

EFFECT OF PLE TECHNOLOGY (PRESSURIZED LIQUID EXTRACTION) ON THE EXTRACTION OF BIOCOMPOSITES FROM COFFEE GROUNDS

Dr. Juan Carlos Ponce Ramírez

Dr. Luis Alberto Condeso Hoyos

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN E INNOVACION

PROGRAMA DE INVESTIGACIÓN EN PROCESOS INDUSTRIALES

juan.ponce@unsch.edu.pe

RESUMEN

La borra del café, es desechada sin valorizarlo, contiene compuestos bioactivos en el orden de 41,1646 mg AGE/g (Quispe, Corilla, Espinoza, Manyari, & Flores, 2020). El **objetivo** fue determinar el efecto de la tecnología PLE (Pressurized liquid extraction) en la extracción de biocompuestos a partir de borra de café (*Coffe arábica*) var. Typica. En **materiales y métodos** se determinó la composición química proximal, polifenoles totales y concentración de compuestos bioactivos de los tratamientos (T1 Sol. 10% OH x 50 bar, T2 Sol. 10% OH x 60 bar, T3 Sol. 15% OH, 50 bar, T4 Sol. 15%, 60 bar).

En **resultados** la borra de café, presento carbohidratos 64.73%, grasas 11.93% y proteínas 10.49%. El tratamiento T4(15% OH y 60bar) logro extraer 15 mg EAG / g de polifenoles, seguido del T2 (10% OH y 60 bar) con 11.57 mg EAG / g. La quercitina (4.82 mg/kg), epicatequina (95,32 mg/kg), catequina (49,65 mg/kg) y apeginina.(3.38 mg/kg) fueron los biocompuestos identificados..

En **conclusión**, se determinó el efecto de la tecnología PLE en la extracción de biocompuestos, logrando 15 mg EAG / g de polifenoles T4(15% y 60bar), e identificando biocompuestos como quercitina (4.82 mg/kg), epicatequina (95,32 mg/kg), catequina (49,65 mg/kg) y apeginina.(3.38 mg/kg).

Palabras claves: Extracción, Extracción de líquidos a presión, biocompuestos.

EFFECT OF PLE TECHNOLOGY (PRESSURIZED LIQUID EXTRACTION) ON THE EXTRACTION OF BIOCOMPOSITES FROM COFFEE GROUNDS

ABSTRACT

The coffee grounds, which are discarded without being valued, contain bioactive compounds in the order of 41.1646 mg AGE/g (Quispe, Corilla, Espinoza, Manyari, & Flores, 2020). The objective was to determine the effect of PLE (Pressurized liquid extraction) technology on the extraction of biocomposites from coffee grounds (Arabic coffee) var. Typica. In materials and methods, the proximal chemical composition, total polyphenols and concentration of bioactive compounds of the treatments were determined (T1 Sol. 10% OH x 50 bar, T2 Sol. 10% OH x 60 bar, T3 Sol. 15% OH, 50 bar, T4 Sol. 15%, 60 bar). In results, the coffee grounds presented carbohydrates 64.73%, fats 11.93% and proteins 10.49%. Treatment T4 (15% OH and 60 bar) managed to extract 15 mg EAG / g of polyphenols, followed by T2 (10% OH and 60 bar) with 11.57 mg EAG / g. Quercetin (4.82 mg/kg), epicatechin (95.32 mg/kg), catechin (49.65 mg/kg) and apeginin (3.38 mg/kg) were the biocompounds identified.

In conclusion, the effect of PLE technology on the extraction of biocompounds was determined, achieving 15 mg EAG/g of T4 polyphenols (15% and 60 bar), and identifying biocompounds such as quercetin (4.82 mg/kg), epicatechin (95.32 mg/kg), catechin (49.65 mg/kg) and apeginin (3.38 mg/kg).

Keywords: Extraction, Extraction of pressurized liquids, biocomposites.

