

**EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACION DE ACEITE DE CAFÉ (*Coffea arábica*)
A PARTIR GRANO TOSTADO CON CO₂ SUPERCRÍTICO**

DANIELA JHAZMÍN DORADO ACHICANOY

**UNIVERSIDAD DE NARIÑO
FACULTAD DE INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL
PROGRAMA DE INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL
SAN JUAN DE PASTO
2013**

**EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ACEITE DE CAFÉ (*Coffea arabica*)
A PARTIR GRANO TOSTADO CON CO₂ SUPERCRÍTICO**

DANIELA JHAZMÍN DORADO ACHICANOY

**Trabajo de grado en la modalidad de Investigación presentado como
requisito parcial para optar al título de Ingeniera Agroindustrial**

Director:

**Ph. D. Andrés Mauricio Hurtado Benavides
Decano Facultad de Ingeniería Agroindustrial**

**UNIVERSIDAD DE NARIÑO
FACULTAD DE INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL
PROGRAMA DE INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL
SAN JUAN DE PASTO
2013**

NOTA DE RESPONSABILIDAD

“Las ideas y conclusiones aportadas en el trabajo de grado, son responsabilidad exclusiva de los autores”

Artículo 1 del Acuerdo N° 324 de Octubre 11 de 1966 emanada del honorable Consejo Directivo de la Universidad de Nariño

Nota de aceptación

Director de Tesis

Jurado A.

Jurado B.

San Juan de Pasto, Noviembre de 2013

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a:

La Vicerrectoría de Investigación, Posgrados y Relaciones Internacionales (VIPRI) por la financiación de este trabajo

A mi Director Ph. D. Andrés Hurtado Benavides por su valiosa asesoría desde la formulación hasta la ejecución del presente trabajo de grado

Al Grupo de Investigación Tecnologías Emergentes en Agroindustria (TEA) en cabeza de su director el Ph.D. Oswaldo Osorio por el apoyo prestado en el desarrollo de esta investigación.

MSc. Diego Mejía España, por sus correcciones y aportes al trabajo de grado.

Al personal de Laboratorios Especializados: Químicos: Juan Pablo Jiménez y David Arturo, por su colaboración y asistencia en esta investigación

A todas las personas, compañeros y amigos que de alguna u otra manera me apoyaron en la realización del presente trabajo. Muchas Gracias a todos

DEDICATORIA

La finalización de esta hermosa etapa de mi vida la quiero dedicar a Dios por su respaldo en cada paso que he dado, por cada oportunidad otorgada para ser mejor cada día y por su amor inmensurable, fuente de mi fortaleza ante las dificultades y motivo para vivir de tal manera que valga la pena todo lo que Él ha hecho por mí. A Dios, dedico esté y los triunfos que vendrán.

A mis padres Servio Tulio Dorado y Doris Achicanoy por su apoyo incondicional, su cariño, comprensión y oportuno consejo para enfrentarme con valentía a los retos que trae la vida.

A mi hermana Jimena Dorado por su apoyo constante, por estar ahí siempre que lo necesité, gracias por su cariño y sobre todo su amistad.

A todos los miembros de mi familia por el amor que siempre me han brindado, el cual ha sido el motor de mi vida a trabajar con perseverancia para alcanzar este sueño.

A mis compañeros Janeth, Cristian y Camilo por todos los momentos vividos, que hicieron de mi estancia en la universidad una experiencia inolvidable, llena de alegría, y a quienes recordaré como “mis amigos” esperando siempre que Dios los bendiga y los llene de triunfos.

Y A mis profesores, por valiosa enseñanza y apoyo en mi formación profesional formación profesional.

CONTENIDO

| | Pág. |
|--|------|
| INTRODUCCIÓN | 23 |
| 1. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA | 25 |
| 1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA Y JUSTIFICACIÓN..... | 25 |
| 2. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE | 29 |
| 2.1. EL CAFÉ DE NARIÑO | 29 |
| 2.1.1. Especie <i>Coffea arábica</i> | 30 |
| 2.2. COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL CAFÉ | 31 |
| 2.2.1. Ácidos grasos. | 32 |
| 2.2.2. Compuestos volátiles del café. | 35 |
| 2.2.2.1. Pirazinas | 36 |
| 2.2.2.2. Piridinas: | 36 |
| 2.2.2.3. Pirroles..... | 36 |
| 2.2.2.4. Furanos:..... | 36 |
| 2.2.2.5. Compuestos fenólicos..... | 30 |
| 2.3. ACEITE DE CAFÉ..... | 37 |
| 2.3.1. Técnicas de Extracción. | 38 |
| 2.3.1.1. Fluidos Supercríticos..... | 38 |
| 2.3.1.2. Extracción con solventes volátiles..... | 40 |
| 2.3.1.3. Extrusión y Presado. | 41 |
| 2.3.2. Técnicas de Análisis | 41 |
| 2.3.2.1. Cromatografía de Gases (GC) | 42 |
| 2.3.2.2. Microextracción en fase solida (SPME) | 42 |
| 2.3.2.3. Análisis Sensorial de Café | 44 |
| 2.4. APLICACIONES INDUSTRIALES DEL ACEITE DE CAFÉ DE GRANO TOSTADO..... | 48 |
| 3. OBJETIVOS..... | 51 |
| 3.1. OBJETIVO GENERAL | 51 |

| | | |
|--------|--|----|
| 3.2. | OBJETIVOS ESPECÍFICOS | 51 |
| 4. | METODOLOGÍA | 52 |
| 4.1. | OBTENCIÓN DEL CAFÉ | 52 |
| 4.1.1. | Determinación análisis químico proximal del café tostado y molido. | 52 |
| 4.1.2. | Determinación del tamaño promedio de partícula. | 53 |
| 4.2. | EXTRACCION DE ACEITE DE CAFÉ TOSTADO Y MOLIDO CON CO ₂ -SUPERCRÍTICO | 54 |
| 4.3. | EXTRACCIÓN SOXHLET DE ACEITE DE CAFÉ DE GRANO TOSTADO Y MOLIDO. | 56 |
| 4.4. | DETERMINACIÓN DEL RENDIMIENTO DEL ACEITE DE CAFÉ..... | 57 |
| 4.5. | ANÁLISIS CROMATOGRÁFICOS | 57 |
| 4.5.1 | Extracción de los metil ésteres de los ácidos grasos (FAME) | 57 |
| 4.5.2 | Cromatografía de gases acoplada a un detector de ionización en llama (GC-FID). | 51 |
| 4.5.3 | Cromatografía de gases acoplada a un detector selectivo de masas (GC-MS)..... | 52 |
| 4.6. | ANÁLISIS DEL AROMA POR MICROEXTRACCION EN FASE SÓLIDA (HS-SPME) | 59 |
| 4.6.1. | Análisis por HS-SPME y GC-FID: | 59 |
| 4.6.2. | Análisis por HS-SPME y GC-MS:..... | 60 |
| 4.7. | ANALISIS SENSORIAL | 61 |
| 4.8. | DETERMINACIÓN DE LA SOLUBILIDAD DEL ACEITE DE CAFÉ..... | 64 |
| 4.9. | DISEÑO EXPERIMENTAL..... | 64 |
| 4.10. | ANÁLISIS ESTADISTICO | 66 |
| 5. | RESULTADOS Y DISCUSIÓN..... | 67 |
| 5.1. | CARACTERÍSTICAS GENERALES..... | 67 |
| 5.1.1. | Análisis proximal del café tostado y molido. | 67 |
| 5.1.2. | Tamaño de partícula del café tostado y molido. | 67 |
| 5.1.3. | Descripción física del aceite de café tostado y molido | 62 |

| | | |
|--------|--|-----|
| 5.2. | EVALUACIÓN DE LAS CONDICIONES DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE CAFÉ DE GRANO TOSTADO CON CO ₂ -SUPERCRITICO POR 120 MIN..... | 69 |
| 5.3. | EXTRACCIÓN SOXHLET DE ACEITE DE CAFÉ DE GRANO TOSTADO..... | 75 |
| 5.4. | COMPOSICION QUÍMICA DEL ACEITE DE CAFÉ DE GRANO TOSTADO..... | 76 |
| 5.4.1. | Perfil de ácidos grasos por GC-FID del aceite de café de grano tostado obtenido con CO ₂ -Supercrítico..... | 76 |
| 5.4.2. | Perfil de ácidos grasos por GC-MS del aceite de café de grano tostado obtenido con CO ₂ -Supercrítico..... | 85 |
| 5.4.3. | Comparación del perfil de ácidos grasos del aceite de café de grano tostado extraído con Soxhlet y con CO ₂ -Supercrítico | 86 |
| 5.4.4. | Perfil aromático del aceite de café de grano tostado y molido extraído con CO ₂ -Supercrítico. | 90 |
| 5.4.5. | Perfil aromático del aceite de café de grano tostado extraído con Soxhlet. | 99 |
| 5.5. | ANÁLISIS SENSORIAL DEL ACEITE DE CAFÉ DE GRANO TOSTADO OBTENIDO CON CO ₂ -SUPERCRITICO | 100 |
| 5.6. | ANÁLISIS SENSORIAL DEL CAFÉ RESIDUAL DESPUÉS DE LA EXTRACCIÓN SUPERCRÍTICA. | 104 |
| 5.7. | SOLUBILIDAD DEL ACEITE DE CAFÉ | 106 |
| 6. | CONCLUSIONES | 108 |
| 7. | RECOMENDACIONES | 110 |
| | REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... | 111 |
| | ANEXOS | 121 |

