

Evaluación de la evaporación de película descendente para la obtención de concentrados a base de extractos de pulpa de café necesarios en la formulación de productos alimenticios

Cristyan José Correa Bautista, Daniel Felipe Monroy Ortega

Trabajo de grado presentado como requisito para optar por el título de
Ingeniero Químico

Director

Prof. Carlos Jesús Muvdi Nova

Ingeniero Químico, MSc., PhD.

Universidad Industrial de Santander
Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas
Escuela de Ingeniería Química
Bucaramanga

2019

Agradecimientos

A mis padres, Marleny Bautista Garcés y Gerardo Correa Pamplona, sin los cuales no hubiese podido culminar esta nueva etapa en mi vida. Gracias por su esfuerzo, patrocinio, apoyo y sacrificio a lo largo de estos años.

A los ingenieros Carlos Julián Muñoz Quiroga, Sergio Alejandro Cáceres Roa, Juan Carlos González Téllez y Said Andrey Mora García, por su valiosa colaboración y orientación en el desarrollo de las diferentes fases del presente proyecto, así como sus sugerencias y experiencias de vida.

A todo el personal del grupo CICTA, por su asesoría y acompañamiento, al igual que su diligencia, apoyo y enriquecimiento brindados a nivel personal y profesional.

A nuestro director, el Dr. Carlos Jesús Muvdi Nova, por su responsabilidad, supervisión, paciencia y esmero dedicados en la realización y finalización de este trabajo de grado.

Cristyan José Correa Bautista

Agradecimientos

Limitar los agradecimientos a unas cuantas personas sería injusto respecto a la cantidad de conocimientos que adquirí gracias al esfuerzo del cuerpo de docentes y el círculo familiar que me acompañó durante este periodo de tiempo. Aun así, si es necesario resaltar el esfuerzo de algunos, me gustaría agradecer de forma puntual a mis padres, María Edith Ortega Campos y Luis Ernesto Monroy, por haber depositado su confianza y esfuerzo en mí para el desarrollo de este proyecto de vida.

Por otro lado, agradezco a los ingenieros Carlos Julián Muñoz Quiroga, Sergio Alejandro Cáceres Roa, Juan Carlos González Téllez, Said Andrey Mora García y todo el personal del grupo CICTA/UIS. Gracias a ellos fue posible avanzar durante el desarrollo de la investigación.

Finalmente, un agradecimiento especial a nuestro director el Dr. Carlos Jesús Muvdi Nova, por todo el apoyo y recomendaciones que guiaron nuestro camino hasta la culminación del presente proyecto.

Daniel Felipe Monroy Ortega

Tabla de Contenido

	Pág.
Introducción	12
1. Objetivos	17
1.1 Objetivo General.....	17
1.2 Objetivos Específicos	17
2. Metodología	18
2.1 Implementación de mejoras al piloto de evaporación.	18
2.2 Análisis del efecto de la temperatura de calentamiento sobre las características fisicoquímicas de los concentrados.	18
2.3 Estudio de la influencia del Factor de Concentración Volumétrica (FCV) sobre las propiedades de los extractos obtenidos.	20
3. Análisis y Discusión de Resultados	22
3.1 Presentación de las mejoras realizadas al evaporador de película descendente al vacío CICTA/UIS.	22
3.2 Análisis del tratamiento térmico sobre las características fisicoquímicas de los concentrados.....	25
3.3 Estudio del efecto del Factor de Concentración Volumétrica (FCV) y seguimiento en el tiempo de las propiedades de los extractos concentrados.	30
4. Conclusiones	35
5. Recomendaciones	36
Referencias bibliográficas	37
Apéndices	44

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1. Composición de la pulpa de café.	14
Tabla 2. Caracterización fisicoquímica de las variables escogidas al inicio y al final de las pruebas de concentración realizadas.	27

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1. Esquema del fruto de café con sus respectivas partes	13
Figura 2. Partes del piloto de evaporación empleado.....	15
Figura 3. Tubo de evaporación del piloto de película descendente	16
Figura 4. Cuadro metodológico planteado para el presente Trabajo de Grado.	19
Figura 5. Sesiones para la prueba de discriminación triangular entre 3 Factores de Concentración Volumétrica (FCV)	21
Figura 6. Principales cambios realizados al piloto de evaporación (carcasa, visores, uniones tipo T y flujómetro)	24
Figura 7. Arandelas de acero inoxidable fijadas a lo largo del tubo evaporador.	24
Figura 8. Montaje inicial (a) y final (b) del sistema de termocuplas del piloto de evaporación. ...	24
Figura 9. Sistema de enfriamiento con tanques de almacenamiento y recirculación.....	25
Figura 10. Seguimiento en el tiempo de 3 variables evaluadas: FCV (a), °Brix (b) y pH (c), respectivamente	26
Figura 11. Propiedades fisicoquímicas con respecto a 3 niveles de FCV (1, 3 y 6)	32
Figura 12. Resultados de prueba de discriminación triangular para las 3 sesiones realizadas	34

Lista de Apéndices

	Pág.
Apéndice A. Cálculo del espesor de la carcasa	44
Apéndice B. Análisis de Varianza de la Etapa 2	47
Apéndice C. Resultados análisis sensorial y microbiológico	50

RESUMEN

TÍTULO: Evaluación de la evaporación de película descendente para la obtención de concentrados a base de extractos de pulpa de café necesarios en la formulación de productos alimenticios. *

AUTORES: Cristyan José Correa Bautista – Daniel Felipe Monroy Ortega. **

PALABRAS CLAVE: Extractos, concentración, FCV, polifenoles totales, antioxidantes, cafeína, vacío, temperatura, análisis sensorial.

DESCRIPCIÓN:

Dentro de la iniciativa de valorización de pulpa de café para el diseño de productos alimenticios, por parte de la Cámara de Comercio de Bucaramanga, se evaluó la etapa de concentración de extractos a base de esta materia prima mediante evaporación de película descendente al vacío. Inicialmente, se implementaron una serie de mejoras al piloto de evaporación CICTA/UIS utilizado, resultando en una carcasa de acero inoxidable de menor diámetro (O.D. 50,8 mm) así como una serie de piezas adicionales (uniones tipo T, válvulas, arandelas y flujómetro). Seguidamente, se estudió el efecto de la temperatura de evaporación (70°C y 90°C) bajo una misma presión de trabajo (200 mbar), para un Factor de Concentración Volumétrica (FCV) de 5, mediante caracterizaciones fisicoquímicas de propiedades antioxidantes y contenido de metilxantinas principalmente, determinando que 90°C fue la temperatura más favorable a nivel analítico y operativo, a pesar de los largos tiempos de operación (4 a 6 h). Posteriormente, se estableció un grado de concentración adecuado de los extractos, evaluando diferentes FCV (1, 3 y 6), a través de una caracterización fisicoquímica y análisis sensoriales de dos tipos (preferencia y discriminación triangular), encontrándose un aumento en las propiedades conforme aumentaba el FCV (Polifenoles totales: 6,63 mg EAG/ml; Metilxantinas: 3,97 mg/ml para un FCV de 6) así como diferencias poco perceptibles entre concentrados (FCV 3 y 6), con una disminución del sabor y aroma entre extractos y concentrados según lo expresó un 67% del panel de catadores semi-entrenado. Lo anterior conllevó a la escogencia de un FCV de 6.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Centro de Investigación en Ciencia y Tecnología de Alimentos (CICTA). Director: Carlos Jesús Muvdi Nova. Ingeniero Químico, MSc., PhD.

ABSTRACT

TITLE: Evaluation of falling film evaporation for obtaining coffee pulp extract-based concentrates required in food products development. *

AUTHORS: Cristyan José Correa Bautista – Daniel Felipe Monroy Ortega. **

KEYWORDS: Extracts, concentration, VCF, total phenolic content, antioxidants, caffeine, vacuum, temperature, sensory analysis.

DESCRIPTION:

Within the valorization initiative of coffee pulp by the Chamber of Commerce of Bucaramanga, as a food product design mechanism, the concentration stage of extracts was evaluated by falling film evaporation under vacuum. First, several improvements were implemented to the evaporation pilot used, resulting in a smaller diameter stainless steel shell (O.D 2”) as well as a series of additional pieces (T-type joints, valves, washers and flowmeter). Then, the effect of the evaporation temperature (70 °C & 90 °C) under the same operating pressure (200 mbar), for a Volumetric Concentration Factor (VCF) of 5, was studied and measured mainly by physicochemical characterization of antioxidants and methylxanthine content, showing that 90 °C was the most favorable temperature for both analytical and operational levels, despite the long processing time (4 to 6 h). Next, a suitable degree of concentration was established, evaluating different VCF (1, 3 & 6), through physicochemical characterization as well, and adding two types of sensory analysis (affective and discrimination tests), finding a proportional increase in properties according to VCF (Total Phenolic Content: 6.63 mg GAE/ml, Methylxanthines: 3.97 mg/ml for a VCF of 6) as well as little noticeable differences between concentrates (VCF 3 and 6), with a decrease in flavor and aroma between extracts and concentrates as expressed by 67% of semi-trained tasters panel. The previous results led to the choice of 6 as final VCF.

* Undergraduate Project.

** Physical and Chemical Engineering's Faculty. School of Chemical Engineering. Food Science and Technology Research Center. Advisor: Carlos Jesús Muvdi Nova. Chemical Engineer, MSc., PhD.

Introducción

La pulpa de café es el primer subproducto obtenido en el procesamiento del fruto del café. Esta materia prima destaca por ser bastante abundante, ya que representa cerca del 50% del fruto en peso húmedo, así como por su alto contenido en componentes biodegradables (Roussos *et al.*, 1995; Pandey *et al.*, 2000; Esquivel & Jiménez, 2012). Es rica en proteínas, minerales, carbohidratos, polifenoles, pectinas y cafeína. Esto la ubica como una fuente natural de nutrientes y antioxidantes (Pandey *et al.*, 2000; Rodríguez y Zambrano, 2010; Oliveira & Franca, 2015; Murthy & Naidu, 2012; Janissen & Huynh, 2018).

Como una iniciativa dentro del marco del proyecto de valorización de Clúster Café de Santander de la Cámara de Comercio de Bucaramanga, se está trabajando en la obtención de extractos concentrados a partir de pulpa de café, de los cuales se esperan obtener productos con valor agregado. Para dicha tarea, se emplean equipos tales como evaporadores de película, que permitan concentrar el contenido de los extractos y disminuyan el impacto de la operación en sus propiedades fisicoquímicas.

Sin embargo, para el equipo piloto de evaporación utilizado no se han realizado pruebas con sustratos a base de derivados de café y, por consiguiente, no se tiene conocimiento previo de las condiciones de operación necesarias que garanticen la calidad del producto final. Este factor resulta clave debido a que, según diversos reportes, productos concentrados a base de café suelen presentar efectos desfavorables, tales como variaciones de pH, que afectan la percepción del sabor y con ello la calidad y aceptación (Manzocco, Calligaris, Anese & Nicoli, 2016). Así mismo, se encuentra que el equipo presenta una serie de inconvenientes que requieren su respectivo diagnóstico con el fin de asegurar la correcta formación de la película de fluido y mayores tiempos de operación. Como consecuencia, si se desean obtener concentrados a partir de extractos de pulpa de café es

necesario considerar el estudio de la operación unitaria buscando disminuir el impacto de ésta sobre las propiedades de la materia prima a concentrar.

El café es el fruto producido por el cafeto, un árbol pequeño de la familia *Rubiaceae*, del género *Coffea*, originario de Etiopía (Orozco, 1986; Patra, Ramalakshmi & Mohan, 2011). Según lo reporta la *International Coffee Organization* (ICO), Colombia figura como el tercer productor mundial de café (ICO, 2019). El fruto del café está compuesto por las siguientes partes: cáscara (epicarpio), pulpa, mucílago, pergamino (cisco), película plateada y grano (Esquivel & Jiménez, 2012; Ribeiro, Rodríguez, Zambrano & López-Núñez, 2015; Janissen & Huynh, 2018). En la Figura 1 se presenta un esquema de éstas.

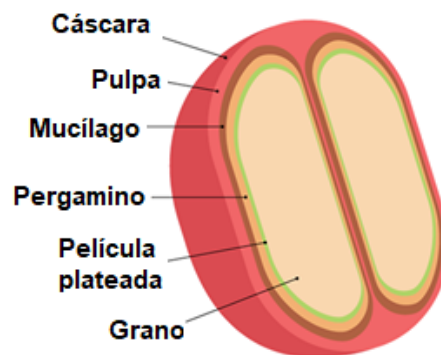


Figura 1. Esquema del fruto de café con sus respectivas partes. Adaptado de Café Virtuoso, s.f. *Frequently Asked Questions FAQs*.

