

## Obtención de fenoles a partir de granos verdes de café

### Extraction phenols from green coffee grains

### Obtenção de fenoles de grãos de café verde

Diana Marcela Cuesta-Parra<sup>1</sup>; Felipe Correa Mahecha<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup>Programa de Ingeniería Química, Fundación Universidad de América, Av. Circunvalar n.º 20-53 Bogotá. Grupo de investigación en procesos de separación no convencional

\*[diana.cuesta@profesores.uamerica.edu.co](mailto:diana.cuesta@profesores.uamerica.edu.co), [felipe.correa@profesores.uamerica.edu.co](mailto:felipe.correa@profesores.uamerica.edu.co)

Fecha recepción: 29 de diciembre de 2017

Fecha aceptación: 23 de marzo de 2018

#### Resumen

Los residuos generados en la producción de café son fuentes potenciales de sustancias que pueden ser aprovechadas en la industria química o alimentaria como antioxidantes. En el caso de los granos verdes de café que son removidos de las plantas durante la recolección, y equivalen al 3% de la producción nacional, por ser frutos que no terminan su maduración al ser separados de la planta; es decir, frutos no climatéricos, ya que no alcanzan el valor máximo de intensidad respiratoria [1]. En este artículo se presentan los resultados de la obtención de polifenoles por dos métodos de extracción, asistida por ultrasonido y agitación mecánica, el solvente usado fue la acetona seleccionada por sus características de recuperación, el tiempo empleado en la destilación y el potencial de reuso, previa evaluación de cuatro solventes para la extracción. La técnica de análisis para la determinación de fenoles totales fue Folin y Ciocalteu. La evaluación de las técnicas de extracción de manera individual y combinada mostraron que en la técnica de ultrasonido a 60 kHz, durante 30 minutos se puede obtener una concentración de fenoles equivalentes de 129,2 mg GAE/g de material en base seca, a partir de un extracto de granos verdes de café de la especie *Coffea arabica*.

**Palabras clave:** antioxidantes, *coffea arabica* L., extracción, residuos orgánicos.

#### Abstract

The waste generated in the production of coffee, sources that may be useful in the chemical industry or food as antioxidants. In the case of green coffee beans that are removed from the plants during harvesting, it is equivalent to 3% of the national production, because they are fruits that do not finish ripening when separated from the plant, that is, non-climacteric fruits, since they do not reach the maximum value of respiratory intensity [1]. In this article we present the results of obtaining the extraction methods, assisted by ultrasound and mechanical agitation, the solver used was the elimination by selection of the recovery characteristics, the time used in the distillation and the reuse potential. previous evaluation of four solvents for extraction. The analysis technique for the determination of total phenols was Folin and Ciocalteu. The evaluation of the extraction techniques combined and individually that the ultrasound technique at 60 kHz, for 30 minutes you can obtain a concentration of equivalent phenols of 129.2 mg GAE / g of dry base material, from an extract of green coffee beans of the *Coffea arabica* species.

**Keywords:** antioxidants, *coffea arabica* L., extraction, organic residues

## Resumo

Os resíduos gerados na produção de café, fontes que podem ser úteis na indústria química ou alimentos como antioxidantes. No caso dos grãos de café verde que são retirados das plantas durante a colheita, equivale a 3% da produção nacional, pois são frutos que não finalizam o amadurecimento quando separados da planta, ou seja, frutos não climatéricos, já que eles não atingem o valor máximo da intensidade respiratória [1]. Neste artigo apresentamos os resultados da obtenção dos métodos de extração, auxiliados por ultra-som e agitação mecânica, o solvente utilizado foi a eliminação por seleção das características de recuperação, o tempo utilizado na destilação e o potencial de reutilização. avaliação prévia de quatro solventes para extração. A técnica de análise para determinação dos fenóis totais foi Folin e Ciocalteu. A avaliação das técnicas de extração combinada e individualmente que a técnica de ultra-som a 60 kHz, por 30 minutos você pode obter uma concentração de fenóis equivalentes de 129,2 mg GAE / g de material de base seca, de um extrato de grãos de café verde da espécie *Coffea arabica*.