LISTA DE TABLAS

| | Pág. |
|-----------|--|
| Tabla 1. | Clasificación Taxonómica del cultivo de café 29 |
| Tabla 2. | Variedades de la especie <i>Coffea arábica</i> 31 |
| Tabla 3. | Composición del café (Porcentaje en base seca)..... 31 |
| Tabla 4. | Propiedades físicas de gases, líquidos y fluidos supercríticos 39 |
| Tabla 5. | Escala de clasificación SCAA para el mercado de cafés especiales Q (Coffee Quality Institute) 47 |
| Tabla 6. | Análisis químico proximal y minerales de café tostado y molido ... 52 |
| Tabla 7. | Apertura de tamices..... 53 |
| Tabla 8. | Escala de calidad para atributos del café. 63 |
| Tabla 9. | Factores experimentales del Diseño Factorial con Superficie de Respuesta. 65 |
| Tabla 10. | Matriz del diseño de experimentos empleando metodología de superficie de respuesta..... 64 |
| Tabla 11. | Variable de respuesta del Diseño Factorial con Superficie de Respuesta 65 |
| Tabla 12. | Resultados análisis proximal y de minerales del café tostado y molido 67 |
| Tabla 13. | Análisis granulométrico del café tostado y molido 68 |
| Tabla 14. | Rendimiento del aceite de café a partir de grano tostado extraído con CO ₂ -SC..... 70 |
| Tabla 15. | ANOVA para el rendimiento en la extracción de aceite de café a partir de grano tostado con CO ₂ -SC 70 |
| Tabla 16. | Respuesta óptima del rendimiento en la extracción en aceite de café a partir de grano tostado con CO ₂ -SC 73 |
| Tabla 17. | Rendimiento del aceite de café a partir de grano tostado y molido bajo condiciones óptimas de rendimiento con CO ₂ -SC (331 bar, 36°C). 74 |

| | | |
|-----------|---|----|
| Tabla 18. | Resultados de la extracción Soxhlet de aceite de café a partir de grano tostado..... | 75 |
| Tabla 19. | Ácidos grasos presentes en aceites de café a partir de grano tostado extraído con CO ₂ -SC | 77 |
| Tabla 20. | Relación de ácidos grasos de aceite de café de grano tostado.... | 78 |
| Tabla 21. | ANOVA para la relación de ácidos grasos Poliinsaturados /saturados en la extracción aceite de café a partir de grano tostado con CO ₂ -SC | 79 |
| Tabla 22. | Respuesta óptima de la relación Poliinsaturados /saturados en la extracción de aceite de café de grano tostado con CO ₂ -SC..... | 81 |
| Tabla 23. | ANOVA para el porcentaje relativo de ácido linoleico presente en el aceite de café de grano tostado..... | 82 |
| Tabla 24. | ANOVA para el porcentaje relativo de ácido Palmítico presente en el aceite de café de grano tostado..... | 84 |
| Tabla 25. | Perfil de ácidos grasos de aceite de café de grano tostado obtenido por los métodos Soxhlet y CO ₂ -SC..... | 86 |
| Tabla 26. | Cantidades relativas expresadas en porcentaje de cada familia de compuestos encontrados en muestras de aceite de café de grano tostado bajo diferentes condiciones de extracción con CO ₂ -SC..... | 92 |
| Tabla 27. | Compuestos volátiles mayoritarios en el aroma del aceite de café de grano tostado | 93 |
| Tabla 28. | Compuestos volátiles y sus descripciones odoríficas en aceite de café de grano tostado..... | 94 |
| Tabla 29. | Identificación tentativa y cantidad relativa (%) de los compuestos volátiles en aceite de café de grano tostado (225°C, 36°C) empleando la fibra DBV/Carboxen TM /PDMS y GC-FID | 95 |
| Tabla 30. | COVs Confirmados por GC-MS en el aceite de café de grano tostado empleando la fibra DBV/Carboxen TM /PDMS y GC-MS... | 96 |

| | | |
|-----------|---|-----|
| Tabla 31. | Identificación tentativa y cantidad relativa (%) de los compuestos volátiles en aceite de café de grano tostado (225°C, 36°C) empleando la fibra PDMS/DVB y GC-MS..... | 97 |
| Tabla 32. | Cantidades relativas expresadas en porcentaje de cada familia de compuestos encontrados en muestras de aceite a partir diferentes tipos de café tostado extraído con CO ₂ -SC (331°C, 36°C). | 98 |
| Tabla 33. | Identificación tentativa y cantidad relativa (%) de los compuestos volátiles por HS-SPME y GC-MS en aceite de café de grano tostado extraído por soxhlet..... | 99 |
| Tabla 34. | Valoraciones sensoriales de las muestras aceite de café de grano tostado..... | 101 |
| Tabla 35. | Valoración sensorial de café de grano tostado después de la extracción con CO ₂ -SC (331 bar, 36°C). | 106 |
| Tabla 36. | Resultado de solubilidad del aceite café de grano tostado..... | 106 |

LISTA DE FIGURAS

| | Pág. |
|------------|---|
| Figura 1. | Estructura de los ácidos grasos: a. Palmítico; b. Esteárico; c. Oléico, d.Linolénico; e. Linoleico. 33 |
| Figura 2. | Dispositivo de Microextracción en fase solida (SPME)..... 43 |
| Figura 3. | Pirámide de la calidad para el mercado de cafés especiales Q (Coffee Quality Institute). 48 |
| Figura 4. | Equipo de extracción con Fluidos supercríticos SFE-1000F-2-BASE de THAR 54 |
| Figura 5. | Diagrama de proceso de Equipo de extracción SFE-1000F-2-BASE de THAR 55 |
| Figura 6. | Montaje de extracción soxhlet y rotaevaporador 56 |
| Figura 7. | Balanza analítica METTLER TOLEDO. NEW CLASIC MF ML204/01..... 57 |
| Figura 8. | Cromatógrafo de gases SHIMADZU GC-17 A, con detector de ionización de llama FID– Universidad de Nariño 58 |
| Figura 9. | Montaje técnica HS-SPME. 60 |
| Figura 10. | Percepción de los atributos del aceite de café tostado..... 62 |
| Figura 11. | Proceso de catación de café tostado y molido después de la extracción supercrítica..... 63 |
| Figura 12. | Aceite de café tostado extraído con CO ₂ -SC..... 69 |
| Figura 13. | Prueba de solubilidad cualitativa del aceite de café tostado en: a. Cloroformo; b. Hexano; c. Etanol; d. Agua. 107 |

LISTA DE GRÁFICAS

Pág.