Durante el procesamiento de café, se generan grandes cantidades de residuos: para obtener 1 kg de granos de café verde, alrededor de 5,5 kg de cerezas frescas son requeridas por vía húmeda. Considerando las pérdidas durante la elaboración de la bebida final, sólo un 5-8% del peso del fruto fresco se aprovecha verdaderamente; más del 90% se descarta, como, por ejemplo: la pulpa, el mucílago, las aguas de lavado, entre otros (Ribeiro *et al.*, 2015; Peña-Martínez, Ramírez-Salдарriaga y Rúa, 2016; Janissen & Huynh, 2018).

Como ya se mencionó, la pulpa de café es una fuente considerable de compuestos de interés tales como antioxidantes, polifenoles, cafeína, carbohidratos y minerales. En la Tabla 1 se presenta su respectiva caracterización fisicoquímica, según lo reportan Fierro-Cabrales *et al.* (2018) para la variedad *C. arabica*.

Tabla 1.
Composición fisicoquímica de la pulpa de café.

<i>Variable medida</i>	<i>Unidad</i>	<i>Base seca</i>	<i>Base húmeda</i>
pH	-	-	4,21
Humedad	%	12,05	85,37
Sólidos totales	°Brix	-	3
Fenoles totales	mg EAG/g	4,09	0,91
Actividad antioxidante (DPPH)	μmol ET/g	132,54	28,93
Cafeína	%	2,262	-

Nota: Tomado y adaptado de Fierro-Cabrales *et al.*, 2018.

A continuación, se presenta una serie de conceptos necesarios:

a. Extractos: Son productos obtenidos mediante la separación de metabolitos y principios activos de fuentes vegetales empleando solventes selectivos, como el agua, a temperaturas cercanas o iguales al punto de ebullición. Algunos ejemplos de extracciones son las infusiones y las decocciones (Crowley, 2006; Castillo y Martínez, 2015).

b. Concentrados: Son sustratos que han sido sometidos a procesos de concentración, los cuales consisten básicamente en la remoción física del solvente, por ejemplo, el agua, de una solución. La concentración suele llevarse a cabo mediante operaciones de evaporación al vacío o por crio-concentración (Gaedcke, Steinhoff & Blasius, 2003; Singh, 2008).

La finalidad de este tipo de productos también radica en obtener subproductos, tales como jarabes o siropes, pulverizados y mieles (Velissariou *et al.*, 2010; Ramírez y Jaramillo, 2017).

c. Factor de concentración volumétrica (FCV): Se define como el cociente que hay entre el volumen inicial alimentado y el volumen final concentrado (Lewis, 1996; Cáceres y Mora, 2017).

d. Evaporadores de película descendente: Son un tipo de intercambiadores de calor vertical de corrientes separadas, empleados en la industria de alimentos y petroquímica (Saravacos & Kostaropoulos, 2016). Las variables de control analizadas suelen ser: presión, temperatura de evaporación, caudal, temperatura de alimentación y concentración (Paramalingam, 2004; Narváez-Romo & Simões-Moreira, 2013). A su vez, suelen trabajar al vacío, con el fin de disminuir el punto de ebullición del agua, haciéndolos apropiados para concentrar soluciones sensibles al calor.

El piloto de evaporación implementado por Muñoz y Solano (2014), constituye el equipo empleado en el presente trabajo (ver Figura 2). Está compuesto por diferentes secciones: alimentación (a), precalentamiento (b), evaporación (c), recolección (d), condensación (e) y vacío (f). Así mismo, en la Figura 3 se observa el esquema del tubo evaporador del piloto.

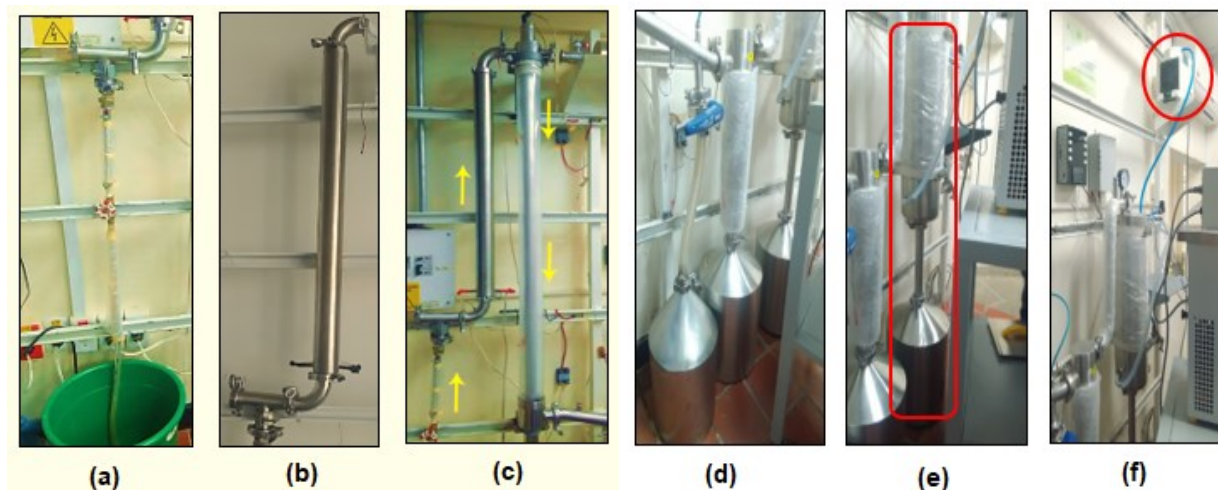


Figura 2. Partes del piloto de evaporación empleado. Implementado por Muñoz y Solano (2014).

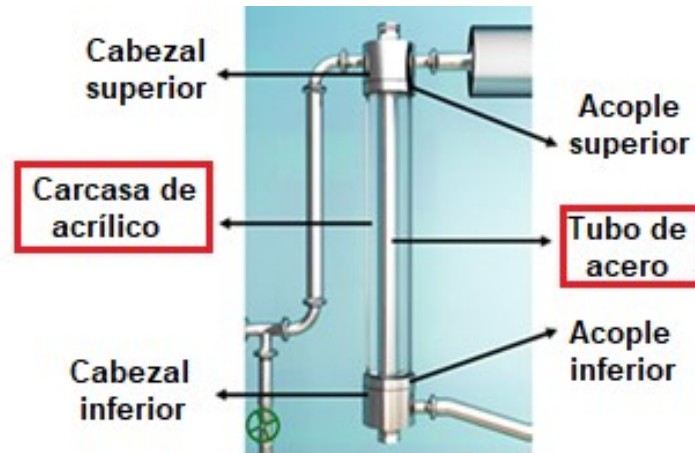


Figura 3. Tubo de evaporación del piloto de película descendente. Adaptado de Muñoz y solano, 2014.

Esta pieza está compuesta por dos tubos concéntricos, con diámetros de 38,1 mm (tubo de acero) y 80 mm (tubo de acrílico), con sus correspondientes cabezales y acoples. El tubo interior cuenta con una longitud de 1,2 m, es calentado por medio de dos resistencias eléctricas, posee un sistema automático de presión y temperatura, y el fluido de alimentación es precalentado e ingresado por la parte superior a través de un sistema de distribución concéntrico.

En el marco del proyecto con la Cámara de Comercio de Bucaramanga y el Clúster Café de Santander, que busca la formulación de tres tipos de productos a partir de pulpa de café (infusión, jarabe y pulverizado), se cuenta con la participación de estudiantes de pregrado que apoyan el proyecto a través de Trabajos de grado. Hasta la fecha, se han finalizado dos etapas: formulación y elaboración de infusiones (Hernández y Vergel, 2018) y obtención de extractos, necesarios para la formulación de los concentrados líquidos y los pulverizados (Trevisse y Zapata, 2018). Este último fue el punto de partida para la preparación y caracterización de concentrados de pulpa de café que propone este proyecto. Los resultados obtenidos permitirán la preparación de productos tipo jarabes y pulverizados.

1. Objetivos

1.1 Objetivo General

Evaluar la evaporación de película descendente para la obtención de concentrados a base de extractos de pulpa de café necesarios en la formulación de productos alimenticios.

1.2 Objetivos Específicos

- Implementar mejoras al piloto de evaporación de película descendente del grupo CICTA/UIS.
- Analizar el efecto de la temperatura de calentamiento sobre las características fisicoquímicas de los concentrados.
- Estudiar la influencia del factor de concentración volumétrica sobre las propiedades sensoriales y fisicoquímicas de los extractos obtenidos.

2. Metodología

En la Figura 4 se presenta el esquema metodológico con las respectivas etapas realizadas en este trabajo.

2.1 Implementación de mejoras al piloto de evaporación.

Se realizaron mejoras al prototipo de evaporación de película descendente al vacío del grupo CICTA/UIS con el fin de solucionar los inconvenientes descritos con anterioridad.

Se buscó mejorar el control en la formación de la película, manteniendo la capacidad de mostrarla debido a que el piloto tiene enfoque académico. Para ello, se diseñó una carcasa con menor diámetro y visores. Igualmente, se consideró recuperar el contenido de los tanques de recolección y concentrados sin detener la operación que se lleva a cabo en vacío, a través de conexiones y válvulas de alivio que permitieran su presurización. Para los diseños se utilizó el software *Solid Edge*. Cabe resaltar que todas las piezas eran de acero inoxidable AISI 304. La empresa Industrias Acuña Ltda. (INAL) se encargó de la cotización y fabricación de las piezas solicitadas. Adicionalmente, se vio la necesidad de reajustar el sistema de enfriamiento con el que contaba el piloto, debido a la gran cantidad de agua demandada durante las pruebas (~400 L/h). Para la implementación se realizaron pruebas experimentales, en condiciones de vacío, usando agua como líquido de trabajo, verificando su funcionamiento durante la operación.

2.2 Análisis del efecto de la temperatura de calentamiento sobre las características fisicoquímicas de los concentrados.

La pulpa de café empleada fue tratada según la metodología de Trevisse y Zapata (2018) con el fin de obtener los extractos a concentrar: la materia prima fue secada, molida y tamizada, para luego ser sumergida en agua caliente a 90°C durante 7 min, con una relación 1:15 (g/ml). Por último, la muestra fue filtrada.

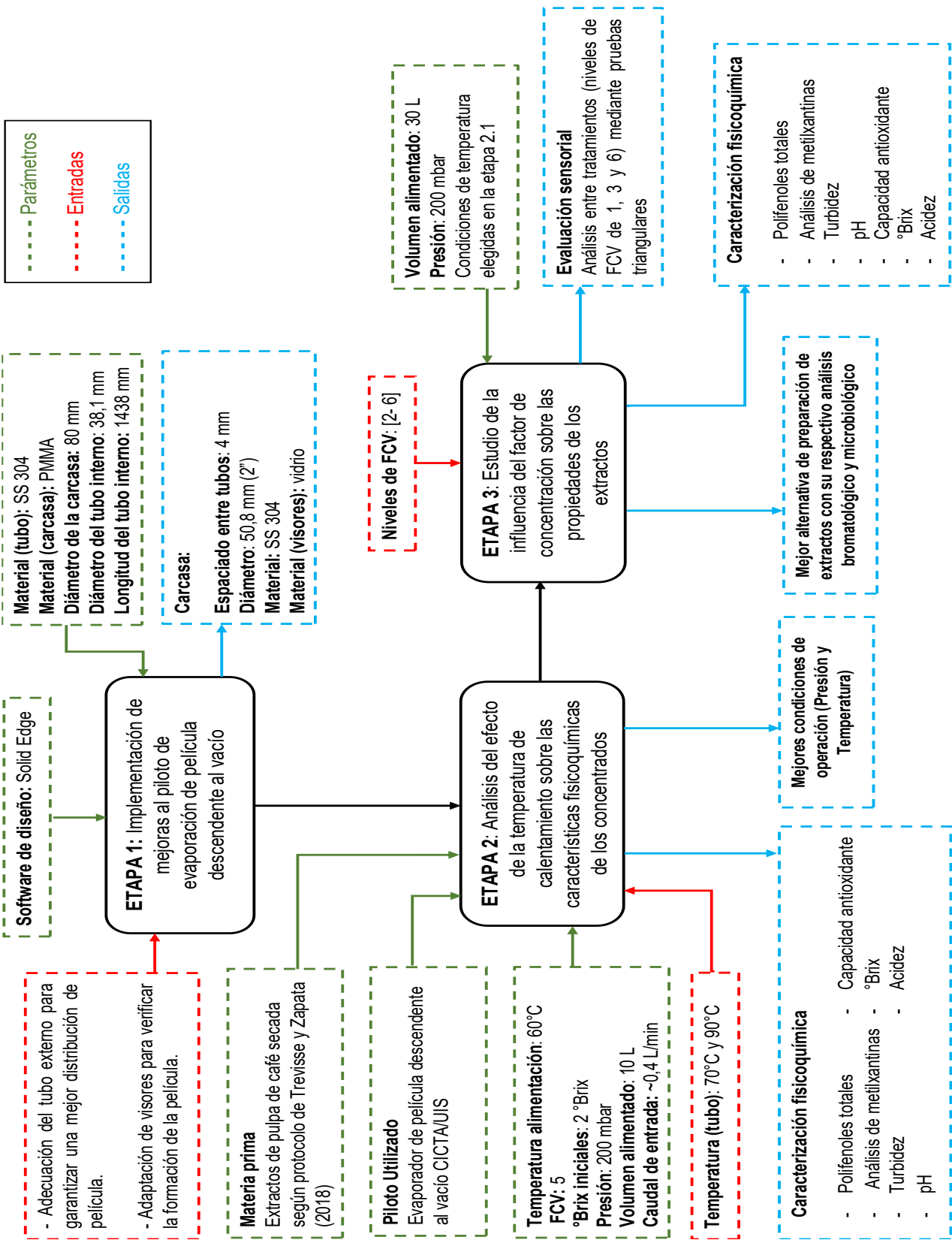


Figura 4. Cuadro metodológico planteado para el presente Trabajo de Grado.