I. INTRODUCCIÓN

En la actualidad, el consumo de café en la región de Ayacucho se ha incrementado, generando residuos sólidos como la borra o la concha con excelentes propiedades funcionales, desperdiciándose estas biomoléculas, al no poder dar valor agregado a este

subproducto de la industria alimentaria.

Alrededor de 2 millones de desechos orgánicos se descomponen en todo el mundo cada año, liberando gases tóxicos como el metano y el dióxido de carbono, que contribuyen al calentamiento global y representan el 44% de todos los desechos sólidos (Kaza,

Yao, Bhada-Tata, & Van Woerden, 2018)

La valorización de los subproductos del sector agroalimentario representa un gran reto de nuestro siglo. La “recuperación de residuos de alimentos es una parte clave de la economía circular y tiene como objetivo agotar un subproducto, también definido como biorresiduos (a menudo tratados como residuos), utilizando procesos con un bajo impacto energético” (Vilkhu, Mawson, Simons, & Bates, 2008). Muchos subproductos, como café molido gastado todavía son ricos en moléculas de alto valor, incluidos los polifenoles. Estas biomoléculas exhiben actividades antioxidantes que permiten una variedad de aplicaciones en los campos de la cosmética, la medicina, la farmacología o la agroalimentación. (Nacz & Shahidi, 2006).

Los métodos de extracción tradicionales de compuestos bioactivos como la maceración, soxhlet, entre otros, se siguen utilizando en la actualidad como procedimientos de extracción de biocompuestos de recursos naturales y desperdicios debido a que son los más económicos; aunque presentan ciertos inconvenientes.

Actualmente se han desarrollado nuevas metodologías de extracción asistida alternada a los convencionales, ha logrado despertar la interés de los investigadores como futuras perspectivas de aplicación, con rendimientos altos, para la recuperación de compuestos bioactivos, siendo una de ellas la tecnología PLE (Pressurized liquid extraction), el cual puede emplear disolventes verdes y desarrollar procesos en menores tiempo de extracción.

En tal sentido el proyecto de investigación pretende utilizar esta nueva tecnología en la valorización de la borra del café como desperdicio, por lo que se plantea como objetivo determinar el efecto de la tecnología PLE (Pressurized liquid extraction) en la extracción de biocompuestos a partir de borra de café (*Coffe arábica*), mejorando su rendimiento en la recuperación de compuestos bioactivos e identificándolos con la finalidad de ver su aplicación en el desarrollo e innovación de alimentos funcionales.

II. MATERIAL Y METODOS

Tipo y nivel de investigación

El proyecto de tesis será investigación de tipo experimental, y el nivel será explicativo.

Variables e indicadores

Variable dependiente

Y1 = [Biocompuestos]

Indicadores:

Y1 = [Polifenoles] (mg de EAG/100 g).

Variable independiente

X1= [Sol. hidroalcohólica]

X2= Presión

Indicadores:

X1 = 10 y 15% V/V.

X2 = 50 y 60 Atm

Población y muestra

Población: Borra de café de las cafeterías de Ayacucho.

Muestra: Borra de café de las cafeterías de Centro Histórico.

Método de muestreo: Se empleará el método probabilístico.

Grupo de control: Borra de café

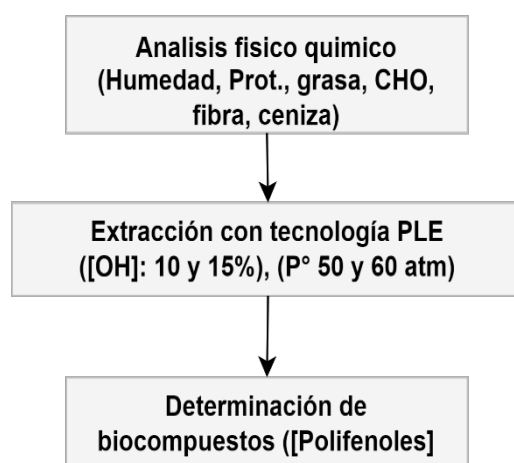
La toma de muestra se realizó del 28 de mayo al 30 de Julio.

