

EXTRACCIÓN DE COLORANTES DE LA BORRA DEL CAFÉ

Andrés Felipe García-Muñoz*; Campo Elías Riaño-Luna**

RESUMEN

GARCÍA M., A.F.; RIAÑO L., C.E. Extracción de colorantes a partir de la borra del café. Cenicafé 49(2): 119-128. 1998.

Se optimizó experimentalmente la extracción del material colorante liposoluble contenido en los residuos resultantes de la extracción de los solubles de café, utilizando cloroformo como solvente. La eficiencia de la extracción fue del 75% para separar el 24% del material colorante, con una relación de 2 litros de solvente por cada kilogramo de borra en base seca, para tiempos de proceso entre 3 y 4 horas. Se realizó una clasificación preliminar del colorante extraído utilizando cromatografía de capa fina (CCF) como revelador vapor de yodo; se detectó en una primera aproximación la presencia de tres lípidos en el material colorante con posibilidades de aplicación en la tinción de pieles y en la fabricación de pinturas de aceite.

Palabras claves: *Coffea arabica*, subproductos, rípios de café, colorantes, cromatografía de capa fina, extracción.

ABSTRACT

Extraction of the fat-soluble colorant material from residue of SGE obtained from soluble coffee residues, using chloroform a solvent, was experimentally optimized. Extraction efficiency was 75% to separate 24% of the colorant material, with a ratio of 2 liters of solvent to 1 kg of dry base SGC, with processing times between 3 and 4 hours. A preliminary classification of the colorant extracted was performed by thin layer chromatography using iodine vapor. Three lipids in the colorant material with potential applications as leather dyes and in the manufacturing of oil based paints were detected.

Keywords: *Coffea arabica*, coffee byproducts, spent coffee grounds, dyes, thin layer chromatography, extraction, colorants.

* Ingeniero Químico. Universidad Nacional de Colombia, sede Manizales

** Investigador Científico II. Programa de Industrialización. Centro Nacional de Investigaciones de Café, Cenicafé. Chinchiná, Caldas, Colombia.

En Colombia se producen aproximadamente 22.000 toneladas al año, en base seca, de residuos conocidos como borra de café o café agotado, producto de la extracción de solubles en 5 fábricas de café soluble ubicadas en el territorio nacional (2). De este residuo vegetal el 40% se incinera aprovechándose el 13% como combustible para calderas en las mismas fábricas por su poder carburante (7900 BTU/lb de borra en base seca); el 27 % no tiene aplicación práctica conocida y el 60% restante se utiliza en rellenos sanitarios, aún cuando la borra esta constituida por compuestos que pueden tener interés comercial, Figura 1 (1, 2). También ha sido utilizada como combustible en la elaboración de briquetas por su contenido de aceites, el cual oscila entre 9 y 20%, pero después de reducir su contenido de humedad hasta el 20 ó 25%, (8).

Otros usos de este residuo han sido: como complemento alimenticio en dietas de rumiantes, porcinos y gallinas, en proporciones entre el 7 y el 10% (1) o como sustrato en cultivos de lombrices californianas en la planta de DECAFÉ S.A., en estudio desde 1996. También es materia prima en la extracción de aceites, alternativa que aún no ha sido viable económicamente debido a los ácidos grasos que la constituyen, como el ácido araquídico presente en un 3,8%

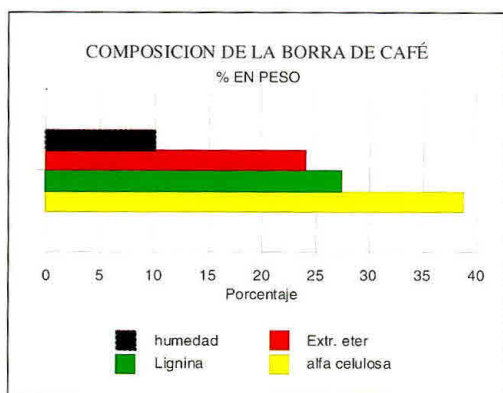


Figura 1. Composición de la borra de café.

el cual se oxida rápidamente formando productos tóxicos, además que presenta baja eficiencia en la refinación (6,7,8). Otros estudios preliminares han permitido producir manitol (9), sin que hasta el momento se haya encontrado una utilidad industrial económicamente viable.