Para el presente estudio se evaluó el efecto de la temperatura de evaporación, manteniendo como parámetro la presión (200 mbar), debido a la mayor influencia de dicha variable sobre las propiedades del producto. Con base en lo anterior, se evaluaron temperaturas de 70 y 90 °C. Otros parámetros fijados durante la operación fueron: Factor de Concentración Volumétrica (FCV) (5), temperatura de alimentación (60°C), volumen inicial (10 L) y caudal de entrada (~0,4 L/min). La presión de trabajo se fijó con base en el valor mínimo recomendado para el piloto por cuestiones operacionales y de diseño (Muñoz y Solano, 2014; Cáceres y Mora, 2017). Por su parte, las temperaturas empleadas se eligieron con base en el punto de ebullición más bajo posible (60°C) para la presión empleada (200 mbar) y un valor máximo de 100°C.

Así mismo, el FCV se escogió considerando un tiempo de concentración suficiente para las pruebas. La temperatura de alimentación se ajustó con el punto de ebullición del agua a la presión de vacío trabajada. El volumen inicial alimentado se estableció teniendo en cuenta el volumen final a alcanzar y la capacidad de extracción durante el periodo de pruebas, considerando la situación de inactividad académica presentada a causa del movimiento nacional estudiantil (octubre 2018-enero 2019). Por último, se mantuvo un caudal de alimentación cercano a 0,4 L/min, similar al reportado por Muñoz y Solano (2014). Los concentrados obtenidos fueron caracterizados en pH, °Brix, acidez, turbidez, contenido de metilxantinas (cafeína y teobromina), polifenoles totales y capacidad antioxidante.

2.3 Estudio de la influencia del Factor de Concentración Volumétrica (FCV) sobre las propiedades de los extractos obtenidos.

De la fase anterior se seleccionaron las mejores condiciones de operación. A partir de esto, se procedió a evaluar el efecto de diferentes niveles de FCV sobre las propiedades

físicoquímicas y organolépticas de los productos obtenidos. En primer lugar, se evaluaron FCV de 1, 3 y 6, caracterizando los concentrados en términos de metilxantinas, polifenoles totales, así como turbidez, acidez, °Brix y pH, realizando su respectivo seguimiento.

En segundo lugar, se realizó un análisis sensorial a las muestras obtenidas, con ayuda de un panel semientrenado de 9 catadores en la Escuela de Nutrición UIS, mediante 2 tipos de pruebas: una de preferencia y otra de discriminación triangular. En la primera, se estudiaron 3 grados de dilución para un FCV de 3, con el fin de asegurar una relación apropiada para las muestras a catar. Para la segunda prueba, se evaluaron 3 niveles de FCV distintos (1, 3 y 6), llevados a la misma concentración, con el fin de identificar posibles diferencias entre los tratamientos, mediante 3 sesiones, como se muestra en la Figura 5.

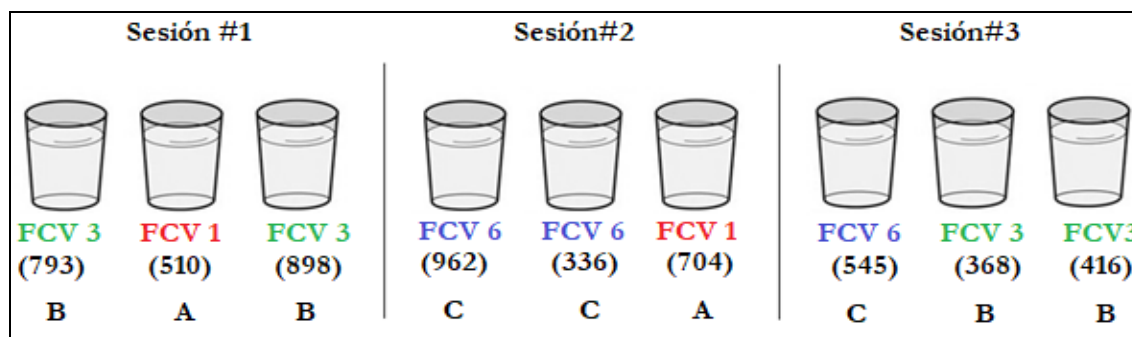


Figura 5. Sesiones para la prueba de discriminación triangular entre 3 Factores de Concentración Volumétrica (FCV).

En esta etapa se realizó la clarificación de los extractos mediante un filtro prensa. En la fase anterior no pudo realizarse debido a inconvenientes presentados en la universidad durante el 2018-II. Así mismo, en este punto del proyecto, se consideró la evaluación de una fase de tostión en la obtención de los extractos, en medio de las etapas de secado y molienda, como alternativa de preparación, con base en la metodología expuesta por Hernández y Vergel (2018).

Métodos de caracterización

Determinación de acidez (A.O.A.C 942.15), °Brix usando un refractómetro portátil BRIXCO 3090, turbidez con un turbidímetro HANNA HI 98703 y cuantificación de polifenoles totales siguiendo el método Folin-Ciocalteu de acuerdo con el protocolo de Cadena y Herrera (2008). La capacidad antioxidante se analizó mediante DPPH (A.O.A.C 2012.04) y el contenido de metilxantinas a través de cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) según el procedimiento planteado por Risner (2008) y la A.O.A.C 980.14. Finalmente, los análisis microbiológicos (Coliformes Totales, *E. Coli*, *Salmonella*, Aerobios Mesófilos, Mohos y Levaduras) los realizó el laboratorio de análisis de alimentos y aguas INOQUALAB S.A.S., mediante recuento en placa.

3. Análisis y Discusión de Resultados

3.1 Presentación de las mejoras realizadas al evaporador de película descendente al vacío CICTA/UIS.

En la Figura 6 se pueden apreciar los principales cambios realizados al evaporador de película descendente del CICTA/UIS. El diseño original de la carcasa del equipo se modificó con el objetivo de asegurar un espaciamiento mínimo con el tubo evaporador, el cual pasó de 80 mm a 50,8 mm (Ver Figura 6a). Con respecto al espesor de la pieza implementada, se tuvo en cuenta un valor estándar acordado con la empresa Industrias Acuña Ltda (INAL), el cual fue de 1,6 mm (1/16”) en acero inoxidable AISI 304. Esta medida fue verificada a través del cálculo del espesor mínimo requerido con base en la norma ASME B31.1, cuya magnitud fue de 0,91 mm (para mayor detalle, ver Apéndice A).

Las nuevas piezas también se elaboraron en acero inoxidable para que las condiciones de trabajo no las afectaran; además, a lo largo del evaporador se empleó una capa de pyrogel de

10 mm de espesor como material aislante (ver Figura 6a). En la Figura 6b, se muestran dos uniones metálicas tipo T, con sus respectivas válvulas de aguja, que se adaptaron para dos tanques del piloto (de recolección y de concentrado). Esto con la finalidad de poder desconectarlos y recuperar su contenido durante la operación, sin necesidad de interrumpir el vacío. Por otra parte, se adaptaron tres pares de visores de vidrio elaborados en forma de abrazadera y se adicionó un flujómetro para la línea de alimentación (ver Figura 6c), el cual permite la lectura de flujos en un rango entre 1 y 10000 L/min.

Adicionalmente, se implementó un sistema de 4 arandelas perforadas a lo largo del tubo de evaporación (ver Figura 7). Este arreglo permitió mantener separados los tubos (interno y externo) que hacen parte del evaporador, los cuales durante las primeras pruebas de implementación presentaron flexión (mínima), generando contacto entre las superficies. Las 4 arandelas son de acero inoxidable, cada una de 3 mm de espesor y separadas 28 cm entre sí, aproximadamente.

Por otro lado, las termocuplas del equipo en cuestión fueron reubicadas. En la Figura 8 se muestra su ubicación en el tubo evaporador antes y después de la implementación de las mejoras. Su nueva posición (de forma vertical por el interior de los acoples del tubo) se decidió para registrar la temperatura de calentamiento sin ser afectada por el nuevo espaciamiento entre tubos. Además, se adaptó un sistema de recirculación de agua de enfriamiento, mediante 2 tanques de almacenamiento de 120 L de capacidad cada uno, a través de una bomba centrífuga de 1/2 hp, para reducir el consumo de agua (ver Figura 9).



Figura 6. Principales cambios realizados al piloto de evaporación (carcasa, visores, uniones tipo T y flujómetro).

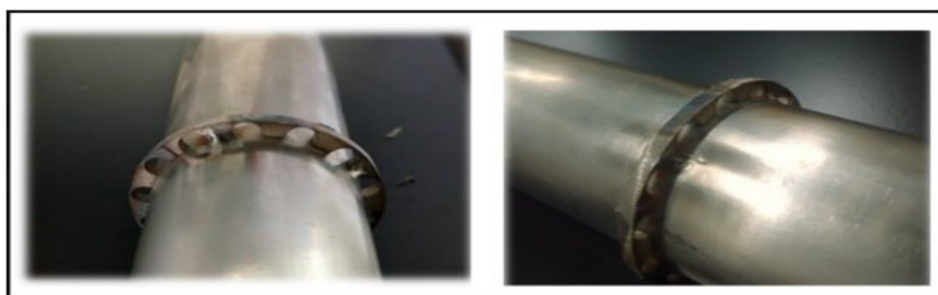


Figura 7. Arandelas de acero inoxidable fijadas a lo largo del tubo evaporador.

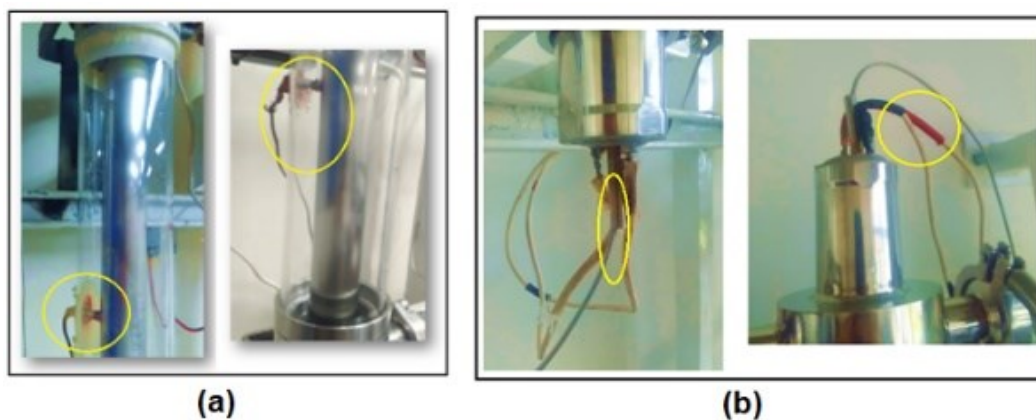


Figura 8. Montaje inicial (a) y final (b) del sistema de termocuplas del piloto de evaporación.



Figura 9. Sistema de enfriamiento con tanques de almacenamiento y recirculación.

Finalmente, a través de la implementación de estos arreglos se logró que el flujo de líquido fuera estable dentro del equipo; la reducción del espacio entre el tubo central y la carcasa permitió controlar de mejor manera la formación de la película de fluido e incrementar la tasa de evaporación, desde un valor de aproximadamente 0,8 L/h, según pruebas reportadas por Cáceres y Mora (2017), hasta 2 L/h, según lo encontrado durante el desarrollo del presente trabajo. Por su parte, la operación se facilitó y el tiempo muerto entre ciclos se disminuyó gracias al sistema de válvulas y los otros ajustes realizados.

3.2 Análisis del tratamiento térmico sobre las características fisicoquímicas de los concentrados.

En la Figura 10 se aprecia el seguimiento a °Brix, pH y Factor de Concentración Volumétrica (FCV) en el tiempo durante el proceso de concentración.

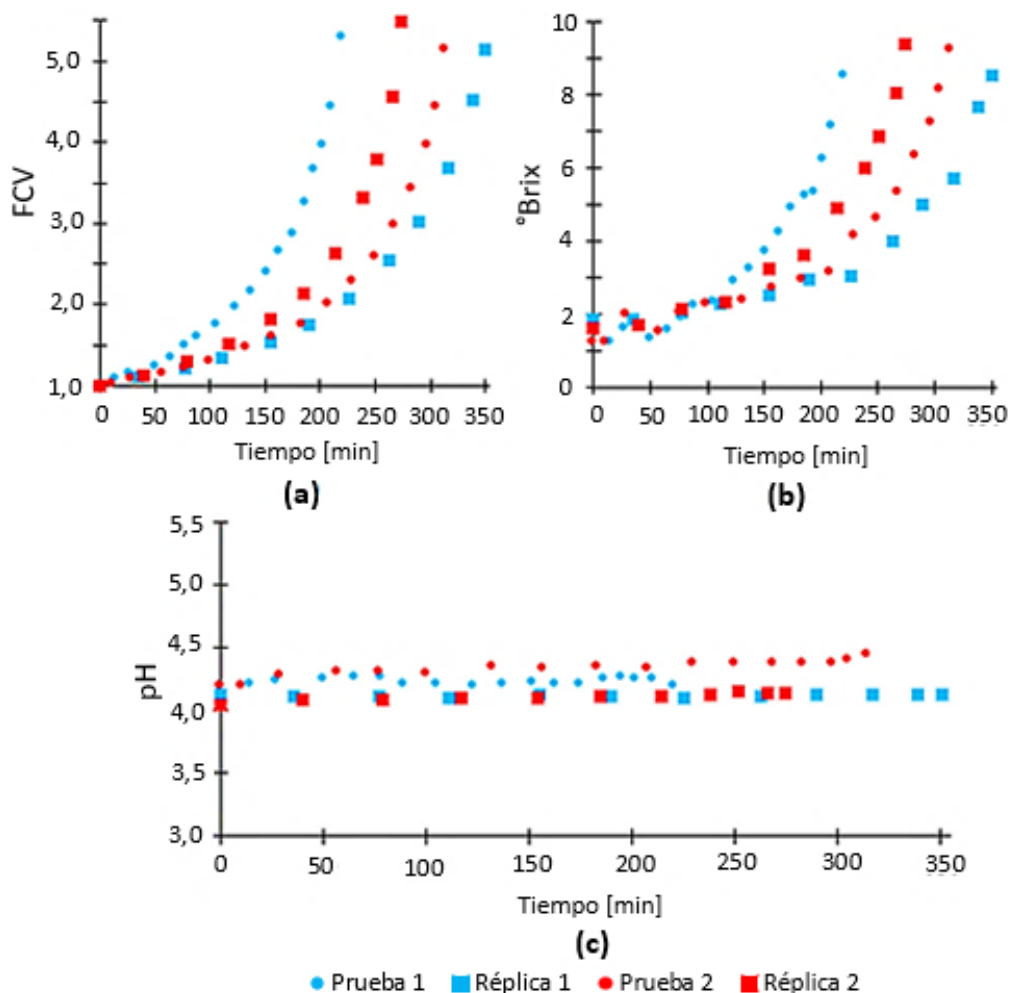


Figura 10. Seguimiento en el tiempo de 3 variables evaluadas: FCV (a), °Brix (b) y pH (c), respectivamente. Prueba y réplica 1 corresponden a 70°C. Prueba y Réplica 2 corresponden a 90°C. Todas las pruebas se realizaron a 200 mbar de presión absoluta.

En la Figura 10a, se puede apreciar la relación entre el FCV y el tiempo de concentración. Para las 4 pruebas realizadas, se evidenció que la maniobra del equipo influye en el desempeño de éste, debido a la dificultad para formar la película. Dicha situación fue más marcada a 70°C, con una diferencia entre prueba y réplica de 130 min y un total de 17 ciclos (~15 min por ciclo). Por su parte, las pruebas a 90°C se distanciaron unos 39 min, para un total de 11 ciclos (~30 min por ciclo). Se pueden observar resultados más cercanos a 90°C a medida que aumenta el FCV, reflejando una mayor reproducibilidad de la operación. A esta

temperatura, se evidenció mayor facilidad para formar y mantener la película de fluido dentro del equipo. Los °Brix presentaron un comportamiento ascendente, directamente relacionado con el volumen de agua retirado, mostrando valores similares para ambos tratamientos (ver Figura 10b). Por otra parte, en la Figura 10c, se observa que el valor del pH no varió considerablemente, oscilando entre 4,04 a 4,45, reflejando que no ocurrieron procesos fermentativos a pesar de la duración del proceso (4 a 6 h).

La Tabla 2 muestra los resultados obtenidos para la caracterización de los extractos (inicial) y de los concentrados con FCV de 5 (final). De esta Tabla se destacan °Brix, pH, polifenoles totales, capacidad antioxidante y contenido de cafeína.

Tabla 2.

Caracterización fisicoquímica de las variables escogidas al inicio y al final de las pruebas de concentración realizadas.

Características fisicoquímicas		P: 200 mbar / Temperatura: 60°C			
		Prueba 1	Réplica 1	Prueba 2	Réplica 2
		T: 70°C		T: 90°C	
°Brix	Inicial	1,8	1,9	1,3	1,6
	Final	8,5	8,5	9,3	9,4
pH	Inicial	4,2	4,12	4,2	4,04
	Final	4,2	4,12	4,45	4,14
Polifenoles totales [mg EAG/ml]	Inicial	1,43	1,45	1,42	1,48
	Final	6,94	8,98	9,11	9,98
Cap. Antioxidante (DPPH) [μmol ET/ml]	Inicial	1,25	1,10	1,25	1,47
	Final	5,79	5,97	5,37	5,98
Cafeína [mg/ml]	Inicial	0,39	0,43	0,46	0,41
	Final	1,97	1,95	1,78	1,77
Turbidez [NTU]	Inicial	743,75	381,25	475	508,75
	Final	4575	3625	4550	4637,5
Acidez [% MS]	Inicial	8,59	8,25	7,97	8,12
	Final	8,59	8,25	7,97	8,12
Teobromina [mg/ml]	Inicial	0,32	0,31	0,33	0,33
	Final	0,94	0,95	0,89	0,90

Para los concentrados producidos, se consiguió un contenido de sólidos solubles ligeramente mayor a 90°C (9,4 °Brix) que a 70°C (8,5 °Brix). Para el lote inicial de extracto,

se encontró un valor promedio de $1,7 \pm 0,5$ °Brix. Por su parte, los extractos clarificados por Trevisse y Zapata (2018), reportaron un total de $0,7 \pm 0,1$ °Brix, reflejando valores cercanos entre sí.

Por otro lado, el pH de todas las muestras coincide con lo presentado tanto para pulpa de café fresca: 4,42 (Hernández y Vergel, 2018); 4,21 (Fierro-Cabrales *et al.*, 2018); 4,25 (Ameca *et al.*, 2018) y 3,92 (Londoño *et al.*, 2016), como en productos líquidos a base de este sustrato: 4,15 para una bebida carbonatada con pulpa y cisco de café (Peña-Martínez *et al.*, 2016) y 4,22 para extractos clarificados de pulpa (Trevisse y Zapata, 2018).

Con relación al contenido de polifenoles totales, los concentrados mostraron un valor promedio de $8,75 \pm 1,30$ mg EAG/ml ($25,28 \pm 4,43$ mg EAG/g MS), con un resultado ligeramente mayor a 90°C ($9,55 \pm 0,62$ mg EAG/ml) que a 70°C ($7,96 \pm 1,44$ mg EAG/ml), posiblemente debido a las diferencias en los tiempos de procesamiento, ya que esto afecta en mayor medida compuestos termosensibles. Sin embargo, se puede apreciar el potencial de estos concentrados con base en el rango presentado por Ramírez-Aristizabal *et al.* (2017) para 4 marcas comerciales de té verde ($29,34 \pm 0,66$ a $55,06 \pm 1,03$ mg EAG/g MS), así como en el rango reportado por Stratil, Kuban & Fojtova (2008) para 21 marcas de vinos tintos (0,874 a 2,262 mg EAG/ml).

Para la capacidad antioxidante se encontraron valores muy similares entre tratamientos: 70°C ($5,88 \pm 0,13$ µmol ET/ml) y 90°C ($5,68 \pm 0,43$ µmol ET/ml), con un valor de promedio de $5,78 \pm 0,29$ µmol ET/ml ($19,25 \pm 2,88$ µmol ET/g MS). Comparado con lo reportado por diversos autores como Plank *et al.* (2012) para bebidas como té verde (6,44 µmol ET/ml), vino tinto (19,35 µmol ET/ml) y jugo de granada (39,01 µmol ET/ml), los concentrados muestran ser fuente de compuestos antioxidantes.

En cuanto a cafeína, el valor promedio obtenido fue de $1,87 \pm 0,13$ mg/ml, evidenciando un contenido alto en esta metilxantina; para una taza de café dicha concentración se encuentra entre 0,4 y 2,0 mg/ml (Weinberg & Bealer, 2002; Valenzuela, 2010; Niseteo *et al.*, 2012; Selsick, 2018). En relación con productos a base de pulpa de café, se reportan 0,62 mg/ml para extractos acuosos (Trevisse y Zapata, 2018) y 0,226 mg/ml para una bebida a base de esta materia prima (Heeger, Cagnazzo, Cantergiani & Andlauer, 2016), similares al valor promedio de los extractos usados inicialmente en este proceso ($0,42 \pm 0,02$ mg/ml).

A través de un análisis de varianza ANOVA y pruebas de Tukey se encontró que no existen diferencias significativas en las características fisicoquímicas de mayor interés para los concentrados obtenidos a las dos temperaturas trabajadas en el evaporador; todos los *valores p* fueron mayores que el valor de significancia tomado de 0,05 para polifenoles, capacidad antioxidante y cafeína (0,265, 0,465 y 0,075, respectivamente). El detallado del análisis se encuentra en el Apéndice B.

Cabe resaltar que, aun cuando se contempló la posibilidad de que una alta temperatura provocaría una mayor pérdida de los compuestos de interés, no se encontraron diferencias considerables entre tratamientos. Tomando en cuenta que la tasa de degradación térmica de compuestos fenólicos se da entre un 20% a 30% para un rango de temperaturas entre 60°C a 100°C, con tiempos de exposición altos, de alrededor de 4h (Volf, Ignat, Neamtu & Popa, 2014), se operó en un rango de trabajo aceptable sin demasiadas repercusiones. Así mismo, al emplear una temperatura de calentamiento de 90°C, la operación fue más sencilla, el tiempo de ciclo para las pruebas fue más largo y la película de fluido se estabilizó durante mayor tiempo. Por esta razón, esta temperatura se eligió como la mejor para la etapa de concentración.

3.3 Estudio del efecto del Factor de Concentración Volumétrica (FCV) y seguimiento en el tiempo de las propiedades de los extractos concentrados.

En este punto del proyecto, se requirió el uso de equipos de mayor capacidad como trituradores picadores, debido a la cantidad de material que se debía procesar en la etapa de molienda. Para esta fase se pasó de procesar 0,8 kg a 3,5 kg por lote. Igualmente, se incluyó la etapa de clarificación, según lo definen Trevisse y Zapata (2018) para la obtención de extractos, teniendo en cuenta que se evaluarían propiedades sensoriales.

Es importante mencionar que la etapa de tostión considerada dentro del proceso de extracción, con base en la metodología de preparación de infusiones de Hernández y Vergel (2018), no se incluyó debido a que no se contaba con un equipo de tostión con mayor capacidad que el utilizado por dichos autores. Sin embargo, se analizó el grado de influencia que podría tener esta decisión sobre el producto, y se llegó a la conclusión que no sería considerable su incidencia sobre las propiedades sensoriales, debido a que estos concentrados aún son insumos en la preparación de jarabes líquidos y pulverizados (futuros trabajos). Así mismo, se simplifica el proceso de elaboración y sus costos.

Una vez clarificados los extractos, estos fueron concentrados y caracterizados fisicoquímicamente en las mismas variables previamente estudiadas, realizando un seguimiento durante el proceso de concentración. En la Figura 11 se presentan los resultados obtenidos para el efecto del Factor de Concentración Volumétrica (FCV), sobre las propiedades de los concentrados.

En la Figura 11a se puede observar que, nuevamente el valor de pH se mantiene y es coherente con lo que reportan diversos autores (Peña-Martínez *et al.*, 2016; Fierro-Cabrales *et al.*, 2018; Ameca *et al.*, 2018; Trevisse y Zapata, 2018). De igual manera, los °Brix

mostraron el crecimiento esperado, relacionado directamente con el volumen de agua retirado.