Diseño experimental

El procedimiento de recopilación de datos en la investigación se basará según el Diseño experimental que se muestra en la figura 02.

Figura 8

Diseño experimental de la tecnología PLE.



En el diseño experimental se realizará los siguientes pasos:

Análisis físico químico

Se realizará los siguientes análisis según la AOAC,

(2007), a la muestra, utilizando la siguiente metodología

Proteínas: Método AOAC 935.39C - Semimicrokjeldahl

Grasas: Método AOAC 935.39 Soxhlet

Humedad: NTP 206.011 Método de la Estufa

Ceniza: Método AOAC 935.39B

Fibra: Método AOAC ba661

Carbohidratos: Por diferencia

Extracción con líquidos presurizados (PLE)

El principio fundamental de extracción líquida a presión (PLE) se fundamenta en la aplicación de solventes para proceder a extracciones a altas presiones y temperaturas, siempre por debajo de sus puntos críticos, de modo que el estado líquido del solvente se mantenga constante durante todo el proceso de extracción.

Se empleará soluciones hidroalcohólicas a concentraciones al 10% v/v y 15% v/v de alcohol etílico, estas soluciones se sometieron a presiones de 50 y 60 atm.

En el caso del agua, se trabaja a temperaturas superiores a la ebullición (100 oC), pero superiores a la temperatura crítica (374 oC) aplicando la presión necesaria para mantenerla en estado líquido durante todo el proceso de extracción. Al adoptar esas condiciones, se generan procesos de extracción más rápidos, en los cuales se obtienen rendimientos superiores con volúmenes bajos de solventes, disminuyendo de esta forma la dilución del extracto final (Herrero, Castro-Puyana, Mendiola, & Ibañez).

Determinación de Compuestos fenólicos

Método: Formación de complejo azul con reactivo de Folin – Ciocalteu (Swain y Hillis, 1959 citado por (Repo-Carrasco y Encina, 2008)).

Fundamento: Los compuestos fenólicos interactúan con el reactivo de Folin – Ciocalteu, el cual contiene una mezcla de Tungsteno Sódico y Molibdato Sódico en ácido fosfórico, la intensidad de la coloración azul es relacionada con la cantidad de poli fenoles y su determinación se realiza en función de una recta patrón de ácido gálico.

Técnicas de recopilación de datos

En el análisis físico químico próximo, se utilizarán las técnicas y procedimientos de análisis establecidos según la (AOAC, 2007) y que se detallan en el acápite 3.4.

En el desarrollo experimental se aplicará la técnica de la observación y la experimentación de los tratamientos en estudio. En la experimentación de emplear el block de apuntes o reportes para registrar los datos obtenidos en el uso de la tecnología PLE, así como en la identificación de biocompuestos extraídos.

En el informe de los resultados se aplicará la revisión documental, con el propósito de llevar a cabo un análisis de contenido y aplicarlo en la discusión de los resultados.

Técnicas para el procesamiento y tabulación de los datos

Para poder procesar los datos, se planteó que el diseño estadístico a utilizar es un modelo factorial de 3x3 factores en el Diseño Completo al azar.

$$Y_{ijkl} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \alpha\beta_{ij} + \varepsilon_{ijk}$$

Donde:

Y_{ijkl} = variable respuesta

μ = media poblacional

α_i = Efecto del i esimo nivel del factor A ([Sol. Hidroalcohólica]: 96,70 y 60%)

β_j = Efecto del j esimo nivel del factor B (Presión: 5,7.5, 10 Mpa)

$\alpha\beta_{ij}$ = Efecto interacciones del i esimo nivel factor A, con el j esimo nivel factor B

ε_{ijk} = efecto del error experimental

Los hallazgos se evaluarán en función del coeficiente de determinación (R²), el análisis de varianza (ANVA)

Durante el desarrollo de la parte experimental, y con los datos no estructurados del estudio, se llevará a cabo la recopilación de los datos obtenidos en relación al problema e investigación a solucionar, los objetivos y la hipótesis planteada.

Para alcanzar nuestro objetivo, se aplicará la información a un proceso de cálculo de datos, elaboración de gráficos, así como a un análisis de varianza del proceso de aplicación de la tecnología PLE (Pressurized liquid extraction) en la extracción de biocompuestos, con el propósito de evaluar su relevancia al 0,05% de error, así como a una prueba de ordenamiento estadístico a través de Tuckey.

Para llevar a cabo este proceso, se utilizarán programas estadísticos como el SPSS v.24, y el Minitab v.16.

III. RESULTADOS Y DISCUSION

Composición químico proximal de la borra de café

En la Tabla 1 se muestran los resultados obtenidos del análisis de las muestras de borra de café antes de iniciar el proceso de extracción de compuestos fenólicos.

Tabla 1
Composición de la borra de café.

Componentes	(g)		SD
Humedad	10.81	±	0.9512
Proteínas	10.49	±	0.1723
Grasa	11.93	±	0.3575
Ceniza	1.67	±	0.0217
Fibra	0.18	±	0.0222
Carbohidratos	64.73	±	0.7659

Se observa que la borra de café conserva una humedad de 10,81%, valor inferior a 10,49% al reportado por (Urribarrí, y otros, 2014). Los valores obtenidos para el contenido de proteína cruda 10,49%, grasa 11,93% y cenizas 1,67% representan valores inferiores a 11,72% de proteínas, 13,41% de grasa y 1,81% de ceniza reportados por (Urribarrí, y otros, 2014), e inferior a los 15,28% de grasa reportado por (Al-Hamamre, Foerster, Hartmann, Kroger, & Kaltschmitt, 2012).

Contenido de polifenoles totales de la borra de café

El contenido de fenoles totales de la borra de café o café molido agotado (CMA), se determinó utilizando una temperatura constante de 90°C para los cuatro tratamientos en estudio, por ser la temperatura adecuada, recomendada por (Wang, 2017)).

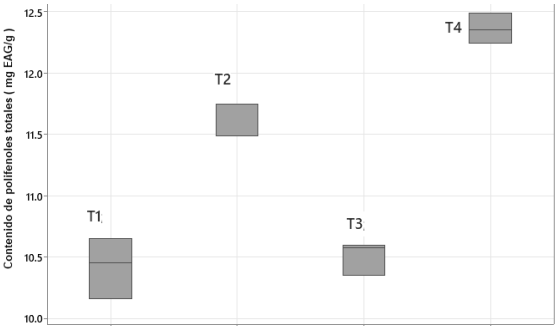
En la Tabla 2 se muestra los resultados del contenido de polifenoles totales del café agotado o la borra de café expresados en mg EAG/g luego de ser sometidos a la tecnología del PLE.,

Tabla 2
Contenido de fenoles totales en muestras de borra de café.

Extractos	mg EAG / g		SD
T1 (10%etanol, 50 bar)	10.422	±	0.2490
T2 (10%etanol, 60 bar)	11.576	±	0.1494
T3 (15%etanol, 50 bar)	10.574	±	0.0204
T4 (15%etanol, 60 bar)	12.364	±	0.1225

De acuerdo a los resultados de la tabla 2 y la figura 3 podemos indicar que la concentración de polifenoles totales en las muestras de café molido agotado o borra varía debido principalmente por la tecnología utilizada en el aprovechamiento del café. En ese sentido en la muestra T1 existe una menor concentración de polifenoles totales 10.422 mg EAG/g debido básicamente a que emplearon una presión de extracción de 60 bar.

Figura 9
Contenido de polifenoles totales mg EAP/g.