| | | |
|-------------|--|----|
| Gráfica 1. | Gráfica Ln (Apertura de tamiz) Vs. Ln(Ln(100/%R))..... | 68 |
| Gráfica 2. | Diagrama de efectos principales para el rendimiento en la extracción de aceite de café de grano tostado con CO ₂ -SC..... | 72 |
| Gráfica 3. | Superficie de respuesta del rendimiento en la extracción de aceite de café a partir de grano tostado con CO ₂ -SC..... | 73 |
| Gráfica 4. | Gráfico de Pareto de la relación Poliinsaturados /saturados en el aceite de café de grano tostado extraído con CO ₂ -SC | 80 |
| Gráfica 5. | Superficie de respuesta de la relación Poliinsaturados /saturados en la extracción de aceite de café de grano tostado con CO ₂ -SC..... | 81 |
| Gráfica 6. | Diagrama de efectos principales para el porcentaje relativo de ácido linoleico. | 82 |
| Gráfica 7. | Superficie de respuesta para el porcentaje relativo de ácido linoleico en aceite de café de grano tostado..... | 83 |
| Gráfica 8. | Diagrama de efectos principales para el porcentaje relativo de ácido palmítico en el aceite de café de grano tostado. | 84 |
| Gráfica 9. | Superficie de respuesta para el porcentaje relativo de ácido palmítico. | 85 |
| Gráfica 10. | Gráfico de medias de LSD de Fisher del contenido relativo de ácido linoleico con respecto al método de extracción..... | 87 |
| Gráfica 11. | Gráfico de medias de LSD de Fisher del contenido relativo de ácido palmítico con respecto al método de extracción.. | 87 |
| Gráfica 12. | Gráfico de medias de LSD de Fisher de la relación Poliinsaturados /saturados con respecto al método de extracción. | 88 |
| Gráfica 13. | Gráfico de medias de LSD de Fisher del contenido relativo de ácido linoleico con respecto al tipo de café tostado..... | 89 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Gráfica 14. | Gráfico de medias de LSD de Fisher del contenido relativo de ácido palmítico con respecto al tipo de café tostado. | 89 |
| Gráfica 15. | Gráfico de medias de LSD de Fisher de la relación Poliinsaturados /saturados con respecto al tipo de café tostado. .. | 90 |
| Gráfica 16. | Distribución por familias de los compuestos volátiles presentes en el aceite de café de grano tostado extraído con CO ₂ -SC. | 91 |
| Gráfica 17. | Principales atributos del aceite de café de grano tostado obtenido bajo diferentes condiciones de extracción con CO ₂ -SC..... | 102 |
| Gráfica 18. | Gráfico de medias de LSD de Fisher del puntaje del total con respecto a las condiciones evaluadas. | 103 |
| Gráfica 19. | Perfil de atributos sensoriales de aceite a partir de café tipo excelso y consumo local obtenido con CO ₂ -SC (331 bar, 36°C) . | 104 |
| Gráfica 20. | Perfil de atributos sensoriales del café tipo excelso y consumo local después de la extracción con CO ₂ -SC (331 bar, 36°C)..... | 105 |

LISTA DE ANEXOS

| | Pág. |
|-----------|--|
| Anexo 1. | Análisis Bromatológico del café tostado y molido 122 |
| Anexo 2. | Curva de extracción de aceite de café tostado con CO ₂ -SC 123 |
| Anexo 3. | Formulario de catación de la Asociación de Cafés Especiales de América 124 |
| Anexo 4. | Compuestos orgánicos volátiles identificados por Supelco (GC-MS) en muestra de café tostado..... 125 |
| Anexo 5. | Análisis de ácidos grasos por GC-FID de aceite de café tostado extraído bajo diferentes condiciones de extracción con CO ₂ -SC..... 127 |
| Anexo 6. | Cromatogramas (GC-FID) del perfil de ácidos grasos en muestras de aceite de café tostado extraído con CO ₂ - SC. 134 |
| Anexo 7. | Espectros de masas de los ácidos grasos por GC-MS de aceite de café tostado extraído con CO ₂ -SC (225 bar, 36°C)..... 139 |
| Anexo 8. | Análisis de ácidos grasos por GC-FID de aceite de café tostado extraído con Soxhlet y CO ₂ -SC (331 bar 36°C) 140 |
| Anexo 9. | Cromatogramas (GC-FID) del perfil de ácidos grasos en muestras de aceite de café tostado extraído con Soxhlet y CO ₂ - SC (331 bar 36°C)..... 142 |
| Anexo 10. | Graficas de Medias de LSD de Fisher del contenido relativo los ácidos grasos: esteárico, oleico y linolénico en relación al método de extracción. 144 |
| Anexo 11. | Análisis de la fracción volátil por HS-SPME y GC-FID de muestras de aceite de café extraído con CO ₂ -SC. 145 |
| Anexo 12. | Cromatogramas de la fracción volátil por HS-SPME y GC-FID de muestras de aceite de café extraído con CO ₂ -SC. 166 |
| Anexo 13. | Análisis compuestos volátiles por HS-SPME y GC-MS de aceite de café extraído con CO ₂ -SC (225, 36°C) 171 |

| | | |
|-----------|---|-----|
| Anexo 14. | Análisis de la fracción volátil por HS-SPME y GC-MS de muestras de aceite de café extraído por Soxhlet y CO ₂ -SC (331 bar 36°C). | 171 |
| Anexo 15. | Resultados promedio de análisis sensorial de los aceites de café extraídos bajo diferentes condiciones de extracción con CO ₂ -SC..... | 181 |
| Anexo 16. | Resultados promedio de análisis sensorial de los aceites de café extraídos a partir de café excelso y tipo consumo local con CO ₂ -SC (331bar, 36°C) | 183 |
| Anexo 17. | Resultados promedio de análisis sensorial de café excelso y consumo local después de la extracción con CO ₂ -SC (331bar, 36°C) | 184 |

ABREVIATURAS Y ACRÓNIMOS

| | |
|--------------------------|--|
| ANOVA | Análisis de varianza |
| CO₂-SC | Dióxido de carbono supercrítico |
| COV | Compuestos orgánicos volátiles |
| EFS | Extracción con fluidos supercríticos |
| FSC | Fluidos supercríticos |
| GC-FID | Cromatografía de gases con detector de ionización de llama FID |
| GC-MS | Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas |
| HS-SPME | Microextracción en fase solida del espacio de cabeza |

RESUMEN

El café de Nariño es reconocido a nivel internacional por su alta calidad en aroma y sabor. A pesar de esto, no ha logrado constituirse en exportador de cafés con un mayor nivel de transformación, debido principalmente al bajo nivel en investigación del departamento en torno a la obtención de productos con alto valor agregado. En consecuencia, se estudió la extracción de aceite de café con dióxido de carbono supercrítico a partir de granos de café excelso de Nariño, tostado y molido. Se evaluaron diferentes condiciones de presión y temperatura de extracción para identificar la influencia de estos parámetros sobre el rendimiento y composición. Para ello, se realizó un diseño de experimentos factorial 2^2 empleando la metodología de superficie de respuesta. La extracción se realizó en un rango de presión de 150 a 300 bar y temperaturas entre 40 y 60°C con un flujo de CO_2 constante de 70 $\text{g}\cdot\text{min}^{-1}$ y un tiempo de extracción de 2 horas. Los resultados se compararon con la extracción Soxhlet, empleando hexano y un tiempo de extracción de 8 horas. El rendimiento se expresó en términos porcentuales (% g aceite/100 g café tostado), los ácidos grasos se analizaron por Cromatografía de Gases GC-FID y GC-MS con el fin de realizar la identificación de los mismos. Los compuestos orgánicos volátiles del aceite de café se extrajeron empleando la técnica de HS-SPME, la separación y la detección de las sustancias aisladas se realizaron por GC-FID y GC-MS. Finalmente se llevó a cabo la evaluación sensorial del aceite de café y de la taza de café obtenida tras la extracción supercrítica.

Se encontró que la presión, temperatura y la interacción temperatura-presión presentaron efectos estadísticamente significativos ($P \leq 0,05$) sobre el rendimiento y que las condiciones óptimas de extracción se encuentran a 331 bar y 36 °C, con las cuales se logra un rendimiento de 8,89 %. La extracción soxhlet presentó un rendimiento de 16,75%. En los aceites de café se identificó la presencia de los ácidos grasos: palmítico, linoleico, oleico, esteárico, araquídico y linolénico, siendo los dos primeros los ácidos grasos mayoritarios con un porcentaje relativo promedio de 46,07% y 32,89%, respectivamente. La influencia de la presión y temperatura de extracción fue estadísticamente significativa para el ácido linoleico, logrando obtener un contenido máximo de 37,75 % en el aceite, bajo condiciones de extracción similares a las óptimas para rendimiento. Con respecto al contenido de ácido palmítico, solamente la temperatura tuvo un efecto estadísticamente significativo, obteniéndose bajo condiciones óptimas de extracción un 50.3% de ácido palmítico a 331 bar y 64°C. La relación máxima de poliinsaturados/saturados en el aceite de café fue de 0,76 a 331 bar y 36 °C, es decir, en las mismas condiciones del máximo rendimiento obtenido en el presente estudio.