La borra de café contiene materiales colorantes como: caramelos, melanoidinas y material liposoluble. Los dos primeros se forman por las reacciones de pardeamiento, caramelización y polimerización debido, básicamente, a la pirólisis durante la tostación del grano de café verde (3). Estas sustancias junto con el material colorante liposoluble pueden extraerse utilizando métodos químicos ampliamente conocidos (6).

Esta investigación tuvo como propósito la caracterización de la borra del café y la realización del estudio de la extracción del material colorante liposoluble para determinar e identificar, la clase de compuestos colorantes que se encuentran en el extracto obtenido, seleccionar el método de concentración del colorante extraído y evaluar la degradación presentada por los mismos durante los procesos siguientes.

MATERIALES Y MÉTODOS

La investigación se realizó en la Planta Piloto de Química Aplicada del Programa de Industrialización de Cenicafé, en Chinchiná, Caldas.

Preparación de la materia prima. Se utilizaron muestras cuarteadas de café agotado (borra) proveniente de la Fábrica de Café Liofilizado, de Chinchiná, Caldas, obtenidas después de seis extracciones en contracorriente. Como éstas poseían una humedad del 86%, se secaron en una estufa a 105 °C durante 4 horas hasta

alcanzar una humedad residual del 3%. Se utilizó un tamaño de partícula de las muestras resultante de la retención en una serie de tamices Tyler 42 / 60 (6).

La caracterización de la borra se realizó según la metodología de Ravindranath (6), consignada en la Tabla 1.

Reactivos e insumos. Se utilizaron cloroformo, acetato de etilo y sílica-gel de grado reactivo, de la Merck.

VARIABLES DE PROCESO. Se cuantificaron de la siguiente manera. Relación borra seca a solvente y eficiencia de extracción en una balanza analítica SARTORIUS con precisión $\pm 10 \mu\text{g}$.

Humedad de la borra en un determinador de humedad METTLER LJ16 con rango de temperatura de 50°C a 160°C , ajuste de $0,01^\circ\text{C}$ y una escala 0-100% de humedad con precisión $\pm 0,05\%$.

Identificación del colorante por cromatografía de capa fina, al determinar el porcentaje de migración del material colorante sobre una

placa de sílica-gel F_{254} de $7,5 \times 5 \text{ cm}$, en donde se realizó la separación preliminar del material (fase estacionaria) y se emplearon como fase móvil lixivaciones con acetato de etilo: cloroformo de diferentes proporciones en volumen, seleccionadas después en una fase de pre-experimentación y sus valores se expresaron como R_f , D_r , F_s (5).

Degradación del color por comparación entre los valores de R_f obtenidos al realizar la cromatografía de capa fina al material colorante recién extraído y al saliente de la concentración (3, 5).

La cantidad de material que se extrae con cloroformo, utilizando el soxhlet durante 16 horas hasta llegar a un rendimiento del 32%.

El color se determinó en un colorímetro Hunter Lab y se midió en valores L, a y b.

Procedimiento. Se cargó la borra seca y clasificada en las proporciones y relaciones seleccionadas utilizando cloroformo como solvente de extracción. El solvente se seleccionó según

TABLA 1. Caracterización de la borra de café (2).

Propiedades fisicoquímicas	(%)*	Error estándar	CV
Solubles NaOH al 1%	37,40	0,57395	4,34
Extractables con éter	24,00	0,86164	11,35
Solubles en agua fría	4,48	0,68117	43,02
Solubles en agua caliente	8,56	1,48095	48,96
Extractables con alcohol Benceno	30,59	0,48747	6,17
Lignina	27,42	0,83096	9,09
Alfa celulosa	38,83	0,38765	2,83

* Porcentaje promedio de borra inicial en base seca
C.V. = Coeficiente de variación.

su polaridad y debido a que presentó las mejores características para este proceso en la pre-experimentación (3,5), en un sistema de extracción de soxhlet de 500 ml de capacidad el cual se puso en funcionamiento durante el tiempo y las condiciones programadas para cada experimento (Tabla 2). El extracto diluido que se obtuvo en la etapa anterior se concentró en un Rotavapor Büchi R-124 a las temperaturas y presiones propuestas (Tabla 2).