Para el caso del tratamiento T2, este alcanza la concentración de polifenoles totales 11,576 mg EAG/g, porque empleo una presión de 60 bar; resultando como el mejor tratamiento el T4 con una concentración de polifenoles totales de 12.364 mg EAG/g. Para el caso de la muestra T3 esta alcanza la concentración de polifenoles totales 10,574 mg EAG/g.

El resultado del mejor tratamiento T4 de 12.364 mg EAG/g, resulta inferior al 13,076 mg EAG/g reportado por (Acosta & Celis, 2021); sin embargo, es necesario indicar que en este trabajo se usó como solvente el hexano.

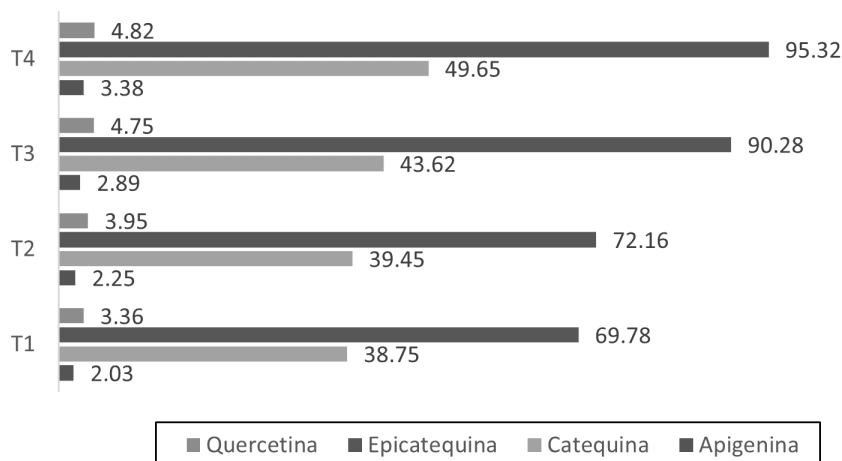
Contenido de biocompuesto de la borra de cafe

Los cuatro tratamientos sometidos al estudio se evaluaron para identificar los biocompuestos de la borra del café, estos resultados se observan en la figura 3.

De acuerdo a los resultados podemos afirmar que el mejor tratamiento de extracción de biocompuestos resultó ser el tratamiento T4(15% y presiones de

60bar), el cual logro extraer 4.82 mg/kg de flavonoides de quercetina, 95,32 mg/kg de epicatequina, 49,65 mg/kg de catequina y 3.38 mg/kg de apigenina.

Figura 10
Flavonoides principales en la borra de café (mg/kg flavonoides)



De acuerdo a los resultados podemos apreciar que los tratamientos a medida que se incrementa la concentración de alcohol en la solución hidroalcohólica mejoran el proceso de extracción; sin embargo, a medida que la presión se incrementa favorece más el proceso extractivo.

Estos resultados concuerdan en cuanto al contenido de 94.47 mg/kg de epicatequina obtenidas por (Aguilar & Chamba, 2022); sin embargo, los resultados obtenidos en esta investigación fueron mayores en cuanto al contenido de quercetina, catequinas y apigenina. Esto nos indica que el uso de la tecnología PLE, especialmente la presión mejora los procesos de extracción.

IV. AGRADECIMIENTO

A las cafeterías de la ciudad de Ayacucho, así como a la UNSCH por su apoyo económico para realizar esta investigación.

V. REFERENCIA BIBLIOGRAFICA

Acosta, M., & Celis, B. (2021). Evaluación de dos disolventes en la extracción de aceite a partir de borra de café. *Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de Ingeniera de Alimentos*. UNIVERSIDAD DE LA SALLE, Bogota, Colombia. Recuperado el 10 de 06 de 2023, de https://ciencia.lasalle.edu.co/ing_alimentos/726

Aguilar, A., & Chamba, B. (2022). Caracterización fisicoquímica de la borra del café tostado y molido con enfoque al aprovechamiento en el sector productivo. *Proyecto previo la obtención del Título de Ingeniero Químico*. ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL, Guayaquil, Ecuador. Recuperado el 12 de 05 de 2024, de <https://www.dspace.espol.edu.ec/retrieve/3554fee9-cf75-4ce3-a2ec-7c9f04bc-0f6f/T-110493%20CLARA%20AGUILAR-%20MARIA%20CRISTINA%20CHAMBA.pdf>

Al-Hamamre, Z., Foerster, S., Hartmann, F., Kroger, M., & Kaltschmitt, M. (2012). Oil extracted from spent coffee grounds as a renewable source for fatty acid methyl ester manufacturing. *Fuel*, 96, 70-76.

AOAC. (2007). *Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists* (18th ed. ed.). Gaithersburg, AOAC. (2007). *Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists* (18th ed.). Gaithersburg: : William Horwitz.

- DIGESA. (04 de 04 de 2022). *Directiva Sanitaria N° 032 - MINSA/DIGESA - V.01*. Obtenido de <http://www.digesa.minsa.gob.pe/publicaciones/descargas/Procedimiento%20NTS%20RECEPCION%20DE%20MUESTRAS.pdf>
- Gobierno Regional Ayacucho. (09 de 06 de 2021). *Plataforma digital única del Estado Peruano*. Obtenido de <https://www.gob.pe/institucion/regionayacucho/noticias/499631-ayacucho-exporta-mas-de-4500-toneladas-de-palta-a-mercados-internacionales>
- Herrero, M., Castro-Puyana, M., Mendiola, J., & Ibañez, E. (s.f.). Compressed fluids for the extraction of bioactive compounds. *Trends in Analytical Chemistry*, 43, 67–83. doi:<https://doi.org/10.1016/j.trac.2012.12.008>
- Kapturowska, A., Stolarzewicz, I., Chmielewska, I., & Białecka-Florjańczyk, E. (2011). Ultradźwięki - narzędzie do inaktywacji komórek drożdży oraz izolacji białek wewnątrzkomórkowych [Ultrasounds – a tool to inactivate yeast and to extract intracellular protein]. *Żywność. Nauka Technol. Jakość*, 6(67), 140-149.
- Kaza, S., Yao, L., Bhada-Tata, P., & Van Woerden, F. (2018). What a Waste 2.0 A Global Snapshot of Solid Waste Management to 2050. *World Bank Group: Urban Development Series*, 150. Recuperado el 20 de 05 de 2023, de <https://openknowledge.worldbank.org/entities/publication/d3f9d45e-115f-559b-b14f-28552410e90a>
- Naczek, M., & Shahidi, F. (2006). Phenolics in cereals, fruits and vegetables: Occurrence, extraction and analysis. 41(5), 1523-1542. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jpba.2006.04.002>
- Ulloa, J. A., Rosas, U. P., Ramírez, J., & Ulloa, B. (2013). Ultrasonido: aplicaciones en el campo de los alimentos. *Revista Fuente nueva época*, 14, Julio-Setiembre.
- Urribarri, A., Zabala, A., Sánchez, J., Arenas, E., Chandler, C., Rincón, M., . . . Aielo-Mazzarri, C. (2014). Evaluación del potencial de la borra de café como materia prima para la producción de biodiesel. *Multiciencias*, 14(2), 129-139. Recuperado el 20 de 06 de 2023, de <https://www.redalyc.org/pdf/904/90432601006.pdf>
- Vilkhu, K., Mawson, M., Simons, L., & Bates, D. (2008). Applications and opportunities for ultrasound assisted extraction in the food industry. *Innovative Food Science & Emerging*, 9(2), 161-169. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ifset.2007.04.014>
- Wang, Y. G. (2017)). Subcritical ethanol extraction of flavonoids from *Moringa oleifera* leaf and evaluation of antioxidant activity. *Food Chemistry*, 152–158. Recuperado el 06 de 10 de 2023, de <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.09.058>