En la Figura 11b, se puede apreciar el aumento de los polifenoles totales a medida que aumenta el FCV, por lo que, se corrobora que a la temperatura trabajada aún se logran conservar estos compuestos. Cabe resaltar que se obtuvo un menor valor para el FCV de 6 ($6,63 \pm 1,33$ mg EAG/ml) con respecto al obtenido para un FCV de 5 en la fase anterior ($9,55 \pm 0,62$ mg EAG/ml). Esto se puede atribuir a que en esta fase del proyecto se realizó la clarificación de los extractos antes de la etapa de concentración, que generó la retención de material sólido y mayor contacto de las soluciones con el oxígeno del aire y la luz (condiciones que influyen en el contenido de antioxidantes).

En la Figura 11c, se encontró que la turbidez incrementó ligeramente conforme aumentaba el FCV, sin embargo, los valores son inferiores a los obtenidos en la fase anterior del proyecto (entre $491,9 \pm 23,9$ y $4593,8 \pm 61,9$ NTU), resultado de la etapa adicional de clarificación realizada en este punto del trabajo. Sin embargo, el valor obtenido para los extractos ($139,5 \pm 1,06$ NTU) parece elevado si se compara con lo presentado por Trevisse y Zapata (2018) ($17,80 \pm 0,40$ NTU). La principal razón fue que las autoras efectuaron un proceso adicional de ultrafiltración por membranas.

El %Acidez, expresado como el contenido de ácido clorogénico en masa seca, no presentó ninguna variación evidente (ver Figura 11d). Del mismo modo, los sustratos obtenidos mostraron un valor promedio de 8,51%, similar al 9,97% reportado por Trevisse y Zapata (2018).

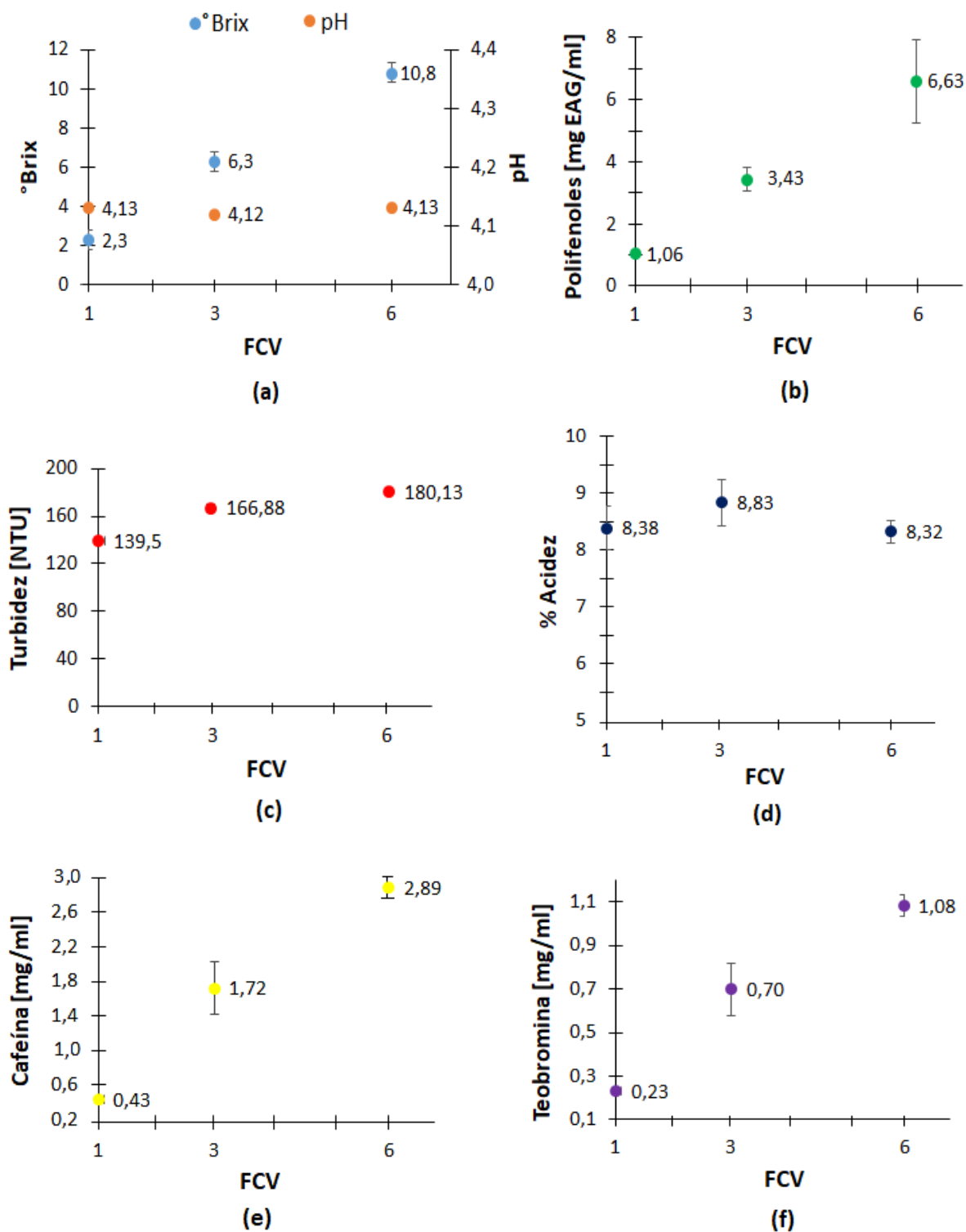


Figura 11. Propiedades fisicoquímicas con respecto a 3 niveles de FCV (1, 3 y 6). (a) °Brix y pH, (b) Polifenoles totales, (c) Turbidez, (d) %Acidez, (e) cafeína y (f) teobromina, respectivamente.

En relación con el contenido de cafeína (ver Figura 11e), se encontró una medida de $2,89 \pm 0,15$ mg/ml para el FCV de 6. Según lo ya mencionado, este resultado expresa un contenido alto en dicha metilxantina, lo que los convierte en una alternativa interesante para la formulación de productos con características energéticas.

Seguidamente, se llevó a cabo la prueba de discriminación triangular entre los 3 FCV evaluados (1, 3 y 6) para determinar el impacto de la operación de concentración a nivel sensorial, con un total de 9 panelistas semientrenados; los concentrados utilizados fueron enviados a un laboratorio de análisis microbiológico para evaluar las muestras en términos de Coliformes Totales, *E. Coli*, *Salmonella*, Aerobios Mesófilos, Mohos y Levaduras, verificando que eran aptas para el consumo (ver Apéndice C). En este sentido, se vio necesario realizar una prueba previa de preferencia, con el fin de establecer el protocolo de preparación de las muestras, ya que los concentrados no tienen ninguna formulación y no están destinados a ser consumidos directamente, por lo que se sugirió que sean diluidos antes de catarlos. Como resultado, se seleccionó una relación de 2/30 [ml concentrado/ml de solución] para un FCV de 3 y con base en esto se obtuvo el valor para el resto de los factores: 6/30 (FCV 1) y 1/30 (FCV 6), expresadas en ml concentrado/ml solución (ver Apéndice C).

El objetivo de una prueba triangular es verificar si el evaluador identifica diferencias sensoriales entre productos similares (Olivas-Gastélum, Nevárez-Moorillón y Gastélum-Franco, 2009). Los resultados de dicha prueba se presentan en la Figura 12. Según la Figura 12a, para la Sesión #1, se compararon dos muestras a FCV de 1, con una muestra a FCV de 3, y un 67% de los panelistas fue capaz de identificar la muestra diferente, argumentando que se percibía desigualdad entre los extractos (FCV 1) y los concentrados evaluados en esta sesión (FCV 3), concluyéndose que el perfil de sabor y aroma cambió considerablemente.

Así mismo, para la Sesión #2, nuevamente un 67% de los panelistas fue capaz de identificar la muestra que era diferente (ver Figura 12b), comentando que la naturaleza de este tipo de productos a base de pulpa de café sigue siendo perceptible a pesar del tratamiento térmico, pero con rasgos diferenciables, sobre todo por su aroma. Esto coincide con lo reportado por Adnan, Mushtaq & Islam (2018) para concentrados de fruta, en donde se menciona que, entre más se concentre el producto, menos se asemejará a su estado inicial, incluso si se diluye nuevamente a la concentración original, debido a cambios por degradación y transformación de compuestos.

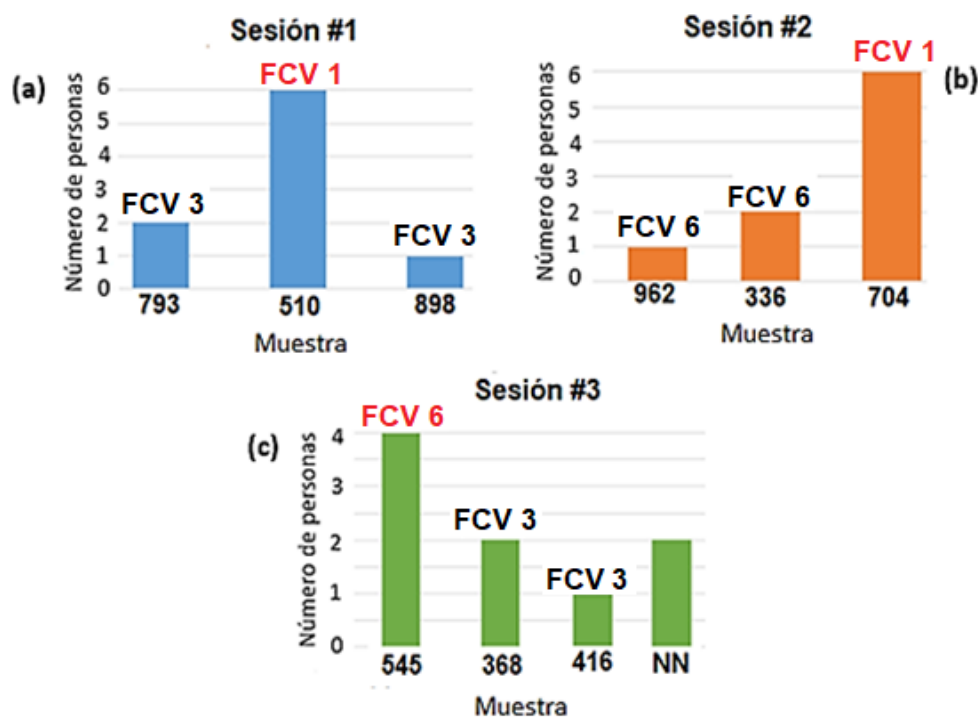


Figura 12. Resultados de prueba de discriminación triangular para las 3 sesiones realizadas. (NN corresponde a que no se encontraron diferencias).

Por otra parte, para la Sesión #3 (ver Figura 11c), donde se comparaban únicamente muestras concentradas, sólo un 45% de los panelistas logró distinguir la muestra diferente (545), e incluso un 22% indicó que no percibió diferencias significativas (NN), mencionando

que resultó muy difícil discriminar tratamientos. Sin embargo, hay que tener en cuenta que el panel que evaluó las muestras estuvo conformado por personas con un nivel de formación sensorial intermedia, y se requeriría de un entrenamiento más profundo para aumentar la sensibilidad. En ese sentido, se prefiere al FCV de 6 ya que permite la eliminación de un mayor contenido de agua, sin afectar considerablemente la calidad sensorial de los concentrados.

4. Conclusiones

Se implementaron mejoras al piloto de evaporación de película descendente del grupo CICTA/UIS. Dentro de los cambios se destaca la reducción en el espaciamiento entre los tubos que hacen parte del evaporador, desde 80 mm hasta 50,8 mm. Igualmente, fueron adaptadas uniones tipo T y válvulas de aguja que permiten desconectar los tanques de recolección y concentrado para recuperar su contenido, sin tener que detener el equipo durante su operación en vacío. Todo lo descrito anteriormente permitió mejorar la maniobra del piloto y garantizar una mayor tasa de evaporación (~ 2 L/h).

Las variables analizadas para ambos tratamientos térmicos (70°C y 90°C) reportaron resultados similares para los extractos concentrados a un factor de concentración volumétrica de 5. Dentro de los valores promedio obtenidos, se encuentran: contenido de polifenoles totales de $25,28 \pm 4,43$ mg EAG/g MS y una cantidad de metilxantinas de $2,79 \pm 0,15$ mg/ml, dentro de la cual, la cafeína reportó un valor de $1,87 \pm 0,13$ mg/ml. En términos de desempeño durante la operación, se encontró que la condición de 90°C facilitaba la formación de la película y una mayor estabilidad de ésta en el tiempo.

El seguimiento de las variables a lo largo de la concentración corroboró que las propiedades fisicoquímicas de los concentrados no son afectadas durante el proceso de

concentración, manteniendo la proporción de incremento con el FCV. La prueba de discriminación triangular permitió identificar que las propiedades organolépticas de los concentrados cambian con el proceso de concentración, sin embargo, entre un FCV de 3 y 6, no se identificaron diferencias considerables entre las muestras; prefiriéndose el FCV de 6 en términos de volúmenes a almacenar y valores mayores para las características fisicoquímicas evaluadas (Polifenoles: 6,63 mg EAG/ml; Metilxantinas: 3,97 mg/ml; °Brix: 10,8°).

5. Recomendaciones

Estudiar el escalamiento del proceso de concentración, con el fin de evaluar el efecto del tiempo de procesamiento sobre las propiedades tanto fisicoquímicas como organolépticas de los productos obtenidos, pues se espera una menor duración del proceso y un menor impacto sobre las mismas.

Evaluar la influencia de una etapa de tostión durante la preparación de extractos a base de pulpa de café destinados a ser concentrados y formulados, como alternativa de procesamiento.

Considerar nuevos rangos de temperaturas y pruebas de concentración a una presión más baja, tomando en cuenta que se trabajó con las condiciones de operación permitidas por el piloto de evaporación y los plazos fijados para el proyecto.

Analizar el material sobrante del proceso de extracción (borra) con el fin de aprovechar todo el residuo de la pulpa en la cadena de procesamiento, ya que se produce en grandes cantidades y puede tener un potencial económico, tal como alimentación animal.

Referencias bibliográficas

- Adnan, A., Mushtaq, M., Islam, T. ul. (2018). Fruit Juice Concentrates. En: *Fruit Juices: Extraction, Composition, Quality and Analysis* (pp. 217-240). doi:10.1016/b978-0-12-802230-6.00012-6
- Alhusseini, A. A., Chen, J. C. Transport Phenomena in Turbulent Falling Films. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 39(6), 2091-2100. doi: 10.1021/ie9906013
- Alves, R. C., Rodrigues, F., Nunes, M. A., Vinha, A. F., Oliveira, B. P. P. (2017). State of the art in coffee processing by-products. En C. M. Galanakis. (Ed.), *Handbook of Coffee Processing By-products* (pp. 1-26). Londres, Reino Unido: Academic Press
- Ameca, G. M., Cerrilla, M. E. O., Córdoba, P. Z., Cruz, A. D., Hernández, M. S., Haro, J. H. (2018). Chemical composition and antioxidant capacity of coffee pulp. *Ciência e Agrotecnologia*, 42(3), 307-313. doi: 10.1590/1413-70542018423000818
- American Stainless & Supply. *Pipes, Valves & Fittings. Reference Table Details: Stainless Steel Pipe Weights and Dimensions*. Recuperado de http://americanstainlessandsupply.com/pvf_reference_table_details.php?Stainless-Steel-Pipe-Weights-and-Dimensions-4
- Braham, J. E., Bressani, R. (1978). Composición química de la pulpa de café y otros subproductos. En: *Pulpa de café: Composición, Tecnología y Utilización*. Bogotá, Colombia: Centro Internacional de Investigaciones para el Desarrollo.
- Cáceres, S. A., Mora, S. A. (2017). *Evaluación del esquema “filtración con membrana/evaporación de película/secado por aspersión” como alternativa de tratamiento para la valorización de lactosuero ácido* (tesis de pregrado). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia.
- Cadena, T., Herrera, Y. M. (2008). *Evaluación del efecto del procesamiento del cacao sobre el contenido de polifenoles y su actividad antioxidante* (tesis de pregrado). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia.
- Café Virtuoso. *FAQS*. Recuperado de: <http://cafevirtuoso.com/faqs/>

- Castillo, E., Martínez, I. (2015). Formas de administración de plantas medicinales. En: *Manual de fitoterapia*. Madrid, España: Elsevier.
- Cheremisinoff, N. P. (2000). Evaporating and Drying Equipment. En: *Handbook of Chemical Processing Equipment*. Woburn, Estados Unidos: Butterworth-Heinemann.
- Collier, J. G. (1991). Evaporators. En M. Cumo., A. Naviglio. (Eds.), *Thermal Hydraulic Design of Components for Steam Generation Plants* (pp. 1-27). Boca Raton, Estados Unidos: CRC Press.
- Crowley, M. M. (2006). Solutions, emulsions, suspensions and extracts. En D. B. Troy., P. Beringer. (Eds.), *Remington: The Science and Practice of Pharmacy*. Filadelfia, Estados Unidos: Lippincott Williams & Wilkins.
- Días, A. T. (2011). *Pulpa de café (Coffea arabica L): como fuente alternativa de antioxidantes* (tesis de pregrado). Universidad Técnica Particular de Loja, Loja, Ecuador.
- Duangjai A, Suphrom N, Wungrath J, Ontawong A, Nuengchamnong N, Yosboonruang A. (2016). Comparison of antioxidant, antimicrobial activities and chemical profiles of three coffee (*Coffea arabica* L.) pulp aqueous extracts. *Integrative Medicine Research*, 5(4), 324-331. doi: 10.1016/j.imr.2016.09.001
- Esquivel, P., Jiménez, V. M. (2012). Functional properties of coffee and coffee by-products. *Food Research International*, 46(2), 488-495. doi: 10.1016/j.foodres.2011.05.028
- Fierro-Cabrales, N., Contreras-Oliva, A., González-Ríos, O., Rosas-Mendoza, E. S., Morales-Ramos, V. (2018). Caracterización química y nutrimental de la pulpa de café (*Coffea arabica* L.). *Agroproductividad*, 11(4), 9-13.
- Gaedcke, F., Steinhoff, B., Blasius, H. (2003). Quality assurance of herbal medicinal products. En: *Herbal Medicinal Products*. Stuttgart, Alemania: CRC Press.
- González, E., Díaz, W. A., & Algecira, N. A. (2016). Evaluación del desarrollo de un *snack* a partir de la piel y la pulpa el café. *Agronomía Colombiana*, 34(1Supl), S570-S572. doi: 10.15446/agron.colomb.v34n1supl.58381

- Graci S. (2001). Chocolate and Coffee Revisited. En: *The Food Connection: The Right Food at the Right Time*. Mississauga, Canadá: John Wiley & Sons Ltd.
- Heeger, A., Cagnazzo, A. K., Cantergiani, E., Andlauer, W. (2017). Bioactives of coffee cherry pulp and its utilization for production of Cascara beverage. *Food Chemistry*, 221, 969-975. doi: 10.1016/j.foodchem.2016.11.067
- Hernández, I., Vergel, A. (2018). *Estudio técnico de la producción de infusiones a partir de la pulpa de café producida por el clúster "Café de Santander" como estrategia de valorización* (tesis de pregrado). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia.
- ICO. (2019). *Total production by all exporting countries*. Recuperado de <http://www.ico.org/prices/po-production.pdf>
- Janissen, B., Huynh, T. (2018). Chemical composition and value-adding applications of coffee industry by-products: A review. *Resources, Conservation and Recycling*, 128, 110–117. doi: 10.1016/j.resconrec.2017.10.001
- Jeantet, R., Floury, J. (2016). Inhibition of Food Modifying Agents. En R. Jeantet., T. Croguennec., P. Schuck., G. Brulé. (Eds.), *Handbook of Food Science and Technology 2: Food Process Engineering and Packaging* (pp. 35-110). Londres, Reino Unido: ISTE Ltda.
- Kumar, P., Shrotriya, P., Singh, V. Falling-Film Evaporation on Vertical Tubes-a Critical Review. (2015). *Journal of Material Science and Mechanical Engineering*, 2(6), 62-67. ISSN: 2393-9109.
- Lewis, M. J. (1996). Pressure-activated membrane processes. En A. S. Grandison, M. J. Lewis. (Eds.), *Separation Processes in the Food and Biotechnology Industries*. Abington, Reino Unido: Woodhead Publishing Ltd.
- Londoño, L., Ramírez-Toro, C., Ruiz, H. A., Ascacio, J. A., Rodríguez, R., Aguilar, C. N. (2016). Caracterización del sorgo y pulpa de café (*Coffea arabica*) como sustrato en fermentación en estado sólido. *Agronomía Colombiana*, 34(1Supl.), S1156-S1158. doi: 10.15446/agron.colomb.v34n1supl.58331.

- Manzocco, L., Calligaris, S., Anese, M., Nicoli, M. C. (2016). The Stability and Shelf Life of Coffee Products. En P. Subramaniam., P. Wareing. (Eds.), *The Stability and Shelf Life of Food* (pp. 375-395). Cambridge, Reino Unido: Woodhead Publishing Ltd.
- Muñoz, C. J., Solano, R. J. (2014). *Construcción e implementación de un piloto laboratorio de evaporación de película descendente* (tesis de pregrado). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia.
- Murthy, P. S., Naidu, M. M. (2012). Sustainable management of coffee industry by-products and value addition - A review. *Resources, Conservation and Recycling*, 66, 45–58. doi: 10.1016/j.resconrec.2012.06.005
- Narváez-Romo, B., Simões-Moreira, J. R. (2013). Falling Film Evaporation: An Overview. *22nd International Congress of Mechanical Engineering–COBEM*. pp. 4957-4967. ISSN 2176-5480.
- Niseteo, T., Komes, D., Belščak-Cvitanović, A., Horžić, D., Budeč, M. (2012). Bioactive composition and antioxidant potential of different commonly consumed coffee brews affected by their preparation technique and milk addition. *Food Chemistry*, 134(4), 1870–1877. doi: 10.1016/j.foodchem.2012.03.095
- Olivas-Gastélum, R., Nevárez-Moorillón, G. V., Gastélum-Franco, M. G. (2009). Las pruebas de diferencia en el análisis sensorial de los alimentos. *Tecnociencia Chihuahua*, 3(1), 1-7.
- Oliveira, L. S., Franca, A. S. (2015). An Overview of the Potential Uses for Coffee Husks. En V. R. Preedy. (Ed.), *Coffee in Health and Disease Prevention* (pp. 283-291). Londres, Reino Unido: Academic Press. doi: 10.1016/b978-0-12-409517-5.00031-0
- Orozco, F. J. (1986). Especies y variedades de café. En: *Descripción de especies y variedades de café*. Manizales, Colombia: Cenicafé.
- Pandey, A., Soccol, C. R., Nigam, P., Brand, D., Mohan, R., Roussos, S. (2000). Biotechnological potential of coffee pulp and coffee husk for bioprocesses. *Biochemical Engineering Journal*, 6(2), 153-162. doi: 10.1016/s1369-703x(00)00084-x

- Paramalingam, S. (2004). *Modelling, optimisation and control of a falling-film evaporator* (tesis de doctorado). Massey University, Nueva Zelanda.
- Patra, D., Ramalakshmi, K., Mohan, L. J. (2011). Recent trends in coffee. En L. J. Mohan. (Ed.), *Recent Trends in Soft Beverages* (pp. 1-55). Nueva Delhi, India: CRC Press.
- Peña-Martínez, P. A., Ramírez-Saldarriaga, N. A., Rúa, M. Y. (2016). Elaboración de bebida carbonatada a base de pulpa y cisco de café arábica (*Coffea arabica* L.). *Agronomía Colombiana*, 34(1Supl), S1175-S1177. doi: 10.15446/agron.colomb.v34n1supl.58350
- Plank, D. W., Szpylka, J., Sapirstein, H., Woollard, D., Zapf, C. M., Lee, V., ... Baugh, S. (2012). Determination of Antioxidant Activity in Foods and Beverages by Reaction with 2,2'-Diphenyl-1-Picrylhydrazyl (DPPH): Collaborative Study First Action 2012.04. *Journal of AOAC International*, 95(6), 1562–1569. doi:10.5740/jaoacint.cs2012_04
- Ramírez, A., Jaramillo, J. C. (2017). Method for obtaining coffee honey and/or meal from the pulp or husks and the mucilage of the coffee bean. *EE. UU. Patente N°. 9,635,877*. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Ramírez, A., Jaramillo, J. C. (2017). Method for obtaining coffee honey and/or meal from the pulp or husks and the mucilage of the coffee bean. *EE. UU. Patente N°. 9,635,877*. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Ramírez-Aristizabal, L. S., Ortiz, A., Restrepo-Aristizabal, M. F., Salinas-Villada, J. F. (2017). Comparative study of the antioxidant capacity in green tea by extraction at different temperatures of four brands sold in Colombia. *Vitae*, 24(2), 132-145. doi: 10.17533/udea.vitae.v24n1a06
- Ribeiro, D., Rodríguez, N., Zambrano, D. A., López-Núñez, J. C. (2015). Management and utilization of wastes from coffee processing. En R. F. Schwan., G. H. Fleet. (Eds.), *Cocoa and Coffee Fermentations* (pp. 545-593). Estados Unidos: CRC Press.
- Risner, C. H. (2008). Simultaneous Determination of Theobromine, Catechin, Caffeine, and Epicatechin in Standard Reference Material Baking Chocolate 2384, Cocoa, Cocoa

- Beans, and Cocoa Butter. *Journal of Chromatographic Science*, 46(10), 892-899. doi:10.1093/chromsci/46.10.892
- Rodríguez, N., Zambrano, D. A. (2010). *Avances Técnicos No. 393: Los subproductos del café: fuente de energía renovable*. Manizales, Colombia: Cenicafé.
- Roussos, S., de los Angeles Aquíahuatl, M., del Refugio Trejo-Hernández, M., Gaime Perraud, I., Favela, E., Ramakrishna, M., ... Viniegra-González, G. (1995). Biotechnological management of coffee pulp-isolation, screening, characterization, selection of caffeine-degrading fungi and natural microflora present in coffee pulp and husk. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 42(5), 756-762. doi: 10.1007/bf00171958
- Saravacos G. D, Kostaropoulos A. E. (2016). Food Evaporation Equipment. En G. V. Barbosa-Cánovas. (Ed.), *Handbook of Food Processing Equipment* (pp. 331-364). Cham, Suiza: Springer.
- Selsick, H. (2018). Insomnia Assessment. En: *Sleep Disorders in Psychiatric Patients: A Practical Guide*. Londres, Reino Unido: Springer.
- Singh, J. (2008). Maceration, Percolation and Infusion Techniques for the Extraction of Medicinal and Aromatic Plants. En S. H. Sukhdev., P. S. K. Suman., L. Gennaro., D. R. Dev. (Eds.), *Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants*. Trieste, Italia: ICS UNIDO.
- Stratil, P., Kuban, V., Fojtova, J. (2008). Comparison of the phenolic content and total antioxidant activity in wines as determined by spectrophotometric methods. *Czech Journal of Food Sciences*, 26(4), 242-253. doi: 10.17221/1119-CJFS
- Trevisse, J. A., Zapata, Y. T. (2018). *Evaluación de la influencia de las variables de operación para la obtención de extractos clarificados y decolorados empleando como materia prima pulpa de café secada* (tesis de pregrado). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia.

- Valenzuela, M. A. (2010). *Desarrollo y evaluación física, química y sensorial de un jarabe de sacarosa con pulpa de café saborizado (Coffea arabica)* (tesis de pregrado). Universidad Zamorano, Zamorano, Honduras.
- Velissariou, M., Laudano, R. J., Edwards, P. M., Stimpson, S. M., Jeffries R. L. (2010). Beverage derived from the extract of coffee cherry husks and coffee cherry pulp. *EE. UU. Patente N°. 7,833,560*. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Volf, I., Ignat, I., Neamtu, M., Popa, V. (2014). Thermal stability, antioxidant activity, and photo-oxidation of natural polyphenols. *Chemical Papers*, 68(1). doi:10.2478/s11696-013-0417-6
- Weinberg, B. A., Bealer, B. K. (2002). Appendix B. Supplementary Tables. En: *The world of caffeine: the science and culture of the world's most popular drug*. Nueva York, Estado Unidos: Routledge.
- Weise, F., Scholl, S. (2007). Evaporation of pure liquids with increased viscosity in a falling film evaporator. *Heat and Mass Transfer*, 45(7), 1037-1046. doi: 10.1007/s00231-007-0317-9

Apéndices

Apéndice A. *Cálculo del espesor de la carcasa*

El siguiente procedimiento se realizó con base en la norma ASME B31.1 (2012) sección 104.1.2 para acero AISI 304L. Para calcular el valor de espesor de pared mínimo requerido (t_m) se tiene:

$$t_m = \frac{PD_0}{2(SE + PY)} + CA \quad (1)$$

- P : Presión manométrica de diseño [psig]
- D_0 : Diámetro externo [in]
- S : Material Allowable Stress [psi]
- E : Factor de calidad
- Y : Factor de corrección del espesor
- CA : Corrosion Allowance
- t_m : espesor mínimo requerido [in]

Así mismo, para el espesor teórico requerido (t_{nom}) se tiene que:

$$t_{nom} = \frac{t_m}{0,875} \quad (2)$$

Condiciones de diseño:

- **Temperatura máxima:** 120°C (248°F)
- **Presión manométrica máxima:** 113 mbar o 1,64 psig (para 900 mbar de presión absoluta)
- **Diámetro de la carcasa:** 2" (50,8 mm) (referencia comercial)
- **Tipo de material:** SS304
- **Corrosion Allowance (CA):** 0,03125" (valor usual asumido para aceros inoxidables)

- la Tabla A-3 para Aceros inoxidables:

Maximum Allowable Stress Values in Tension, ksi, for Metal Temperature, °F, Not Exceeding

20.0	16.7	15.0	13.8	12.9	12.3	12.0	11.7	11.5	11.2	11.0	10.8	10.6	10.4	10.1	9.8	7.7	6.1	TP304	A213
20.0	20.0	18.9	18.3	17.5	16.6	16.2	15.8	15.5	15.2	14.9	14.6	14.3	14.0	12.4	9.8	7.7	6.1	TP304	
20.0	16.7	15.0	13.8	12.9	12.3	12.0	11.7	11.5	11.2	11.0	10.8	10.6	10.4	10.1	9.8	7.7	6.1	TP304H	
20.0	20.0	18.9	18.3	17.5	16.6	16.2	15.8	15.5	15.2	14.9	14.6	14.3	14.0	12.4	9.8	7.7	6.1	TP304H	
16.7	14.3	12.8	11.7	10.9	10.4	10.2	10.0	9.8	9.7	...	...	...	...	...	...	...	...	TP304L	A213
16.7	16.7	16.7	15.8	14.7	14.0	13.7	13.5	13.3	13.0	...	...	...	...	...	...	...	...	TP304L	
22.9	19.1	16.7	15.1	14.0	13.3	13.0	12.8	12.5	12.3	12.1	11.8	11.6	11.3	11.0	9.8	7.7	6.1	TP304N	
22.9	22.9	21.7	20.3	18.9	17.9	17.5	17.2	16.9	16.6	16.3	16.0	15.6	15.2	12.4	9.8	7.7	6.1	TP304N	

- Igualmente, de la misma tabla, se extrae el valor de E :

Table A-3 Stainless Steels (Cont'd)

Seamless Pipe and Tube (Cont'd)									
Austenitic (Cont'd)									
A312	TP304L	...	S30403	18Cr-8Ni	8	(1)	70	25	1.00
	TP304L	...	S30403	18Cr-8Ni	8	(1)(9)	70	25	1.00
	TP304N	...	S30451	18Cr-8Ni-N	8	(10)	80	35	1.00
	TP304N	...	S30451	18Cr-8Ni-N	8	(9)(10)	80	35	1.00

- 104.1.2(A):

Table 104.1.2(A) Values of y

[illegible]

Entonces, reemplazando en (1):

$$t_m = \frac{(1,64 \text{ psig} * 2 \text{ in})}{2[(16700 \text{ psi} * 1,00) + (1,64 \text{ psig} * 0,4)]} + 0,03125 \text{ in}$$

$$t_m \approx 0,03135 \text{ in}$$

Ahora, aplicando la Ecuación (2):

$$t_{nom} = \frac{0,03135 \text{ in}}{0,875} \approx 0,036 \text{ in} \approx 0,914 \text{ mm}$$

Con relación al espaciamiento entre tubos, se eligió el valor mínimo que puede alcanzarse con referencias comerciales para tubos de acero inoxidable y que corresponden a 1½” y 2” (American Stainless & Supply, s.f.; PSP, s.f.). Así mismo, para equipos de evaporación de película descendente al vacío se reportan espesores de película que generalmente oscilan entre 0,1 a 2 mm (Weisse & Scholl, 2007; Kumar, Shrotriya & Singh, 2015; Jeantet & Floury, 2016). Sin embargo, se encuentra que dicho espesor también depende de las condiciones de temperatura y presión empleadas, así como del régimen de flujo alcanzado (Alhusseini & Chen, 2000).

Apéndice B. *Análisis de Varianza de la Etapa 2*

Se realizó un análisis de varianza ANOVA de un solo factor (temperatura), comparando las medias entre tratamientos (70°C y 90°C) de las variables de mayor interés (polifenoles totales, capacidad antioxidante y contenido de cafeína) para los concentrados obtenidos, mediante una prueba de Tukey (con un valor $p < 0,05$), empleando la herramienta Minitab 18:

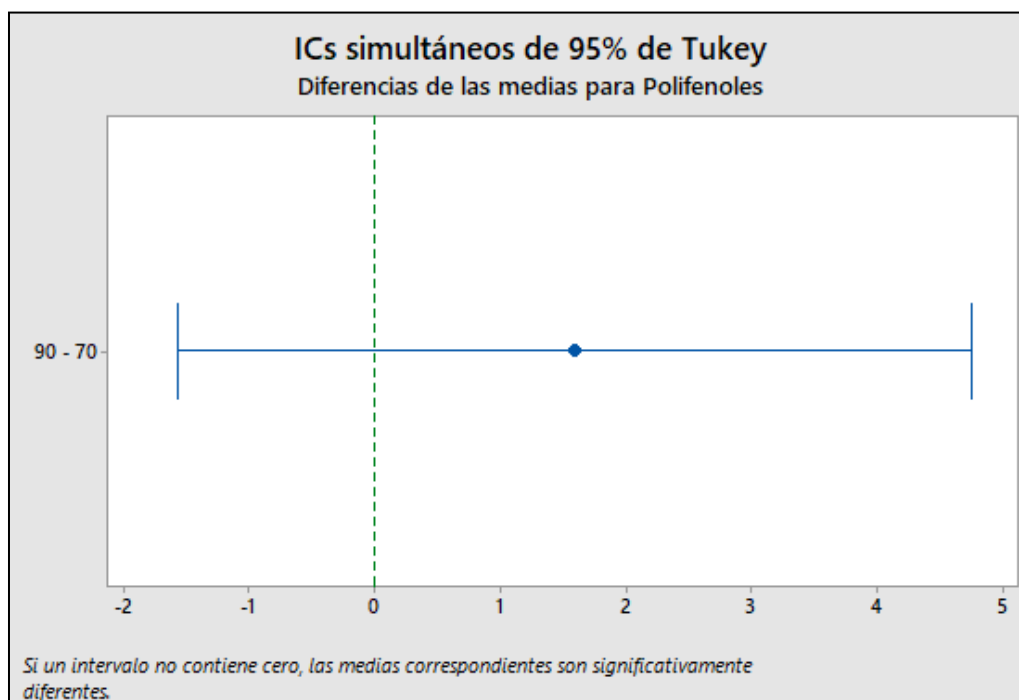
Información del factor		
Factor	Niveles	Valores
Temperatura	2	70; 90
Nivel de significancia $\alpha = 0,05$		
Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.		



Minitab® 18

1. Para polifenoles totales:

Análisis de Varianza					
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Temperatura	1	5,040	5,040	1,51	0,265
Error	6	19,991	3,332		
Total	7	25,032			

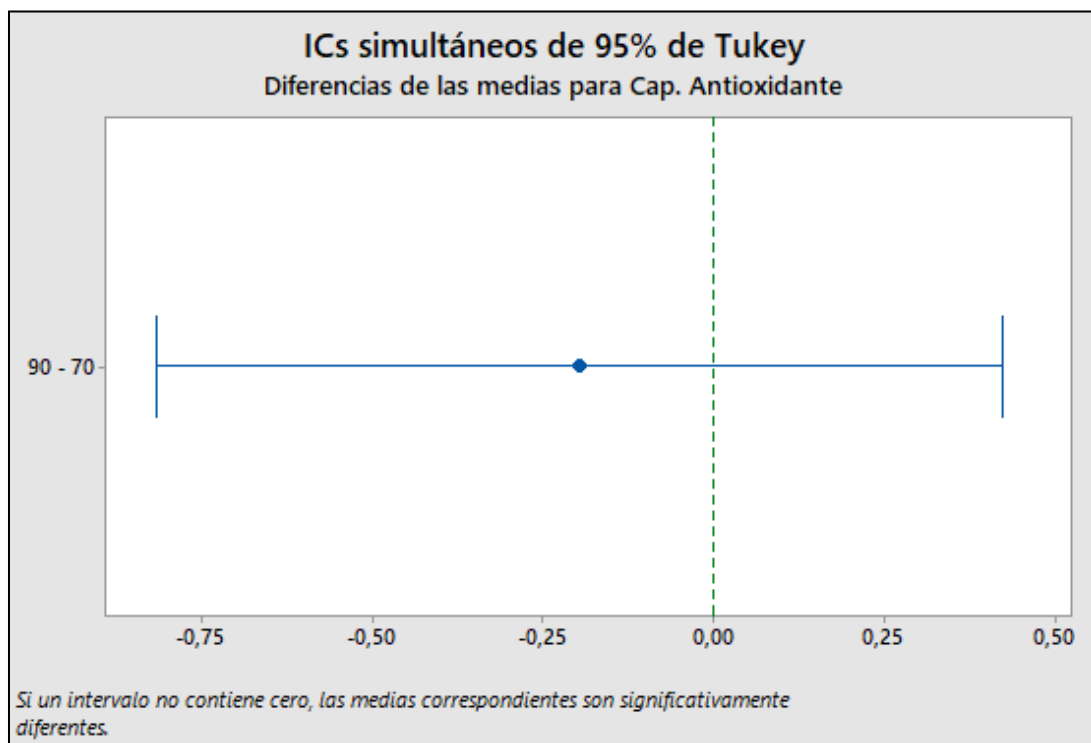


NOTA: Se encuentra que no hay diferencias significativas entre tratamientos, pues:

- El *p value* es mayor al valor de significancia asumido ($p > \alpha$)
- El intervalo de confianza encontrado incluye el valor de cero.

2. Para capacidad antioxidante:

Análisis de Varianza					
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Temperatura	1	0,07801	0,07801	0,61	0,465
Error	6	0,76778	0,12796		
Total	7	0,84579			

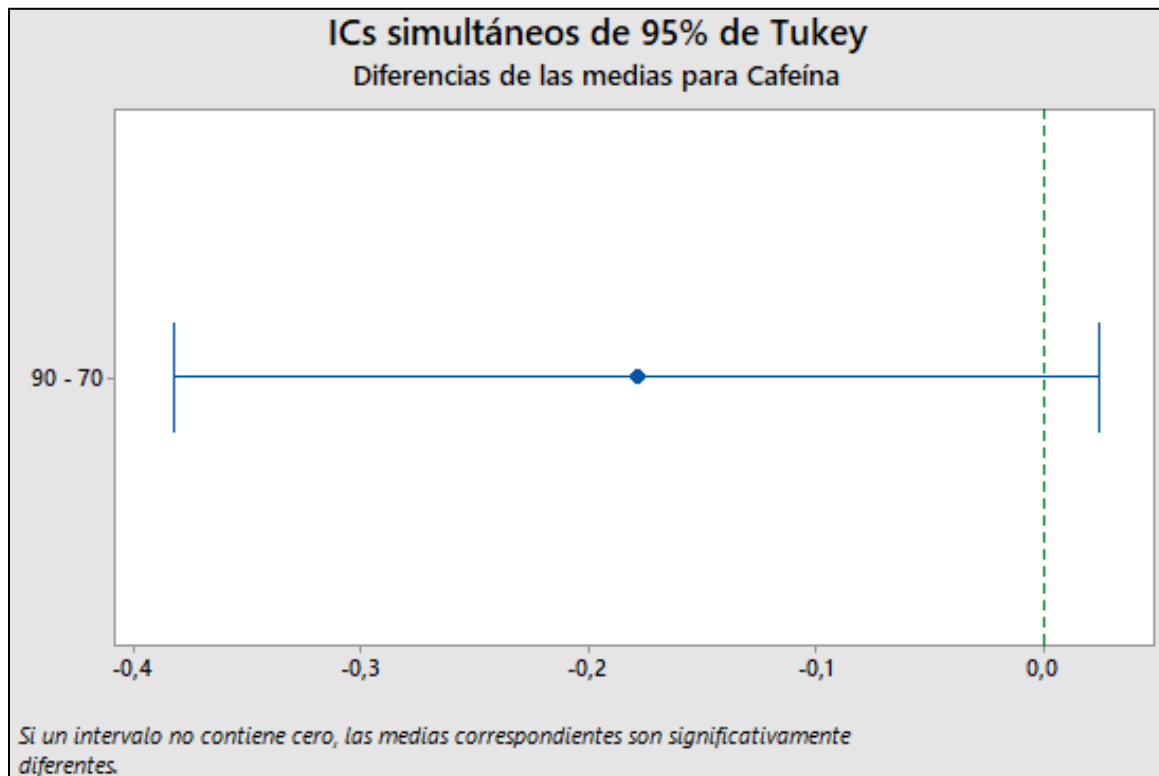


NOTA: Se encuentra que no hay diferencias significativas entre tratamientos, pues:

- El *p value* es mayor al valor de significancia asumido ($p > \alpha$)
- El intervalo de confianza encontrado incluye el valor de cero.

3. Para cafeína:

Análisis de Varianza					
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Temperatura	1	0,06408	0,06408	4,63	0,075
Error	6	0,08302	0,01384		
Total	7	0,14711			



NOTA: Se encuentra que no hay diferencias significativas entre tratamientos, pues:

- El *p value* es mayor al valor de significancia asumido ($p > \alpha$)
- El intervalo de confianza encontrado incluye el valor de cero.

Apéndice C. Resultados análisis sensorial y microbiológico

C.1. Prueba de preferencia:

Descripción de las muestras:

Se prepararon 3 tipos de muestras (identificadas con los códigos 214, 492 y 837), todas pertenecientes a un Factor de Concentración Volumétrica (FCV) de 3, pero llevadas a diferentes niveles de dilución:

Tabla C.1.
Relaciones de dilución

No. De muestra	[ml concentrado/ml sln]
Muestra 214	2/30
Muestra 492	1,5/30
Muestra 837	1/30

Nota. El primer valor se eligió con base en productos comerciales como los *Cold Brew Coffee Concentrates*.

Se analizó el color, olor y sabor con valores del 1 al 5 (*no atractivo* para 1, y *bastante atractivo* para 5) con ayuda de 8 panelistas. Los resultados se presentan a continuación:

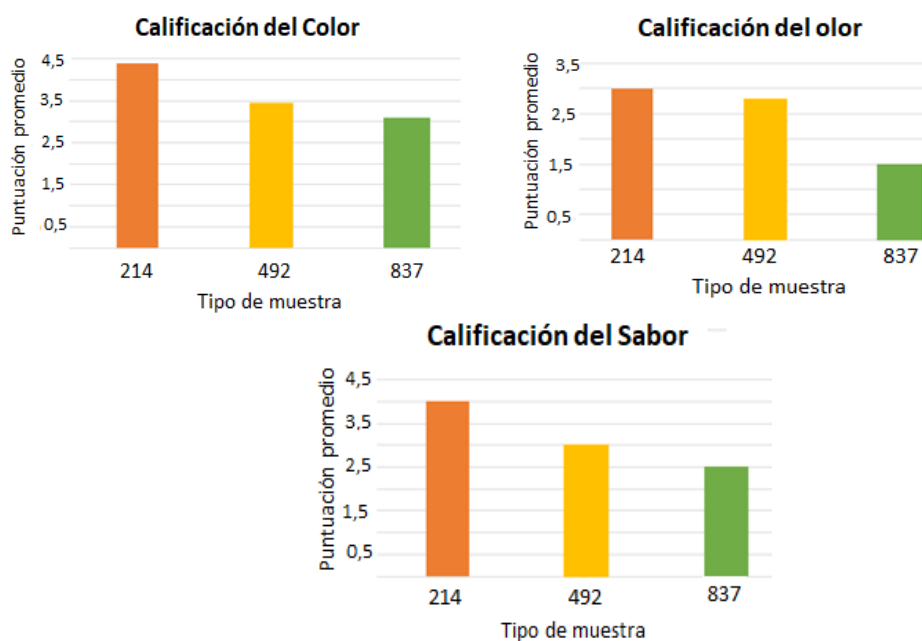


Figura C.1. Resultados prueba de preferencia.

C.2. Formato de prueba triangular:

PRUEBA DE DISCRIMINACIÓN TRIANGULAR

NOMBRE DEL EVALUADOR: _____ **FECHA:** _____

Instrucciones:

1. Por favor, enjuague su boca con agua antes de empezar la prueba; y entre muestra y muestra tome agua.
2. Frente a usted hay tres muestras de concentrados a base de pulpa de café, dos de ellas son iguales y una diferente.

Pruebe cada muestra, de izquierda a derecha, y **marque con una X** la muestra que considere diferente:

No. DE MUESTRA	MUESTRA DIFERENTE
214	
492	
837	

3. Identifique por qué es diferente la muestra que escogió, marcando con una X la (s) opción (nes) que considere y justifique su respuesta.

		Justificación
OLOR		
SABOR		
OTRO		

OBSERVACIONES:

¡MUCHAS GRACIAS!

C.3. Análisis microbiológicos (Etapa 3):

a. Para los extractos (FCV 1):

Código: CA-FR-19
Versión: 0.1
Fecha: 04/01/2019
Página 1 de 1

**INFORME DE
ENSAYO**



	CÓDIGO DE LA MUESTRA N°	1900928
SOLICITANTE	LABORATORIO DE ALIMENTOS CICTA	
TIPO DE MUESTRA	Alimento	
DESCRIPCION DE LA MUESTRA	Extracto pulpa de café	
RESPONSABLE TOMA DE MUESTRA	Solicitante	Plan de muestreo N° No aplica
MOTIVO DEL ENSAYO	Control de Calidad	
FECHA DE TOMA DE MUESTRA	02 de febrero de 2019	
FECHA RECEPCION DE LA MUESTRA	02 de febrero de 2019	
FECHA DE EMISION DEL INFORME	07 de febrero de 2019	

ANÁLISIS MICROBIOLÓGICO

PARÁMETRO	RESULTADO	LÍMITE PERMITIDO	DECLARACION	MÉTODO	PERIODO DE ANALISIS
Recuento de Aerobios Mesófilos	120 UFC/g	---	---	ISO 4833	02 - 04 de febrero /19
Recuento de Coliformes Totales	<3 NMP/g	---	---	NTC 4516	02 - 04 de febrero /19
Recuento de <i>Escherichia coli</i>	<3 NMP/g	---	---	NTC 4832	02 - 04 de febrero /19
Detección de <i>Salmonella</i> sp. / 25g	Ausencia	---	---	ISO 6579 MOD	02 - 06 de febrero /19
Recuento de Mohos y Levaduras	<10 UFC/g	---	---	ICMSF 22°	02 - 06 de febrero /19

La muestra ha sido suministrada por el cliente.

b. Para FCV de 3:

Código: CA-FR-19
Versión: 0.1
Fecha: 04/01/2019
Página 1 de 1

**INFORME DE
ENSAYO**



	CÓDIGO DE LA MUESTRA N°	1901285
SOLICITANTE	LABORATORIO DE ALIMENTOS CICTA	
TIPO DE MUESTRA	Alimento	
DESCRIPCION DE LA MUESTRA	Extracto pulpa de café	
RESPONSABLE TOMA DE MUESTRA	Solicitante	Plan de muestreo N° No aplica
MOTIVO DEL ENSAYO	Control de Calidad	
FECHA DE TOMA DE MUESTRA	14 de febrero de 2019	
FECHA RECEPCION DE LA MUESTRA	14 de febrero de 2019	
FECHA DE EMISION DEL INFORME	20 de febrero de 2019	

ANÁLISIS MICROBIOLÓGICO

PARÁMETRO	RESULTADO	LÍMITE PERMITIDO	DECLARACION	MÉTODO	PERIODO DE ANALISIS
Recuento de Aerobios Mesófilos	140 UFC/g	---	---	ISO 4833	14 - 16 de febrero /19
Recuento de Coliformes Totales	<3 NMP/g	---	---	NTC 4516	14 - 16 de febrero /19
Recuento de <i>Escherichia coli</i>	<3 NMP/g	---	---	NTC 4832	14 - 16 de febrero /19
Detección de <i>Salmonella</i> sp. / 25g	Ausencia	---	---	ISO 6579 MOD	14 - 19 de febrero /19
Recuento de Mohos y Levaduras	<10 UFC/g	---	---	ICMSF 22°	14 - 19 de febrero /19

La muestra ha sido suministrada por el cliente.

c. Para FCV de 6:

Código: CA-FR-19
Versión: 0.1
Fecha: 04/01/2019
Página 1 de 1

**INFORME DE
ENSAYO**

	CÓDIGO DE LA MUESTRA N°		1901343
SOLICITANTE	LABORATORIO DE ALIMENTOS CICTA		
TIPO DE MUESTRA	Alimento		
DESCRIPCION DE LA MUESTRA	Muestra de café – Formulación 3		
RESPONSABLE TOMA DE MUESTRA	Solicitante	Plan de muestreo N°	No aplica
MOTIVO DEL ENSAYO	Control de Calidad		
FECHA DE TOMA DE MUESTRA	14 de febrero de 2019		
FECHA RECEPCION DE LA MUESTRA	14 de febrero de 2019		
FECHA DE EMISION DEL INFORME	20 de febrero de 2019		

ANÁLISIS MICROBIOLÓGICO

PARÁMETRO	RESULTADO	LÍMITE PERMITIDO	DECLARACION	MÉTODO	PERIODO DE ANALISIS
Recuento de Aerobios Mesófilos	1420 UFC/g	---	---	ISO 4833	14 - 15 de febrero /19
Recuento de Coliformes Totales	<3 NMP/g	---	---	NTC 4516	14 - 15 de febrero /19
Recuento de <i>Escherichia coli</i>	<3 NMP/g	---	---	NTC 4832	14 - 15 de febrero /19
Detección de <i>Salmonella</i> sp. / 25g	Ausencia	---	---	ISO 6579 MOD	14 - 19 de febrero /19
Recuento de Mohos y Levaduras	20 UFC/g	---	---	ICMSF 22°	14 - 19 de febrero /19

La muestra ha sido suministrada por el cliente.