**Palavras-chave:** *antioxidantes, coffea arabica l., extração, resíduos orgânicos*

## Introducción

La especie *coffea arábica* constituye el 60% del café que se comercializa en el mercado internacional. En Colombia esta especie se compone de las variedades Caturra, Colombia, Típica, Borbónm, Marangogype y Tabi, las cuales se siembran en 19 departamentos del territorio con fines comerciales. [2]

De acuerdo con Calle [3] en el proceso de beneficio e industrialización de café de cereza, se obtienen residuos de café durante el despulpado, el desmucilaginado, la trilla, el secado, la torrefacción cercanos al 94%.

Además, se consideran residuos los granos verdes, ya que, después de desprenderse de la planta los frutos no maduran, de acuerdo con el Parque Tecnológico del Café- Tecnicafé, estos residuos corresponden entre el 3 y el 5% del total de los granos recolectados.

En la composición de los residuos del café se han encontrado carbohidratos, proteínas, pectinas, polifenoles [4]. La concentración de polifenoles varía de acuerdo con la estructura. La mayor concentración se encuentra en la pulpa, en la piel y en el mucílago, respectivamente [5]. Según Elias [6], la composición fenólica de las especies de *coffea arábica* varía entre 1,8 y 8,56%

Los compuestos fenólicos son ésteres que abarcan ácidos conocidos como flavonoides y taninos, de los cuales, los taninos equivalen a un porcentaje cercano al 95% del total de los fenóles presentes en las partes del fruto del café [5]. En los métodos de determinación por cromatografía, el contenido de flavonoides en los residuos de café varía entre el 3% y el 6%, según la especie [6].

## Metodología

Los procesos de separación de los polifenoles a partir de los granos verdes de café se efectuaron en las instalaciones del Tecnoparque SENA, nodo Bogotá, utilizando la combinación de dos (2) técnicas, extracción asistida por ultrasonido con el uso de un equipo Ultrasonic Cleaner Set, model WUC-D06H y agitación mecánica con equipo Shaker Orbital Precise Shaking Incubator, Model Thermostable IS-20R.

Los granos seleccionados fueron sometidos a reducción del tamaño de partículas durante un minuto a 2000 rpm en una licuadora SAMURAI LX-ELECTRONIC 20 speed + pulse. La muestra fue constituida por 10 g de material vegetal y 200 mL de cuatro (4) diferentes solventes. Las muestras fueron sometidas a agitación durante 24 horas y ultrasonido durante una hora a una frecuencia de 60 kHz.

La recuperación de los solventes se efectuó mediante el equipo rotavaporador Heidolph G3 Hei-Vap Precision, cada solvente se recupera a diferentes condiciones de presión y temperatura recomendadas en el manual del equipo.

Para determinar la concentración de fenóles totales se aplicó la técnica de Folin y Ciocalteu, originalmente el método fue diseñado para identificar la presencia de tirosina y triptófano en proteínas, en el Laboratorio Bioquímico de la Facultad de Medicina de Harvard, en 1927, Durante esta investigación los autores encontraron que los ácidos fosfomolibdico y fosfotúngstico, obtenidos a partir de molibdato de sodio, tungstato de sodio, ácido fosfórico y

ácido clorhídrico, por reflujo, durante 10 horas, en presencia de sulfato de litio y usando bromo como catalizador, producían un reactivo de color verde fluorescente que se tornaba de color azul en presencia de fenoles [6]. Actualmente, en el método de F-C, el ácido gálico se utiliza como patrón para comprobar la presencia de polifenoles mediante técnicas espectrofotométricas [7], en el análisis se empleó el equipo marca JENWAY 6320D midiendo la absorbancia a una longitud de

onda de 765 nm [8,9], la técnica está certificada por la Asociación de Químicos Analíticos Oficiales (AOAC International).

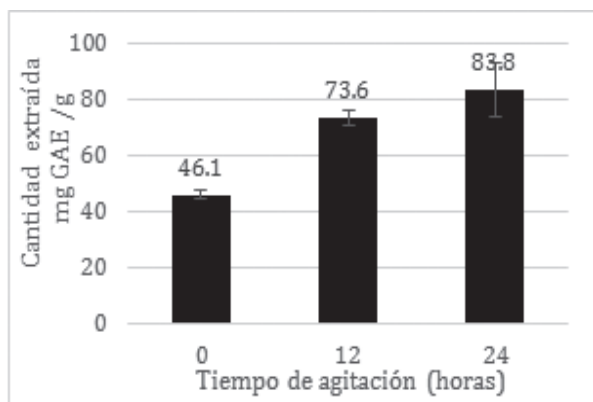
### Resultados

La selección del solvente se basó en la concentración obtenida en el extracto, el porcentaje de recuperación del solvente y el tiempo empleado en la destilación, relacionados en la tabla 1.