Diseño experimental. En la extracción se utilizó un diseño factorial 3² y tres repeticiones por tratamiento (4); las variables de proceso seleccionadas fueron:

tiempo de extracción y la relación solvente/borra de café, en base seca, a tres niveles cada una. (Tabla 2). Como variables de respuesta se determinaron el coeficiente de migración determinado por cromatografía de capa fina y el rendimiento de extracción, calculados por las ecuaciones <<1>> y <<2>>, consignadas en la Tabla 3.

En la concentración del colorante se aplicó un diseño de tratamientos factorial 2² y cuatro repeticiones por tratamiento (4). Las variables evaluadas fueron: la presión y la temperatura de operación en dos niveles cada una (Tabla 2).

TABLA 2. Niveles de las variables en estudio para la extracción y concentración de colorantes a partir de la borra de café.

OPERACION	VARIABLES DE PROCESO	NIVELES	UNIDAD	RESPUESTA
EXTRACCIÓN	TIEMPO DE EXTRACCIÓN	2	Horas	% DE EXTRACCIÓN Rf
		5,5		
		8		
	RELACIÓN SOLVENTE\BORRA	2	Litros\kgs Rf	% DE EXTRACCIÓN
		5,5		
		8,33		
CONCENTRACIÓN	PRESIÓN DE OPERACIÓN	38,1	m.m. de Hg	% DE EVAPORACIÓN Rfc
		45,72		
	TEMPERATURA DE PROCESO	35	°C	Rfc
		40		

TABLA 3. Ecuaciones utilizadas para las variables calculadas en la extracción de colorantes.

Coefficiente de migración	$Rf = Dr \sqrt{Fs}$	$Ec \ll 1 \gg$
Rendimiento de extracción	$RE = (1 - mf/mo) * 100$	$Ec \ll 2 \gg$

- Dr: Distancia recorrida por el compuesto.
 Fs: Frente del solvente o distancia recorrida por el solvente.
 mf: Masa final del residuo de la extracción del colorante.
 mo: Masa inicial de la borra cargada al extractor.
 RE: Rendimiento de la extracción en base seca.
 Rf: Relación entre Dr y Fs

La variable de respuesta en la cromatografía de capa fina fue la relación (Rf) entre las distancias recorridas por los compuestos separados utilizando una misma fase móvil y lixiviaciones con acetato de etilo:cloroformo, con el objetivo de observar la degradación o deterioro del material colorante en el proceso de concentración.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El rendimiento de extracción es independiente del tiempo y de la relación solvente/borra en los rangos escogidos en el diseño de tratamientos, pues no se encontraron diferencias estadísticamente significativas entre los diferentes tratamientos, al nivel de significancia de 0,05 (2) (Figura 2, Tabla 4).

La eficiencia de extracción entre tres y ocho horas no presenta una diferencia superior al 2% (22,86% para tres horas y 24,96% para ocho horas), por lo cual no se requieren tiempos de proceso superiores a cuatro horas para extraer la mayor cantidad de material colorante; la relación solvente/borra de café (RE) disminuye desde 24,28% para RE = 2 hasta 23,62% para RE = 8,33, por tanto y debido a los costos, es conveniente utilizar relaciones de RE = 2 (Figura 2).

Los valores de Rf para el colorante diluido son independientes del tiempo y de la relación solvente/borra en los rangos escogidos para el diseño de tratamientos, pues no se encontraron diferencias significativas entre los diferentes tratamientos (Figuras 3 y 4).

El colorante extraído es liposoluble y estable a temperatura ambiente, y fija un color marrón cuando se aplica en cueros tratados previamente con sulfato básico de cromo por inmersión durante 24 horas, a temperatura ambiente (Figura 5).

Los valores de respuesta media de los coeficientes de migración para el colorante recién extraído están registrados en la Tabla 3, con un

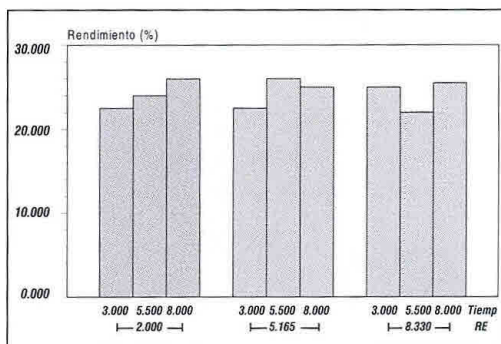


Figura 2. Rendimiento de la extracción de colorantes de la borra del café en función del tiempo y la relación solvente-borra.

TABLA 4. Resultados experimentales de la extracción y la clasificación por cromatografía de capa fina del material colorante obtenido de la borra de café.

Fase móvil Cloroformo:Acetilo	Coefficiente de migración	Migración media	Error estándar	Coefficiente de variación
1:9	Rf_{11}	0,875	0,019260	2,2125
	Rf_{12}	0,754	0,022476	2,9795
	Rf_{13}	0,551	0,012876	2,3369
2:8	Rf_{21}	0,853	0,038546	4,5189
	Rf_{22}	0,713	0,035040	4,9114
	Rf_{23}	0,505	0,021294	4,2150
3:7	Rf_{31}	0,846	0,032871	3,8876
	Rf_{32}	0,661	0,041333	6,2556
	Rf_{33}	0,434	0,029832	6,8667
Rendimiento de extracción medio		23,95 %	2,8719	11,99

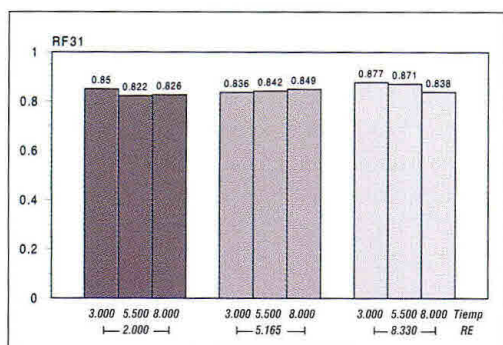


Figura 3. Valores de los coeficientes de migración utilizando como elusión acetato de etilo:cloroformo 7:3.

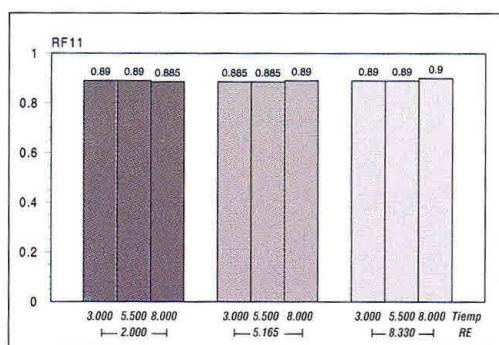


Figura 4. Valores del coeficiente de migración utilizando como elusión acetato de etilo:cloroformo 9:1.

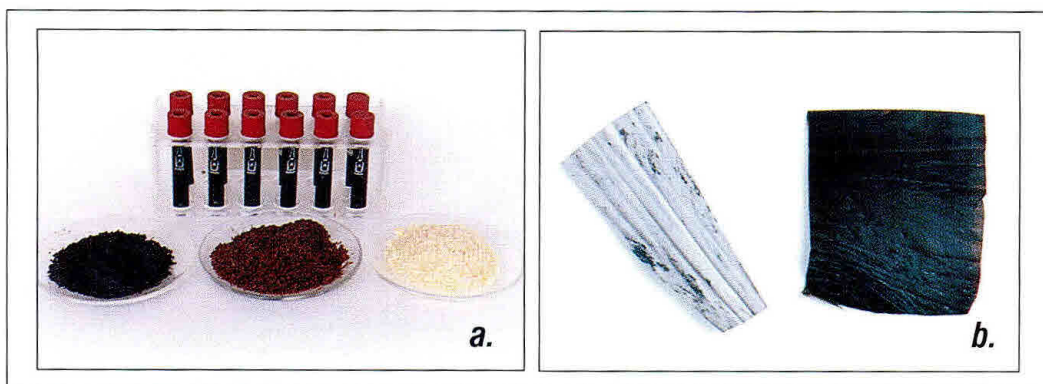


Figura 5. a. Borra del café, borra blanqueada y colorante extraído. b. Cuero teñido con el colorante de la borra de café.

nivel de significancia del 5%. La eficiencia de recuperación del solvente en la concentración del colorante es independiente de la temperatura y la presión de operación (Figura 6).

Los valores de los coeficientes de migración Rf21, Rf31 y de Rf22, Rf32 para el colorante concentrado son independientes de las condiciones de presión, temperatura y la fase móvil (Figuras 7, 8, 9 y 10).

Pero los valores de respuesta de Rf11 y Rf12 dependen de la presión de trabajo (Tabla 6). Los valores de respuesta media de los coeficientes

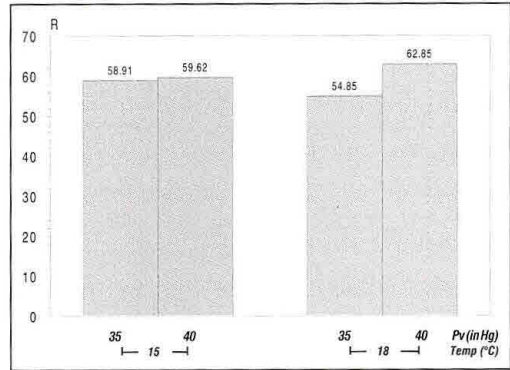


Figura 6. Rendimiento de recuperación del solvente en la concentración del colorante.

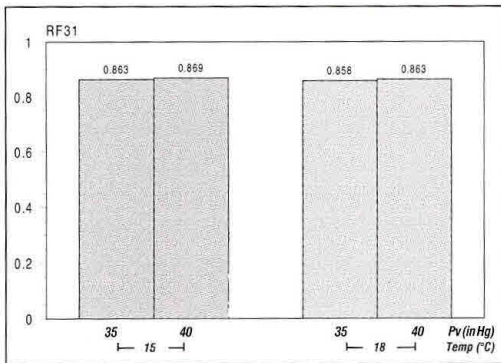


Figura 7. Valores del coeficiente de migración para el colorante concentrado para una relación de Acetato de etilo:Cloroformo de 7:3.

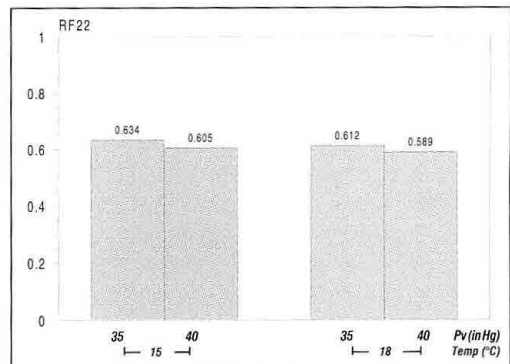


Figura 8. Valores del coeficiente de migración para el colorante concentrado para una relación de Acetato de etilo:Cloroformo de 8:2.

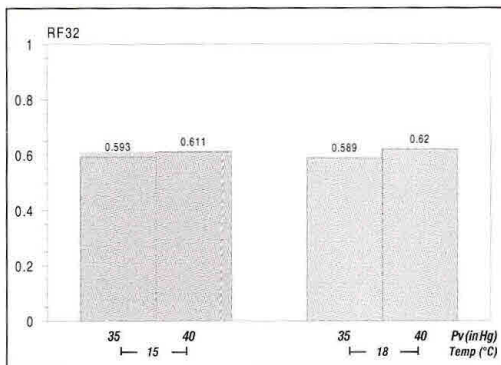


Figura 9. Valores del coeficiente de migración para el colorante concentrado para una relación de Acetato de etilo:Cloroformo de 7:3.

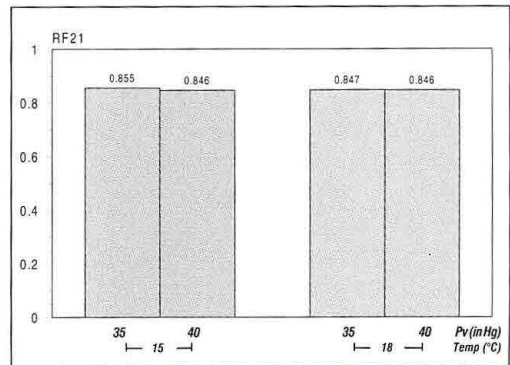


Figura 10. Valores del coeficiente de migración para el colorante concentrado para una relación de Acetato de etilo:Cloroformo de 2:8.

de migración para el colorante concentrado por evaporación están consignados en la Tabla 4, y se analizan con un nivel de significancia estadística del 5%. El material diluido y el material concentrado bajo las condiciones indicadas en el diseño presentan los mismos coeficientes de migración, lo cual indica que no hay degradación del colorante mediante esta técnica de concentración (Tablas 4 y 5).

Por cada kilogramo de borra en base seca, procesada en el laboratorio, se obtienen 250 gramos de material colorante a un costo de producción de \$5,40 por gramo (2). La cantidad de material que puede extraerse con cloroformo es del 32%, en un proceso que tomó 16 horas.

Se recomienda utilizar tiempos de proceso entre tres y cuatro horas y una relación solvente/borra de 2 L/kg, lográndose eficiencias del 75% al extraer 23,95 % de los colorantes en base seca.

La clasificación del colorante extraído se puede realizar mediante una cromatografía de capa fina usando como revelador vapor de yodo. En una primera aproximación, se detec-

TABLA 6. Valores de F y de probabilidad para las variables de respuesta Rf11 y Rf12 en la concentración de colorantes*.

Variable	Fuente	Valor de F	Pr > F
Rf ₁₁	PV	14,17	0,0027
	Modelo	5,69	0,0117
Rf ₁₂	PV	12,30	0,0043
	Modelo	4,61	0,0228

* Colorante extraído a partir de la borra de café.

taron tres lípidos en el material colorante con posibilidades de aplicación en la curtumbre de pieles y en la fabricación de pinturas de aceite, entre otras (Figura 11).

La solución colorante no se degrada al concentrarse por evaporación al vacío a presiones del orden de las 15 y 18 pulgadas de Hg de presión total y temperaturas entre 35°C y 40 °C.

En la Figura 5 se muestran el colorante obtenido y el cuero teñido con este colorante. En la Tabla 7 se presentan los resultados de la

TABLA 5. Resultados experimentales de la clasificación por cromatografía de capa fina del material colorante concentrado por evaporación al vacío.

Fase móvil Cloroformo:Acetilo	Coefficiente de migración	Migración media	Error Estándar	Coefficiente de variación
1:9	Rf ₃₁	0,8630	0,0174	2,022
	Rf ₃₂	0,6029	0,0233	3,9614
2:8	Rf ₂₁	0,8485	0,0377	4,4487
	Rf ₂₂	0,6097	0,0429	7,0422
Rendimiento de extracción medio	59,058%(% v/v)		5,1605	8,73

Colorante extraído a partir de la borra de café.

determinación del color en el cuero sin teñir, el colorante extraído y el cuero teñido con dicho colorante de lo cual se puede concluir que el colorante tiene una buena fijación.

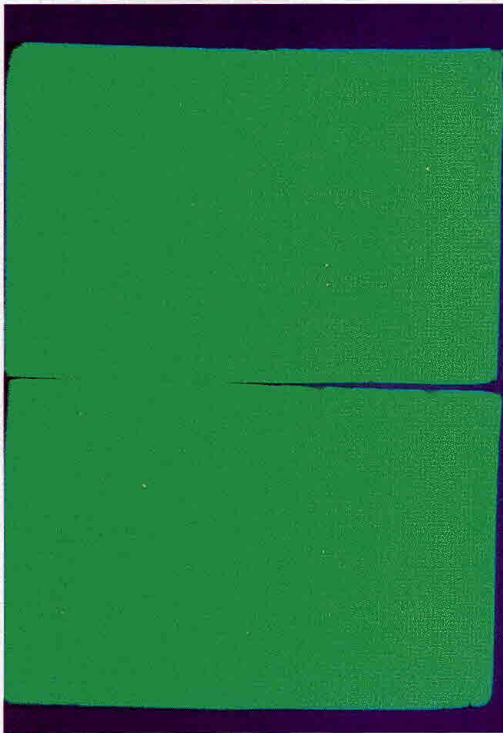


Figura 11. Esquema de la cromatografía de capa fina para el colorante extraído de la borra de café.

TABLA 7. Valores Hunter Lab para el colorante extraído de la borra de café y de su aplicación en la curtumbre de cueros.

	L	a	b
Cuero sin teñir	47,8	-2,04	2,27
Colorante concentrado	3,12	0,20	1,62
Cuero teñido	23,8	-1,76	2,32
Taza de café	11,82	11,15	6,05

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sus agradecimientos al Doctor Bernardo Cháves Córdoba, de la disciplina de Biometría de Cenicafé.

GLOSARIO

- Dr: Distancia recorrida por el compuesto
 Fs: Frente del solvente o la distancia recorrida por el solvente
 m_r : Masa en gramos del residuo de la extracción del colorante.
 m_0 : Masa en gramos de borra inicial cargada al extractor soxhlet.
 RE: Rendimiento de extracción de material colorante en porcentaje de peso, en base seca.
 Rf: Es la relación entre la distancia de migración de los compuestos y la distancia recorrida por una fase móvil sobre una placa de sílica-gel F_{254} .

LITERATURA CITADA

1. CLARKE, R.J.; MACRAE, R. Coffee technology. Vol. 2. New York, Elsevier Applied Science, 1987. 388 p.
2. GARCIA M., A.F. Aprovechamiento de los subproductos provenientes de la industria del café. 1. Alternativas para la borra del café. Manizales, Universidad Nacional de Colombia, 1997. 105 p. (Tesis: Ingeniero Químico).
3. MAC KINNEY, G.; LITTLE, A.C. Colors of foods. Westport, The Avi Publishing Co, 1962. 308 p.
4. MONTGOMERY, D.C. Diseño y análisis de experimentos. México, Iberoamericana, 1991. 589 p.
5. RANDEATH, K. Cromatografía de Capa Fina. In: ENCICLOPEDIA de la Química Industrial. Tomo 8. Bilbao, Ed. Urmo, 1969. 291 p.

6. RAVINDRANATH, R.; KHAN, R. Y.A.; REDDY, T.O.; RAO, S. D.T.; REDDY, B.R. Composition and characteristics of indian coffee beans, spent grounds and oil. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 23 (3):307-310. 1972.
7. RIVEROS, T.J. Contribución al estudio de los ácidos grasos en el aceite de café. Bogotá, Universidad Nacional de Colombia, 1981. 88 p. (Tesis de Químico).
8. SIVETZ, M.; FOOTE, H.E. *Coffee Processing Technology*. Londres, The Avi Publishing Company, 1963. 2 V.
9. STAHL, H.; TUREK, E. Acid hydrolysis of spent coffee grounds to produce D-mannosa and D-mannitol. *In: COLLOQUE Scientifique International Sur le Café*, 14. San Francisco, 14-19 juilliet, 1991, Paris, ASIC, 1991. p. 631-640.