En los aceites de café obtenidos con CO_2 -SC estuvieron presentes compuestos volátiles pertenecientes a familias características del sabor y aroma del café como:

furanos, pirazinas, compuestos fenólicos, cetonas y pirroles. Además en el análisis sensorial se identificaron notas similares o iguales a las descripciones odoríficas de los compuestos orgánicos volátiles estimados. Sin embargo no se identificó una relación clara de estas variables con respecto a la presión y temperatura de extracción supercrítica.

Finalmente, se identificó que la bebida de café obtenida después de la extracción supercrítica de su aceite presenta características sensoriales adecuadas para catalogarse como un café comercial de consumo local.

Las características composicionales y organolépticas del aceite de café obtenido en este estudio mediante la tecnología de extracción con fluidos supercríticos, lo hace especial para ser empleado tanto en la industria alimentaria y cosmética.

Palabras claves: Extracción con fluidos supercríticos, aceite de café tostado, superficie de respuesta, análisis sensorial.

ABSTRACT

Nariño Coffee is internationally recognized by its aroma and flavor high quality. In spite of this, it hasn't been established as a coffee exporter with a higher level of processing, mainly due to a low level departmental research surrounding the development of products with high added value. Consequently, it was studied the coffee oil extraction with supercritical carbon dioxide from roasted and ground beans of excelso coffee of Nariño. Different temperature and pressure conditions of extraction were evaluated to identify the influence of these parameters on yield and composition. To achieve this, a 2² factorial experimental design was conducted using the response surface methodology. The extraction was conducted in a pressure range from 150 to 300 bar and temperatures between 40 and 60°C with constant CO₂ flow of 70 g.min⁻¹, and an extraction time of 2 hours. The results were compared to Soxhlet extraction using hexane and 8 hours of extraction time. Yield is expressed in percentage (% g oil/100 g roasted coffee); fatty acids were analyzed by gas chromatography GC-FID and GC-MS in order to allow their identification. The volatile organic compounds of coffee oil were extracted using the HS-SPME technique; the separation and detection of isolated substances were conducted by GC-FID and GC-MS. Finally were carried out the sensory evaluation of coffee oil and the coffee cup obtained after supercritical extraction.

It was found that the pressure, temperature and temperature-pressure interaction showed a statistically significant effect ($P \leq 0,05$) on yield and also that the extraction conditions are optimal to 331 bar and 36°C with which an 8.89% yield is achieved. The Soxhlet extraction showed a 16.75% yield. The presence of fatty acids such as palmitic, linoleic, oleic, stearic, arachidic and linolenic were identified in coffee oil, the first two being the major fatty acids with an average relative percentage of 46.07% and 32.89%, respectively. The influence of temperature and pressure of extraction were statistically significant for linoleic acid, achieving 37.75% of maximum content in oil, under extraction conditions similar to optimal for yield. With respect to palmitic acid content, temperature had a statistically significant effect, obtaining a 50.3% of palmitic acid to 331 bar and 64°C under optimum extraction conditions. The maximal ratio of polyunsaturated / saturated in coffee oil was 0.76 to 331 bar and 36 °C, in other words under the same conditions of the maximum yield obtained in the present study.

In coffee oils obtained with CO₂-SC were present volatile compounds belonging to families that gives flavor and aroma characteristics to coffee such as: furans, pyrazines, phenolic compounds, ketones and pyrroles. Also in sensory analysis were identified notes same or similar to odoriferous descriptions of the estimated volatile organic compounds. However, there wasn't a clear relationship identified for these variables with respect to the pressure and temperature of supercritical extraction.

Finally, it was identified that the coffee beverage obtained after the supercritical extraction of the oil showed sensory characteristics suitable to be classified as commercial coffee for local consumption.

Compositional and organoleptic characteristics of the coffee oil obtained in this study through supercritical fluid extraction technology, makes it special to be used both in the food and cosmetic industries.

Keywords: supercritical fluid extraction, oil roasted coffee response surface, sensory analysis.

INTRODUCCIÓN

El café, es uno de los productos agrícolas de mayor consumo en el mundo ya que a partir de este se prepara una bebida, que de acuerdo a los conocedores del tema, gracias a sus atributos de aroma, sabor y composición, evoca sensaciones de bienestar para quienes lo consumen.

“El café de Colombia es conocido en cualquier país. En los últimos años, se ha posicionado en el tercer lugar en producción de café a nivel mundial, siendo el primero Brasil, seguido de Vietnam, pero Colombia se destaca como el mayor productor del mundo de café arábica suave”.¹

“En Colombia, el café es considerado como la fuente de ingresos de más de medio millón de familias colombianas y es el principal generador de trabajo y equidad social en gran parte del territorio nacional ya que genera el 30 % de las exportaciones agropecuarias y representa el 17 % del PIB agrícola”.²

En los últimos años, debido a los cambios climáticos latentes, que vienen afectando, la producción del grano ha disminuido y con ello su nivel de importancia como producto generador de divisas para el país debido al aumento de la competencia de otros productores a nivel mundial; por otro lado, el mercado de cafés procesados, los cuales tienen un alto valor agregado, han venido ganando espacio y aunque no compiten de manera directa con el café verde, si lo hacen en el consumo. Es así como empresas multinacionales de países como Estados Unidos, Alemania, Italia, Bélgica y Suiza se llevan las utilidades más altas en la cadena del café debido a que allí se concentran las actividades de transformación del café verde en productos con alto valor agregado.

El Café de Nariño es 100% arábico, la ubicación geográfica de este departamento en Colombia, es especial ya que permite la conjugación de factores, tales como las elevadas alturas, radiación solar de 1666 horas en promedio durante el año, ciclos de lluvia de 1866 milímetros al año y suelos con alto contenido de materia orgánica, lo cual permite la obtención de un café de excelente calidad, a pesar de contar con temperaturas bajas comparadas con el resto de las zonas cafeteras colombianas y de gran parte del mundo.³

¹ MUNDO DEL CAFÉ. [en línea] Disponible en Internet: <http://www.mundodelcafe.com/historia.htm> Visitada (22-08-2011)

² FEDERACION NACIONAL DE CAFETEROS. [en línea] Disponible en Internet: http://www.federaciondecafeteros.org/particulares/es/sala_de_prensa/detalle/palabras_del_presidente_de_la_republica_doctor_juan_manuel_santos_calderon/. Visitada (23-09-2012)

³ EL CAFÉ DE NARIÑO. [en línea] Disponible en Internet: http://narino.cafedecolombia.com/narino/el_cafe_de_narino/. Visitada (23-09-2012)

Por tal motivo, se plantea el aprovechamiento de las características organolépticas especiales del café de Nariño para la obtención de aceite de café, utilizando la tecnología de fluidos supercríticos, el cual tiene un alto potencial de mercado en industrias de alimentos como las de cafés solubles instantáneos, de confitería, licores, lácteos, helados, bebidas y en la industria cosmética como antioxidante o bronceador.

Cabe resaltar que la tecnología de extracción con fluidos supercríticos permite la obtención de productos de alta calidad sin requerir solventes orgánicos, sin dejar residuos contaminantes, respetando el medio ambiente, lo que los hace promisorios y con una demanda creciente a nivel internacional.

Por otro lado, es una técnica de extracción selectiva, lo cual permite obtener extractos ricos en compuestos de importancia y por lo tanto con características especiales de acuerdo a los requerimientos de la industria.

Con el presente estudio, se busca obtener un aceite saborizante a partir de grano tostado, vehículo también de su aroma característico, bajo diferentes condiciones de extracción supercrítica (presión y temperatura), determinando su efecto en el rendimiento y composición de los aceites de café obtenidos. Esto contribuirá en el desarrollo de la investigación y la innovación tecnológica en la cadena agroindustrial del café en Nariño, mediante la obtención de aceites de café con el fin de promover la generación de valor agregado, que resaltará la importancia y potencialidad del café del departamento de Nariño para el país y el mundo.

1. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA Y JUSTIFICACIÓN

El comportamiento de la cadena de café, que se concentra principalmente en el café verde para exportación, está fuertemente determinado por la dinámica del mercado mundial, lo que afecta tanto la producción como a la actividad cafetera nacional y el desempeño de los agricultores. Este producto, que era el más importante no solo de la agricultura, sino de la economía nacional, como el principal generador de divisas, con sus respectivas implicaciones en la economía y en la sociedad colombiana, ha tenido un estancamiento en su participación tanto en el PIB como en las exportaciones del país y también en su presencia en el mercado mundial.

El café colombiano registra tasas negativas de crecimiento de su participación en el mercado mundial, disminuyendo las exportaciones entre los años 2010-2011 en 1,1%, cediendo espacios a países competidores, tales como Brasil, Vietnam, algunos países centroamericanos y Perú (Federación Nacional de Cafeteros, 2011). De otro lado, ha venido ganando espacio el mercado de cafés procesados, los cuales tienen un alto valor agregado y, aunque no compiten con el café verde en forma directa, si lo hacen en el consumo. Esta producción se ha venido concentrando en países desarrollados no productores del grano, como Estados Unidos, Alemania, Italia y Bélgica-Luxemburgo.

Anteriormente, la competencia de Colombia era con los productores tradicionales del grano verde, pero en la actualidad, la re-exportación del producto con mayor valor agregado por parte de los países industrializados, pone en evidencia la desventaja de Colombia en este sentido. A pesar de la larga tradición del país como productor de uno de los tipos de café suaves más apetecidos en el mundo, no ha logrado consolidarse como exportador de cafés con un mayor nivel de transformación, lo cual se constituye en una de las principales limitantes competitivas. Pese a esto y a la difícil coyuntura del mercado en 2011, muestra una tendencia a la consolidación y aumento de las exportaciones de cafés con valor agregado (cafés especiales y procesados e industrializados), las cuales en 2011 representaron 34% del total de embarques de café del país (Federación Nacional de Cafeteros, 2011).

La producción de café en Colombia presentó una tendencia descendente entre 1994 y 2006, con una tasa de crecimiento de -0,9% promedio anual. Respecto al mercado interno en el año 2011, la producción registró una reducción del 12%, como consecuencia de las alteraciones climáticas y el fortalecimiento de los programas de renovación de cultivos (Federación Nacional de Cafeteros, 2011). Esta situación indica que el comercio de café verde es cada vez menos favorable, por lo cual Colombia debe entrar en etapas posteriores de desarrollo industrial del

sector cafetero orientadas a la obtención de productos innovadores con mayor valor agregado que presentan una demanda y unos precios crecientes en los mercados internacionales.

El mercado internacional demanda cada vez más productos derivados del café con alto valor agregado, lamentablemente Colombia no ha tenido el protagonismo que debería haber asumido como país líder en la exportación de cafés suaves a nivel mundial. Un ejemplo claro es China, donde la demanda del producto no solo está orientada principalmente al café verde con la etiqueta “hecho en Colombia”, sino también al café procesado (soluble), el liofilizado y el café aromático en paquetes de presentación de 50 gramos. (Proexport, 2010)

“La investigación desarrollada por CENICAFE se ha centrado en buscar un aumento en la productividad agrícola, pero en lo referente a la industrialización el principal logro alcanzado fue el montaje de una planta de café liofilizado”⁴, siendo marginal la investigación en el desarrollo de nuevos productos con alto valor agregado.

El café de Nariño es reconocido a nivel internacional por su alta calidad en aroma y sabor, razón por la cual es preferido por clientes especializados de Alemania, Suiza, Japón y Estados Unidos, prueba de ello es la incursión a nivel mundial de la marca “Nariño Supremo” y la búsqueda de certificación de origen para el café nariñense por parte de la empresa multinacional Starbucks y asociaciones de cafés especiales de Nariño.

El presente proyecto plantea el aprovechamiento de las características organolépticas especiales del café de Nariño para la obtención de aceites de café utilizando la tecnología de fluidos supercríticos que puedan ser utilizados en industrias alimentarias como las de cafés solubles, confitería, lácteos, licores, bebidas y repostería entre otros, además de la industria cosmética y farmacéutica.

Los aceites vegetales están formados básicamente por triglicéridos, diglicéridos, ácidos grasos libres y otros constituyentes minoritarios como tocoferoles y esteroides (Kiritsakis, 1992)

El amplio rango de distribución de sus componentes determina las propiedades físicas del aceite y el uso para el cual es conveniente. El fraccionamiento de aceites resulta de gran interés debido a que permite obtener un aceite o grasa natural ajustado a unas especificaciones muy particulares o una fracción con determinados componentes de interés para fines concretos. Dentro de los posibles

⁴ BIBLIOTECA LUIS ANGEL ARANGO. [en línea] Disponible en Internet: <http://www.banrepcultural.org/blaavirtual/revistas/credencial/septiembre2011/sendero-café>. Visitada (27/08/2013)

procesos de fraccionamiento están la destilación, la extracción con disolventes y la extracción con fluidos supercríticos.

La destilación resulta poco conveniente para usarse con aceites vegetales debido a la presencia de triglicéridos que pueden romperse a las altas temperaturas de operación necesarias. Adicionalmente existen estudios que demuestran que el uso de CO₂ supercrítico conlleva un ahorro de energía con respecto a los procesos de separación convencionales como destilación, por ejemplo (Tilly *et al.*, 1990).

La extracción con disolventes siempre deja un residuo inherente en el aceite, particularmente de hexano que es el más comúnmente usado, pero que actualmente resulta prácticamente inaceptable en productos para el consumo humano y además su inflamabilidad lo hace poco deseable a nivel industrial (Vázquez, 2008).

La extracción con fluidos supercríticos, específicamente con dióxido de carbono, resulta una alternativa interesante para la extracción y fraccionamiento de aceites vegetales por cuanto no posee los inconvenientes de los disolventes orgánicos tradicionales.

A nivel nacional un aceite de café podría ser utilizado como potenciador del sabor de los cafés solubles instantáneos, como saborizante en la fabricación de confitería dura y blanda, galletería, pastelería, repostería, chocolatería, bebidas en polvo instantáneas, harinas y avenas, licores y cremas de café. A nivel internacional es donde se prevé la mayor demanda para este producto, especialmente por parte de las grandes multinacionales de la industria alimentaria, debido principalmente a que el mercado internacional demanda cada vez, más productos derivados del café con alto valor agregado y sobre todo de concentrados comerciales de aromas y sabores naturales de café tostado, cuyo valor comercial cada día asciende, dado su creciente uso en los llamados alimentos de lujo (Reglero *et al.*, 2003).

Por lo anterior, es necesario aprovechar la oportunidad de fortalecer las líneas de productos con valor agregado que además de brindar nutrición puedan tener características específicas que el consumidor esté buscando, es decir que se ajusten a las necesidades del mismo.

A la fecha no se han desarrollado en el departamento de Nariño proyectos de investigación para la obtención de productos naturales con la tecnología de fluidos supercríticos, ni mucho menos de aceites de café, debido principalmente al desconocimiento de esta tecnología y a la ausencia de equipos a nivel piloto o de laboratorio que permitan el desarrollo de esta tecnología emergente, que se posiciona a nivel mundial por su potencialidad para la obtención de sustancias libres de residuos de disolventes.

La pregunta de investigación que se plantea en el presente trabajo es la siguiente.

¿Cómo es la calidad y rendimiento del aceite de café Nariñense obtenido con dióxido de carbono supercrítico?

2. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE

2.1. EL CAFÉ DE NARIÑO

El género *Coffea* lo constituyen árboles, arbusto, bejucos y comprende unas 10 especies cultivadas por el hombre y 50 especies silvestres. Generalmente crece en zonas con humedad moderada desde los 600 a los 1800 m.s.n.m.

Tabla 1. Clasificación Taxonómica del cultivo de café

| Taxonomía | Nombre |
|------------------|--|
| Reino | <i>Plantae</i> |
| División | <i>Magnoliophyta</i> |
| Subdivisión | <i>Angiospermae</i> |
| Clase | <i>Magnoliata</i> |
| Subclase | <i>Asteridae</i> |
| Orden | <i>Rubiales</i> |
| Familia | <i>Rubiaceae</i> |
| Género | <i>Coffea</i> |
| Especies | <i>arábica, canephora, liberica etc.</i> |

Fuente: Alvarado y Rojas, 1994

El Café de Nariño es 100% arábico, la ubicación geográfica de este departamento en Colombia, es especial ya que permite la conjugación de factores, tales como las elevadas alturas, radiación solar de 1666 horas en promedio durante el año, ciclos de lluvia de 1866 milímetros al año y suelos con alto contenido de materia orgánica, lo cual permite la obtención de un café de excelente calidad, a pesar de contar con temperaturas bajas comparadas con el resto de las zonas cafeteras colombianas y de gran parte del mundo.⁵

Las menores temperaturas, tienen correlación positiva con la alta retención de ácidos y azúcares de las plantas, que, en el caso del café, son importantes para los atributos de acidez, dulzor y suavidad de la bebida. Además es un factor que contribuye al desarrollo de un metabolismo más lento y la producción compuestos, específicos, que se asocia con el sabor dulce característico del café de Nariño, además de su alta acidez, cuerpo medio y una taza limpia, suave y de aroma muy pronunciado.⁶

⁵ EL CAFÉ DE NARIÑO. Op. Cit.

⁶ Ibíd.

En Nariño existen 31.000 hectáreas sembradas de café, en 40 de los 64 municipios del departamento. El 75 % del área se cultiva corresponde a la variedad caturra, la cual es susceptible a la roya, por ese motivo, en el año 2011 entraron nuevas áreas cafeteras sembradas con variedades resistentes a la roya como la variedad castillo.

“La producción del grano en Nariño representa el 3,5 % de la producción nacional, pero su calidad es especial. Según los expertos, esa calidad es producto de los suelos, del manejo artesanal que se le da al cultivo, a la dedicación de las familias cafeteras, al predominio del minifundio y a la cercanía a la línea ecuatorial donde los rayos del sol caen perpendiculares al cultivo”.⁷

2.1.1. Especie *Coffea arábica*. *C. arábica* produce un café suave y aromático y con bajo contenido de cafeína. No obstante, es por lo general sensible a las enfermedades como la roya anaranjada (*Hemileia vastatrix* Berk & Br) la antracnosis (*Colletotrichum coffeanum*), principales enfermedades de esta especie (Instituto del café de Costa Rica, 1994). Existen nuevas variedades, la cuales son muy productivas y con un ciclo de vida de hasta 20 años

Las variedades que pertenecen a esta especie se muestran en la tabla 2, siendo las más representativas en el departamento de Nariño la variedad caturra y castilla. En Colombia se produce café de las variedades Caturra, Colombia, Típica y Borbón principalmente, que se exporta como mezclas de variedades de café almendra (Green coffee) (Puerta, 2000).

⁷ NARIÑO HUELE A CAFÉS ESPECIALES. [en línea] Disponible en Internet: <http://www.portafolio.co/negocios/narino-huele-cafes-especiales> (07/8/2012)

Tabla 2. Variedades de la especie *Coffea arábica*

| Variedad | Observaciones |
|-------------------|--|
| <i>Moka</i> | De granos pequeños e irregulares |
| <i>Típica</i> | Da un excelente café pero es sensible a plagas y enfermedades |
| <i>Borbón</i> | Buen rendimiento |
| Variedad | Observaciones |
| <i>Caturra</i> | De buen rendimiento aceptación y desarrollo rápido |
| <i>Amarella</i> | Llamada así por su color, muy resistente a heladas |
| <i>Maragogipe</i> | De grano gigante, casi el doble de las otras variedades, muy resistente a enfermedades |
| <i>Colombia</i> | De buen rendimiento y resistente a la roya del cafeto |

Fuente: Delgado, 1997

2.2. COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL CAFÉ

El café tiene múltiples componentes. Los granos de café crudos tienen una composición diferente entre la variedad Arábica y la Robusta como se observa en la tabla 3.

Tabla 3. Composición del café (Porcentaje en base seca).

| Componente | Variedad arábica (%) | Variedad robusta (%) |
|---------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| Cafeína | 1,3 | 2,4 |
| Minerales | 4,5 | 4,7 |
| Lípidos | 17,0 | 11,0 |
| Trigonelinas | 1,0 | 0,7 |
| Proteínas | 10,0 | 10,0 |
| Ácidos alifáticos | 2,4 | 2,5 |
| Ácidos clorogénicos | 2,7 | 3,1 |
| Carbohidratos | 38,0 | 41,5 |
| Aromas volátiles | 0,1 | 0,4 |
| Melanoidinas | 23,0 | 23,0 |

Fuente: Viani, 1991

El café tiene más de 1000 compuestos tales como vitaminas, aminoácidos, azúcares, lípidos, minerales, cafestol, kahweol, ácidos clorogénicos, entre muchos otros aún no han estudiado (Duran, 2011).

Los oligosacáridos y polisacáridos solubles e insolubles constituyen cerca de la mitad de la materia seca del grano tostado, sin mayores diferencias entre las especies. La fracción soluble se compone de sucrosa y polímeros de galactosa, arabinosa y manosa. Los constituyentes insolubles incluyen celulosa y hemicelulosa (Trugo, 1985).

La composición de los granos de café se altera de forma dramática por el proceso de tostado, y pierde gran cantidad de agua (contenido de agua entre 1% a 5%), ocurriendo importantes transformaciones químicas donde se forman cientos de sustancias volátiles durante el proceso de tosti3n, como los compuestos volátiles responsables del aroma, pigmentos poliméricos y melanoidinas (Duran, 2011). Por otra parte, Speer y Kölling-Speer (2006) señalan que durante la tosti3n se dan pequeños cambios en la composición del perfil de ácidos grasos y que aumentan algunos ácidos grasos trans.

A principios del siglo XX Reichstein y Staudinger aislaron más de 70 principios con potencial aromático. En la actualidad se describen más de 500 constituyentes del aroma (Cardona, 2000). Sin embargo, solamente una pequeña fracción de los cientos de volátiles presentes contribuyen esencialmente a su aroma y sabor y tal aporte no siempre está relacionado directamente a su abundancia (L3pez-Galilea *et al.*, 2006).

2.2.1. Ácidos grasos. Los diferentes ácidos grasos que conforman los triglicéridos son los que confieren las características particulares de cada aceite y determinan su comportamiento como nutriente o su uso general en la industria. Los ácidos grasos son generalmente no ramificados y contienen un número par de átomos de carbono, entre 12 y 20.

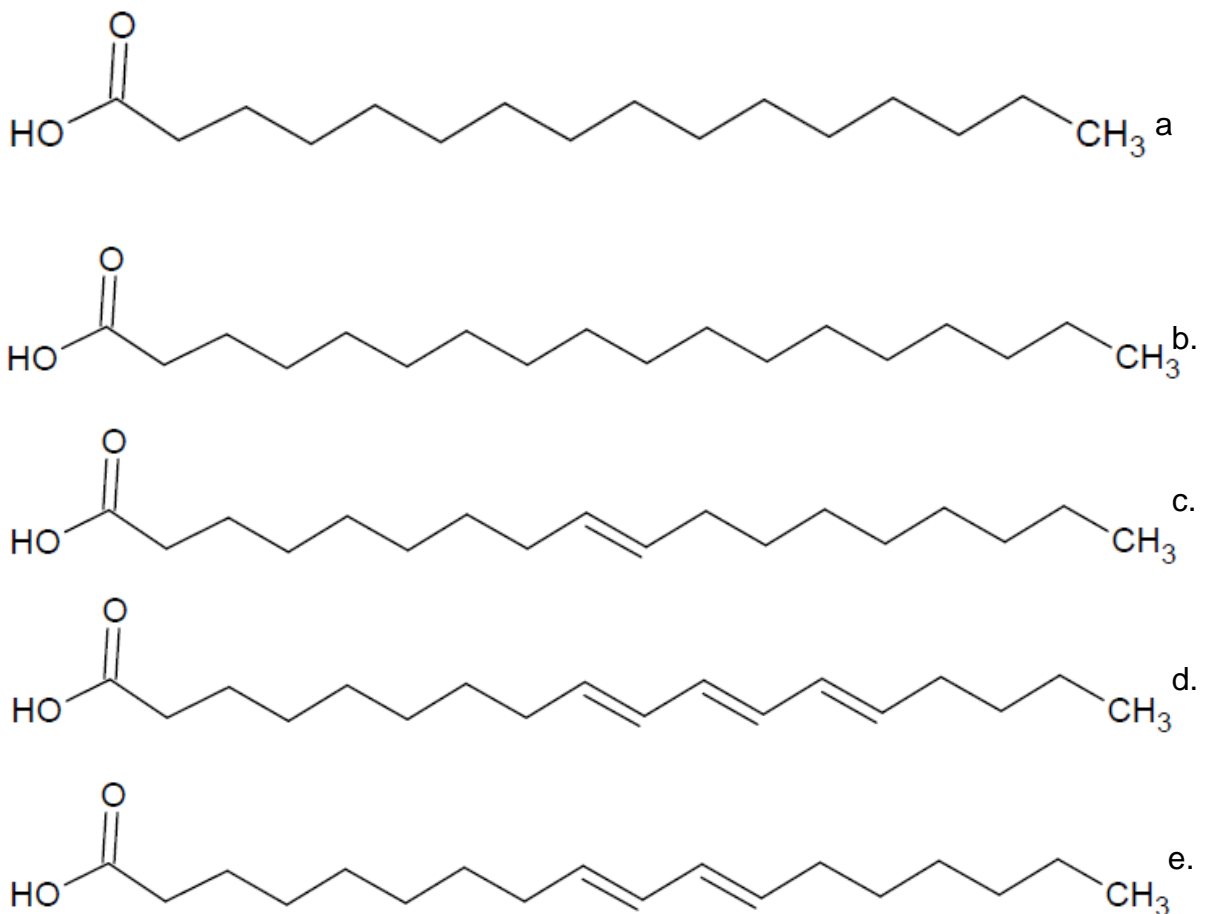
El ácido palmítico (C16:0) y el ácido esteárico (C18:0) son los ácidos grasos saturados más abundantes en la naturaleza. El ácido oleico (C18:1) y linoleico (C18:2) son los insaturados más abundantes. Por otra parte existen ácidos grasos monoinsaturados como el ácido oleico, ya que solamente tiene un doble enlace; mientras que los ácidos linoleico, linolénico (C18:3) y araquidónico (C20:0) son ácidos grasos poliinsaturados, debido a que poseen más de un doble enlace (Ver figura 1).

Los ácidos grasos insaturados tienen por lo general puntos de fusión más bajos que sus contrapartes saturadas. Las grasas saturadas tienen una forma uniforme que les permite empacarse juntas eficientemente en un empaque cristalino. Sin embargo, en los aceites vegetales insaturados, los enlaces C=C introducen

vueltas y pliegues en las cadenas hidrocarbonadas, haciendo muy difícil la formación de cristales. Mientras más dobles enlaces existan, más difícil es para la molécula que cristalice y será más bajo el punto de fusión del aceite.

Generalmente, la mayoría de los ácidos grasos que contienen los lípidos dietarios son ácidos monocarboxílicos de cadenas hidrocarbonadas generalmente con un número de carbonos entre 12 y 20, bien sea con cadenas saturadas o insaturadas (Muñoz y Jurado, 2009).

Figura 1. Estructura de los ácidos grasos: a. Palmítico; b. Esteárico; c. Oléico, d. Linolénico; e. Linoleico.



Fuente: Este estudio.

Los ácidos grasos, se pueden encontrar formando parte de los fosfolípidos y de las lipoproteínas de la membrana celular. Cuando hay insuficiencia de ácidos grasos esenciales se observan síntomas de dermatitis como escamas y

deshidratación de la piel, el suplemento de ácidos grasos a la piel puede curar esos síntomas (Draelos, 2006), por esta razón en la cosmética y dermofarmacia son ampliamente utilizados ácidos grasos como el ácido esteárico, linoleico, oleico y linolénico como compuestos emolientes que hidratan, suavizan y mejoran la flexibilidad de la piel, además reparan la epidermis (Muñoz y Jurado, 2009).

El ácido esteárico y palmítico se suelen usar como factores de consistencia o de acidificación en las emulsiones, aunque el ácido esteárico también tiene aplicaciones en la producción de jabón, el ácido oleico por su parte forma parte de un cierto número de emulsiones para pieles maduras con el fin de restaurar los lípidos epidérmicos (Martini, 2005), por ello, en general los ácidos grasos son usualmente componentes de cremas hidratantes para el cuidado tópico de la piel (Draelos, 2006).

Por otra parte la capacidad de los ácidos grasos poliinsaturados, principalmente el linoleico, para reducir la concentración de colesterol en plasma es aproximadamente la mitad de la que tienen los ácidos grasos saturados para aumentarla. Por esto, en los últimos años se ha incidido en la importancia de aumentar la relación P/S (ácidos grasos poliinsaturados/saturados) en la dieta. Estudios más recientes también hacen hincapié en los efectos positivos de los ácidos grasos monoinsaturados (oleico), tradicionalmente ignorados, y en los poliinsaturados de la familia n-3 (α -linolénico, eicosapentaenoico y docosahexaenoico) (Grobas y Mateo, 1996).

Los ácidos grasos, se pueden encontrar formando parte de los fosfolípidos y de las lipoproteínas de la membrana celular. Cuando hay insuficiencia de ácidos grasos esenciales se observan síntomas de dermatitis como escamas y deshidratación de la piel, el suplemento de ácidos grasos a la piel puede curar esos síntomas (Draelos, 2006), por esta razón en la cosmética y dermofarmacia son ampliamente utilizados ácidos grasos como el ácido esteárico, linoleico, oleico y linolénico como compuestos emolientes que hidratan, suavizan y mejoran la flexibilidad de la piel, además reparan la epidermis (Muñoz y Jurado, 2009).

El ácido esteárico y palmítico se suelen usar como factores de consistencia o de acidificación en las emulsiones, aunque el ácido esteárico también tiene aplicaciones en la producción de jabón, el ácido oleico por su parte forma parte de un cierto número de emulsiones para pieles maduras con el fin de restaurar los lípidos epidérmicos (Martini, 2005), por ello, en general los ácidos grasos son usualmente componentes de cremas hidratantes para el cuidado tópico de la piel (Draelos, 2006).

Por otra parte la capacidad de los ácidos grasos poliinsaturados, principalmente el linoleico, para reducir la concentración de colesterol en plasma es aproximadamente la mitad de la que tienen los ácidos grasos saturados para aumentarla. Por esto, en los últimos años se ha incidido en la importancia de

aumentar la relación P/S (ácidos grasos poliinsaturados/saturados) en la dieta. Estudios más recientes también hacen hincapié en los efectos positivos de los ácidos grasos monoinsaturados (oleico), tradicionalmente ignorados, y en los poliinsaturados de la familia n-3 (α -linolénico, eicosapentaenoico y docosahexaenoico) (Grobas y Mateo, 1996).

2.2.2. Compuestos volátiles del café. En el café verde aparecen alcanos y alquenos (que se forman en la oxidación lipídica), piridinas, quinolina, pirroles, metoxipirizinas, ésteres, furanos, tioles, etc. En el café tostado, la cantidad de compuestos volátiles se incrementan notablemente y se han identificado más de 600 componentes, quedando por identificar más de 300. Aunque seguramente la mayoría ejercen su influencia en la sensación global del café, sólo un grupo reducido de ellos (cerca de 60) tienen una notable participación en ésta López-Galilea *et al.*, 2006.

Entre los distintos componentes aromáticos en el café tostado, pueden destacarse los siguientes: compuestos alifáticos (hidrocarburos, alcoholes, compuestos carbonílicos, etc.), que se forman por fragmentación de los hidratos de carbono; compuestos aromáticos, como los fenoles (que proceden de la degradación de los ácidos clorogénicos), ésteres y ésteres fenólicos, y compuestos heterocíclicos, como los furanos (procedentes de la pirolisis de los azúcares), pirizinas, pirroles, tiofenos, oxazoles y tiazoles (Hernández, 2010).

Algunos factores que afectan el perfil aromático del café son el tiempo y temperatura de tuestión. Esto debido a que algunos compuestos aromáticos se degradan a temperaturas altas, mientras que otros como el guayacol, furfuriol y la piridina, demuestran un aumento a temperaturas altas de tueste. Estos tres compuestos contribuyen particularmente al aroma de los cafés negros. La razón por la cual algunos compuestos disminuyen y otros aumentan a través del proceso de tuestión, puede deberse a que los volátiles pueden ser derivados de dos o más precursores, los cuales se degradan en proporciones diferentes durante el tueste. (Dark y Nursten, 1985; Rojas, 2005).

El aroma del café tostado es muy complejo. Está compuesto de volátiles con características olóricas diferentes y muchos probablemente debajo de su umbral detectable. La concentración, la proporción y la influencia de un volátil con otro, afectan la calidad final de aroma. Los efectos que un volátil tiene sobre otro no son bien entendidos y casi imposible de aclarar (Rojas, 2005).

Entre las principales familias de compuestos presentes en el aroma de café tostado, se encuentran:

2.2.2.1. Pirazinas. Se forman durante la degradación de Strecker, que consiste en la reacción de un aminoácido con un α -dicarbonilo, para la formación de aminocetona. Éstas por su parte se condensan para formar pirazinas y otros compuestos heterocíclicos. Estos compuestos por sí mismos tienen un aroma a maíz dulce – amargo. La presencia de un grupo tiol en las pirazinas imparte un aroma a nuez y galleta (Plasencia, 2012).

Ryan (2004) determinó los componentes volátiles de dos tipos de café. El café arábica (*Coffea arabica*) y robusta (*Coffea canephora*) encontrando una composición idéntica de pirazinas (Plasencia, 2012).

Por otra parte, La correlación de la cantidad de compuestos volátiles como el metilpirazina con el análisis sensorial de los granos ha demostrado la posibilidad de monitorear el proceso de tostado de los granos de café (Hashim y Chaveron, 1996).

2.2.2.2. Piridinas. Las piridinas aumentan según el nivel de tueste, y sus niveles son más altos en los cafés arábigos que en los Robusta bajo condiciones similares. Las piridinas poseen unas notas amargas, astringentes y tostadas. El 2-metilpiridina es astringente, y el 3-etilpiridina tiene un aroma a caramelo y a manteca (Plasencia, 2012; Illy y Viani, 1995).

2.2.2.3. Pirroles. Los pirroles como en el caso de las piridinas, aumentan según el grado de tueste. Se encuentran en mayor concentración en los cafés arábigos que en los Robusta. En general los pirroles poseen olores diversos. En el caso del furfuralpirrol presenta olores a setas, mientras que el aroma del acilpirrol dependiendo de su concentración llega desde un olor medicinal extendiéndose a aceitoso. Otros pirroles presentan notas a cereales (Illy y Viani, 1995).

2.2.2.4. Furanos. Se forman por la degradación pirolítica de azúcares y tienen un aroma a caramelo o azúcar quemada. Se encuentran en gran número en el café. El furfural mercaptano es un constituyente esencial del aroma de café natural, tiene un agradable olor a café pero solo a muy bajas concentraciones (Allinger, 1984). El 2-metilfurano tiene aromas etéreas, el furfural a hierba y heno, y muchos de los furfuralcetonas aroma a caramelo o azúcar quemada. El 4-hidroxi-2,5-dimetil-3(2H)-furanona se ha descrito con una fragancia amplia desde caramelo de sabor a piña, aroma a almendras dulces y conserva de fresa. Mientras que el furfural alcohol se ha encontrado en altas concentraciones en los cafés de tueste oscuro, impartiendo notas amargas y características aromáticas de esos tipos de cafés (Rojas, 2005; Dark y Nursten, 1985).

2.2.2.5. Compuestos fenólicos. Están presentes en bajas concentraciones, incrementándose con el grado de tueste, ellos tienen aromas a clavo ahumado, quemado con notas amargas astringentes y medicinales. Son característicos de los cafés Robustas y los cafés de tueste fuerte, donde las concentraciones de los fenoles tienden a ser relativamente altas (Rojas, 2005; Dark y Nursten, 1985).

2.3. ACEITE DE CAFÉ

El contenido de aceite en el café en grano verde es de aproximadamente 18% (w/w). Esta consiste principalmente en triacilglicérols (TAG) 75%, diterpenos (principalmente cafestol y kahweol) (Araújo, *et al.*, 2008), ceras, ácidos grasos libres, esteroides y tocoferoles.

En general, los usos de los aceites dependen de los constituyentes identificados en estos. La presencia o ausencia de unos u otros depende de características como: condiciones geobotánicas (suelo, luz, humedad y la altitud), método de cultivo, almacenamiento del material vegetal, método de obtención del aceite (maceración, prensado, extracción con solventes, tipo de solvente, etc) (Albarracín y Gallo, 2003).

El aceite de café a partir de grano verde posee un alto contenido de ácidos palmítico y linoleico. Este aceite es un líquido a temperatura ambiente y tiene importantes aplicaciones en la industria cosmética por sus propiedades emolientes y su capacidad de bloquear los rayos solares dañinos a la salud de la piel humana (Alvarez y Rodríguez, 2000; Grollier y Plessis, 1988; Pelle, 1999).

El aceite de café obtenido a partir de café tostado, es considerado como un importante vehículo para el aroma y sabor del café (Martín, *et al.*, 2001). Además, este ha sido ampliamente utilizado en la industria de alimentos como saborizante por su estabilidad y perfil aromático (Bak y Grobbe, 1989; Kolling- Speer *et al.*, 1999)

Oliveira *et al.* (2006) compararon el perfil de ácidos grasos de granos de café defectuosos verdes y tostados como una alternativa de aprovechamiento de su aceite en la industria de alimentos y farmacéutica. Los resultados indicaron que no hubo diferencias significativas en la composición de ácidos grasos de aceites de granos verdes y tostados, sanos y defectuosos.

Oliveira *et al.* (2005) estudiaron la composición de ácidos grasos y volátiles del aceite de café tostado obtenido por prensado mediante cromatografía de gases y espectrometría de masas (GC-MS). El aroma fue obtenido mediante la técnica de succión de vacío del espacio de cabeza. La fracción lipídica estuvo compuesta principalmente por ácidos palmítico, linoleico, oleico, esteárico y araquídico y la fracción aromática por pirazinas, furanos y cetonas.

Un análisis discriminante lineal (ADL) y de componentes principales (ACP) del perfil de ácidos grasos de aceites de grano verde y tostado de las variedades robusta y arábica ha sido empleado para la diferenciación del tipo de grano de café (Martín *et al.*, 2001).

Vargas y colaboradores (1996) estudiaron la obtención de aceite de café obtenido por presión y su posterior microencapsulación en un proceso denominado microencapsulación por contacto. El café encápsulado fue utilizado para aromatizar café soluble liofilizado.

Nestle S.A. (Liu, R. 1979) patentó un procedimiento para producir cápsulas de café mediante la preparación de una emulsión formada por aceite de café y un destilado de café aromático, que luego es dispersada sobre la superficie de polvo fino de café instantáneo.

2.3.1. Técnicas de Extracción. Existen diferentes métodos de extracción de aceites. Entre los principales se encuentra: la extracción con disolventes, prensado, extrusión y la extracción con fluidos supercríticos.

2.3.1.1 Fluidos Supercríticos. Los fluidos supercríticos son sustancias que se encuentran por encima de su temperatura y presión críticas, en estas condiciones no son gases, ni líquidos, pero poseen propiedades de ambos que los hacen muy interesantes en procesos de extracción, cromatografía y en el diseño de micropartículas. La tecnología de extracción con fluidos supercríticos permite la obtención de productos de alta calidad y sin residuos contaminantes, respetando el medio ambiente, lo que los hace competitivos y con una demanda creciente a nivel internacional.

La viscosidad de los fluidos supercríticos (FS) puede ser de 5 a 30 veces inferior a la de los líquidos, lo que implica que los analitos se difundan fácilmente en FSC que en fases líquidas. Además, como los FSC poseen una tensión superficial prácticamente nula, su penetrabilidad en los materiales porosos es mucho más alta. La consecuencia más importante derivada de estas propiedades es que los FSC permiten realizar extracciones más rápidas y eficientes que los disolventes convencionales (Ordoñez *et al.*, 2006). En la tabla 4 se observa una comparación entre propiedades físicas y de transporte másico de gases, líquidos y FSC.

Tabla 4. Propiedades físicas de gases, líquidos y fluidos supercríticos

| Propiedades | Gas | FSC | Líquido |
|----------------------------------|------------|---------------|----------------|
| Densidad (g/ml) | 0,001 | 0,1 - 1 | 1 |
| