	5,0001	22,1298	27,1266	24,6815	48,9333
6	01:23,2	5,0000	24,6043	29,6037	27,1715	48,6498
7	01:06,8	4,9999	22,1290	27,1263	24,5284	51,9861
8	1:15	4,9998	24,6870	29,6849	27,0121	53,4785
9.1	1:15	4,9998	18,6544	23,6505	21,0287	52,4769
9.2	1:15	4,9998	24,6877	29,6860	27,1283	51,1714
9.3	1:15	4,9998	25,0747	30,0728	27,3518	54,4407
9.4	1:15	5,0001	25,0737	30,0738	27,5164	51,1470
9.5	1:15	4,9999	24,6041	29,6013	27,0272	51,5108
9.6	1:15	4,9999	17,2223	22,2208	19,7429	49,5729
10	1:15	4,9997	18,6542	23,6520	21,7522	38,0127
11	1:10	4,9998	25,0739	30,0719	27,6638	48,1813
12	1:20	4,9998	22,1290	27,1236	24,5619	51,2894
13	1:10	4,9998	24,6879	29,6850	26,8355	57,0231
14	1:20	4,9997	17,2224	22,2191	19,4488	55,4424
15	1:15	4,9998	24,6035	29,6000	26,9011	54,0158

Nota. Resultados experimentales de la extracción (Humedad de refinado).

Tabla 26

Resultados experimentales de la extracción (Densidad después de la extracción)

Densidad determinada después del proceso de extracción					
Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento
1	1	1	1	1	1
2	2	2	2	2	2
3	3	3	3	3	3
4	4	4	4	4	4
5	5	5	5	5	5
6	6	6	6	6	6
7	7	7	7	7	7
8	8	8	8	8	8
9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1
9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2
9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3
9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4
9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5
9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6
10	10	10	10	10	10
11	11	11	11	11	11
12	12	12	12	12	12
13	13	13	13	13	13
14	14	14	14	14	14
15	15	15	15	15	15

Nota. Resultados experimentales de la extracción (Densidad después de la extracción)

Tabla 27

Resultados experimentales de la extracción (Densidad después de la rotaevaporación).

Densidad determinada después de la rotaevaporación					
Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento
1	1	1	1	1	1
2	2	2	2	2	2
3	3	3	3	3	3
4	4	4	4	4	4
5	5	5	5	5	5
6	6	6	6	6	6
7	7	7	7	7	7
8	8	8	8	8	8
9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1
9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2
9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3
9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4
9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5
9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6
10	10	10	10	10	10
11	11	11	11	11	11
12	12	12	12	12	12
13	13	13	13	13	13
14	14	14	14	14	14
15	15	15	15	15	15

Nota. Resultados experimentales de la extracción (Densidad después de la rotaevaporación).

Tabla 28*Cuantificación de polifenoles*

Cuantificación de polifenoles										
Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7
8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1
9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2
9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3
9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4
9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5
9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6
10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11
12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12
13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13
14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15

Nota. Cuantificación de polifenoles

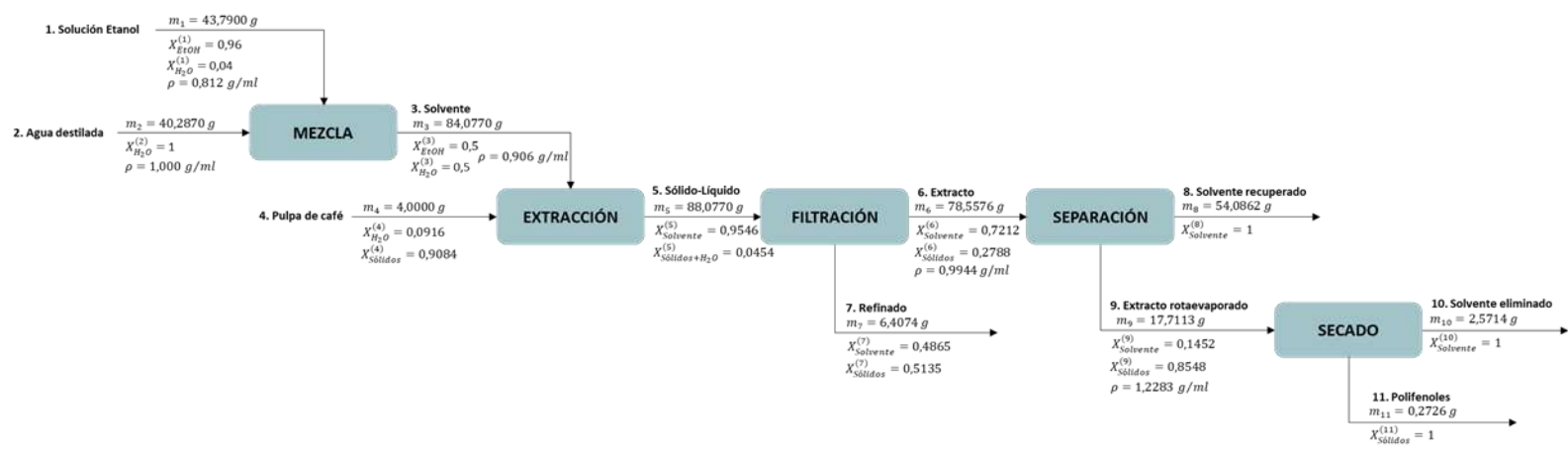
Tabla 29*Resultados experimentales de la extracción (Cajas de Petri).*

Cajas Petri									
Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento	Experimento
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
7	7	7	7	7	7	7	7	7	7
8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
11	11	11	11	11	11	11	11	11	11
12	12	12	12	12	12	12	12	12	12
13	13	13	13	13	13	13	13	13	13
14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1	9.1
9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2	9.2
9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3
9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4
9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5
9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6	9.6

Nota. Resultados experimentales de la extracción (Cajas de Petri).

ANEXO 6.

BALANCE DE MASA



En la tabla que se observa a continuación, se presentan los lugares, equipos, materiales y reactivos utilizados para cumplir con el procedimiento experimental del segundo y tercer objetivo del trabajo.

Tabla 30*Información de los laboratorios, reactivos y materiales usados para el segundo objetivo*

LUGAR	Laboratorios de química de la Universidad de América
EQUIPOS	Baño de ultrasonido
	Agitador magnético
	Plancha de agitación
	Bomba de vacío
	Rotaevaporador
	Balanza analítica
	Potenciómetro
	Test de jarras
	Turbidímetro
	Centrífuga
	Espectrofotómetro
MATERIALES	Beaker 1000 ml (6)
	Espátulas (3)
	Microespátula (1)
	Papel filtro
	Embudo de Büchner y Kitasato (1)
	Beaker de 500 ml (2)
	Probeta 500 ml (1)
	Probeta 100 ml (3)
	Beaker 100 ml (3)
	Pipeta 25 ml (1)
	Pipeta pasteur (3)
	Micropipeta (1)
	Vidrio de reloj (1)
	Cono Imhoff (6)
	Balón aforado 1 L (1)
	Balones aforados 500 ml (6)
	Balón aforado 100 ml (1)
	Tubos de ensayo (4)
REACTIVOS	Colorante Rojo Congo
	Ácido sulfúrico
	Hidróxido de sodio
	Floculante aniónico Carboquat

	Policloruro de aluminio
	Agua destilada
	Etanol 96%
	Reactivo de Folin
	Carbonato de sodio

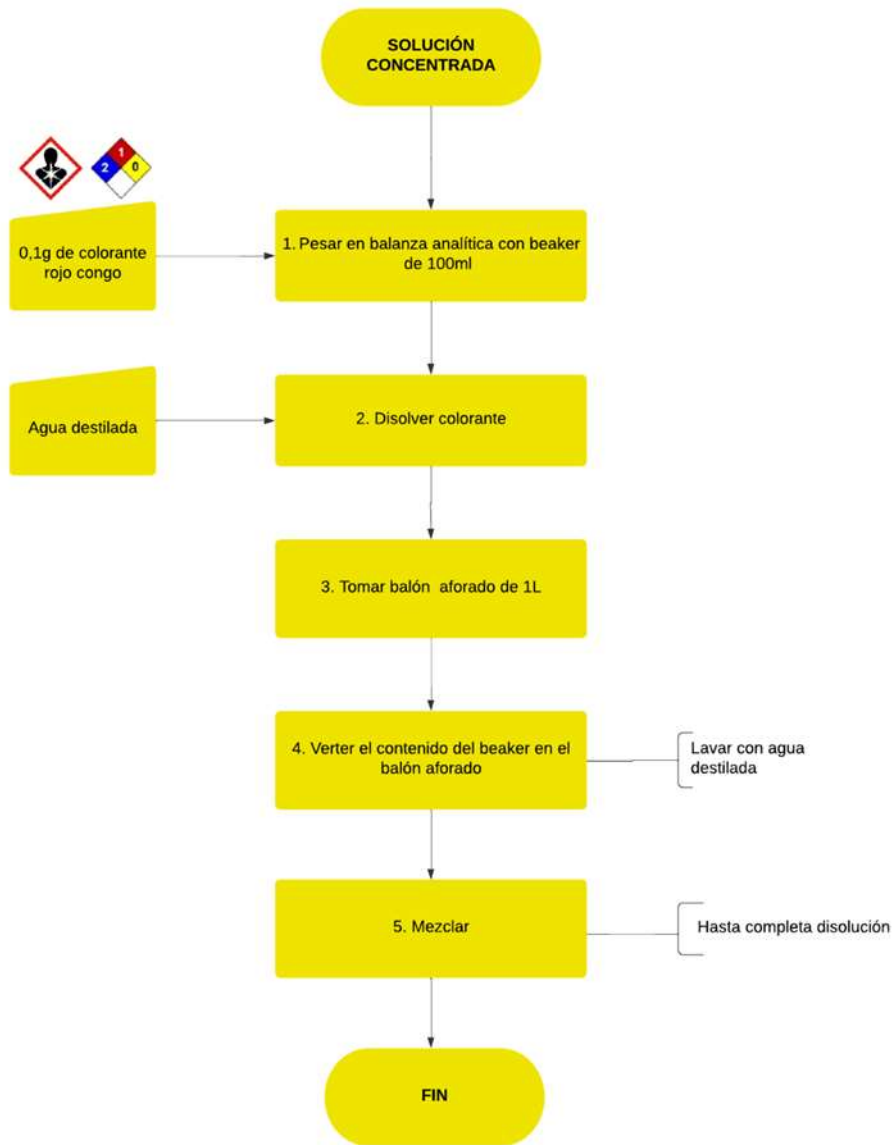
Nota. Información de los laboratorios, reactivos y materiales usados para el segundo objetivo

ANEXO 7.

PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN CONCENTRADA DE ROJO

Figura 67

Diagrama de secuencia de preparación de solución concentrada



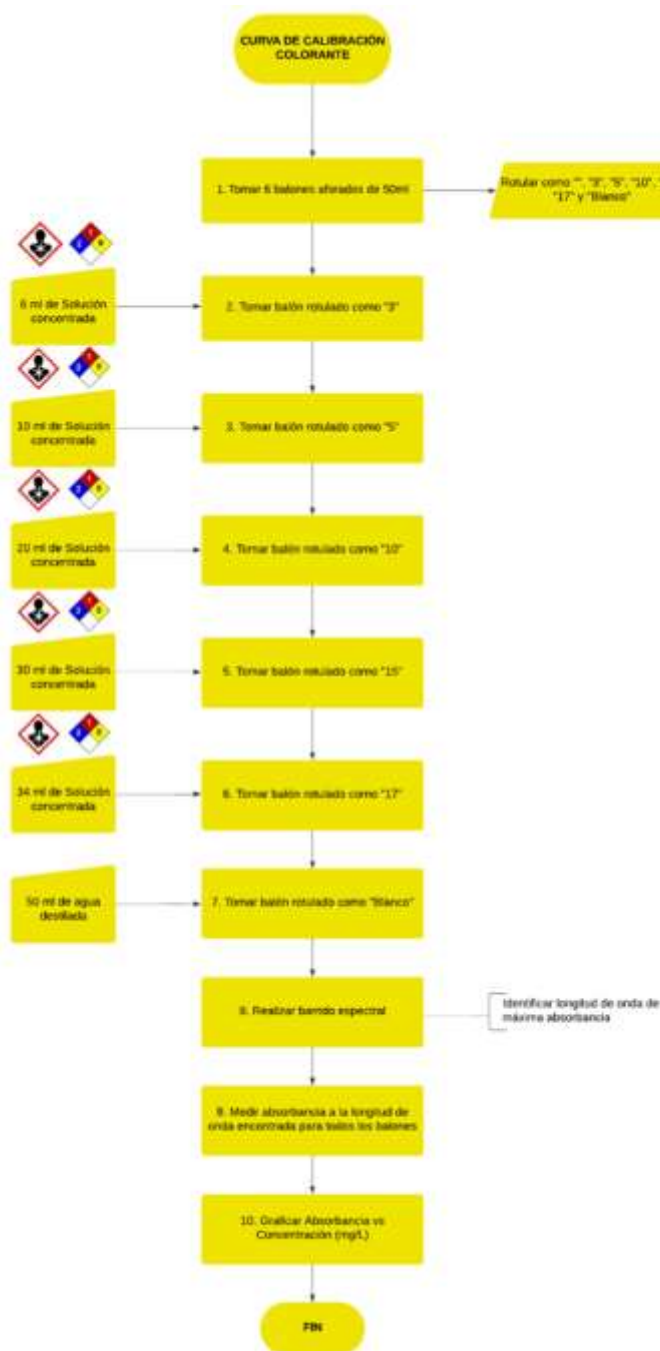
Nota. Diagrama de secuencia de preparación de solución concentrada

ANEXO 8.

CURVA DE CALIBRACIÓN DEL COLORANTE ROJO CONGO

Figura 68

Diagrama de secuencia de preparación de curva de calibración del colorante



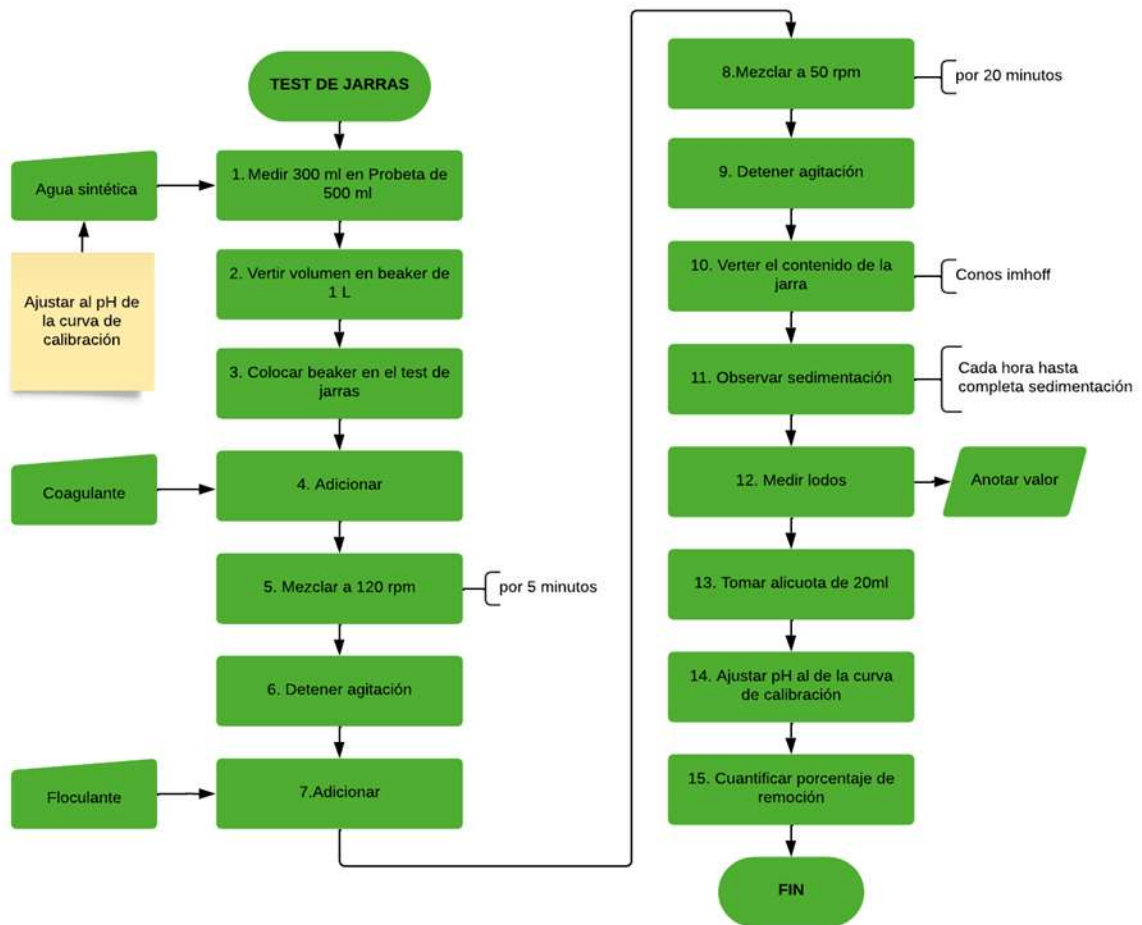
Nota. Diagrama de secuencia de preparación de curva de calibración del colorante

ANEXO 9.

TEST DE JARRA

Figura 69

Diagrama de secuencia del test de jarras



Nota. Diagrama de secuencia del test de jarras

ANEXO 10.

RECOMENDACIONES

Se recomienda proponer un diseño de experimentos que extienda el rango de relación sólido-líquido, tiempo y temperatura para determinar el punto óptimo de extracción. En este proyecto, se identificó que se podrían obtener mejores resultados al superar los límites establecidos, sugiriendo que un rango más amplio podría mejorar la extracción de compuestos polifenólicos.

Implementar un método de preservación adecuado para la materia prima, evitando riesgos de fermentación y otros cambios fisicoquímicos durante el almacenamiento. También se sugiere realizar todas las extracciones necesarias por adelantado para asegurar una cantidad suficiente de coagulante, lo que permitirá la conclusión de todos los experimentos sin interrupciones.

Se recomienda evaluar el rendimiento de un floculante natural y compararlo con los resultados obtenidos en este estudio.

Llevar a cabo una prueba a escala piloto para validar y comprobar los hallazgos y resultados obtenidos en el proyecto.