**Tabla 1.** Resultados experimentación.

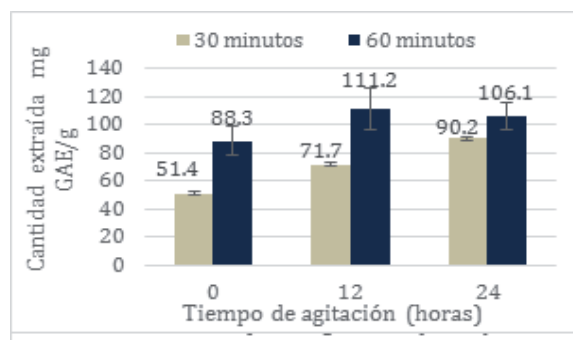
|             |             | Concentración<br>mg Ac. gálico/L | % Recuperado | Tiempo de<br>recuperación por<br>destilación (min) |
|-------------|-------------|----------------------------------|--------------|--|
| Agitación   | Etanol      | 20,1                             | 70,83        | 200  |
|             | Metanol     | 14,7                             | 69,17        | 70   |
|             | Acetona     | 26,6                             | 85,00        | 15   |
|             | Isopropanol | 8,6                              | 86,67        | 45   |
| Ultrasonido | Etanol      | 69,5                             | 80,83        | 200  |
|             | Metanol     | 122,0                            | 72,50        | 70   |
|             | Acetona     | 82,2                             | 89,17        | 15   |
|             | Isopropanol | 83,3                             | 90,00        | 45   |

Luego de seleccionar el solvente, se desarrolló el diseño de experimentos factorial 3<sup>3</sup>. Las variables seleccionadas fueron el tiempo de extracción asistida por ultrasonido, el tiempo de agitación y la frecuencia. En la figura 1, se observan los resultados de la extracción en mg equivalentes de ácido gálico GAE, por cada gramo de material seco para diferentes tiempos de agitación, cuando no se aplica extracción por ultrasonido.



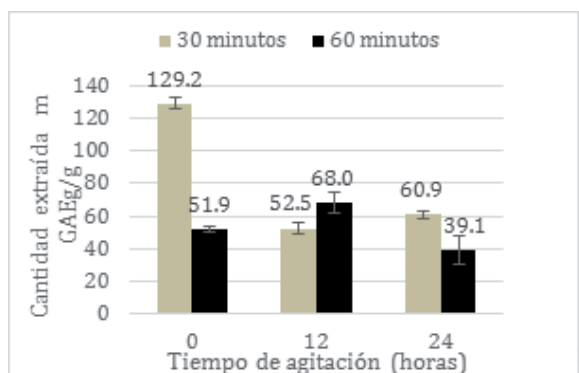
**Figura 1.** Resultados de la extracción sin el uso de ultrasonido

En la figura 2, se muestran los resultados de la extracción de polifenoles con acetona, en la solución de residuos de café, en mg GAE/g de material en base seca, empleando extracción asistida por ultrasonido a 30 kHz, seguido de agitación mecánica a diferentes tiempos.



**Figura 2.** Resultados de la extracción usando técnicas combinadas de ultrasonido a 30 kHz y agitación

En la figura 3 se muestran los resultados de la extracción en mg GAE/g de material en base seca, empleando extracción asistida por ultrasonido a 60 kHz, seguido de agitación mecánica a diferentes tiempos.



**Figura 3.** Resultados de la extracción mediante técnicas de ultrasonido a 60 kHz y agitación

## Discusión

Para la selección del solvente se relacionaron el porcentaje de recuperación, el tiempo requerido durante la destilación y la concentración obtenida del extracto. Para este caso se eligió la acetona, debido a que en el método de extracción asistida por ultrasonido se logró un porcentaje de recuperación del solvente de 89,17%, durante un tiempo de 15 minutos y la concentración de polifenoles fue de 82,2 mg GAE por cada litro de extracto.

En la figura 1, se observa el comportamiento de la extracción usando únicamente agitación mecánica, logrando un máximo de 83,8 mg GAE/g durante 24 horas. Esto demuestra que la cantidad de fenoles extraída se incrementó al aumentar el tiempo usando la técnica mencionada.

En la figura 2, se muestran los resultados empleando extracción asistida por ultrasonido a 30 kHz por 30 minutos, seguido de agitación mecánica durante 12 y 24 horas, se verificó un incremento en la concentración de equivalentes de ácido gálico, frente al tratamiento sin ultrasonido. La cantidad de polifenoles aumentó de manera proporcional al tiempo de agitación mecánica. Para los tratamientos sometidos a 60 minutos de extracción, por ultrasonido se obtuvieron concentraciones superiores, en comparación con los tratamientos en los que se emplearon 30 minutos de extracción con ultrasonido. En este caso, la concentración fue de 111,2 GAE mg/g, durante 60 min de extracción por ultrasonido a 30 kHz y agitación mecánica durante 12 horas

En la figura 3 se muestran los resultados de la extracción en mg GAE/g en base seca, empleando extracción asistida por ultrasonido a 60 kHz durante 30 y 60 minutos respectivamente, se evaluó el resultado con y sin agitación durante 12

y 24 horas. Para el tratamiento a 30 minutos de extracción por ultrasonido y sin agitación mecánica posterior se obtuvieron 129,2 mg GAE por gramo en base seca, siendo el tratamiento más efectivo de los realizados en este estudio. La inclusión de agitación mecánica posterior redujo la cantidad de GAE extraídos, al igual que los tratamientos a 60 minutos de extracción con ultrasonido, el aumento de la frecuencia pudo afectar negativamente la concentración de polifenoles.

## Conclusiones

De los solventes estudiados, la acetona presentó las mejores características técnicas para su uso en la extracción de polifenoles, a partir de granos verdes de café. Se logró un porcentaje de recuperación del 89,17%, durante un tiempo de 15 minutos y se obtuvo una concentración de polifenoles equivalentes a 82,2 mg de GA por cada litro de extracto.

En la combinación de las técnicas de extracción a 30 kHz y 12 horas de agitación mecánica, se consiguió una concentración de polifenoles equivalentes a 111,2 mg GAE/g, lo cual fue superado por el tratamiento a 60 kHz con 30 minutos de extracción y sin agitación mecánica, donde la cantidad de fenoles equivalentes fueron de 129,2 mg GAE/g de material seco.

## Agradecimientos

A Tecnoparque SENA Nodo Bogotá por el uso de sus equipos e instalaciones en el análisis experimental. A la Corporación Parque Tecnológico de Innovación del café y su Caficultura Tecnicafé, por suministrar las muestras de granos verdes de café.

## Referencias bibliográficas

- [1] Galvis J, Fisher G, Gordillo O. Cosecha y Poscosecha de la Uchuva. En: Avances en cultivo, poscosecha y explotación de Uchuva *Physalis peruviana* L. Editor: Bogotá Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Agronomía. Colombia; 2005. p. 169. ISBN 958-701-603-3
- [2] Arroyave T, De La Cruz N. Extracción asistida por ultrasonido de compuestos fenólicos de la pulpa de café (*Coffea arabica* L.) variedad Castillo (proyecto de investigación Maestría). Colombia:CorporaciónUniversitar

- ia Lasallista; 2015. p. 25.
- [3] Calle V. Subproductos del café. En: Boletín Técnico Cenicafé Chinchina. Colombia (No. 6). 1977. p.1-84.
- [4] Esquivel P, Jiménez VM. Functional properties of coffee and coffee by-products. En: Food Research International. 2012;46(2):488-95.
- [5] Farah A, Donangelo CM. Phenolic compounds in coffee. En: Brazilian journal of plant physiology. 2006;18(1):23-36.
- [6] Elias LG. Composición química de la pulpa de café y otros subproductos. En: Pulpa de café: Composición tecnología y utilización. Bogotá: CIID. 1978. p. 19-29.
- [7] Folin O, Ciocalteu V. On tyrosine and tryptophane determinations in proteins. Journal Biological Chemistry. 1927;73:627-50.
- [8] Singleton VL, Orthofer R, Lamuela-Raventós RM. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. Method. Enzymol. 1999;299:152-78.
- [9] Pallares A, Estupinan A, Mauren R, Perea J, Lopez LJ. Impacto de la fermentación y secado sobre el contenido de polifenoles y capacidad antioxidante del clon de cacao CCN-51. Rev. Ion [online]. 2016;29(2):7-21. ISSN 0120-100X. <http://dx.doi.org/10.18273/revion.v29n2-2016001>.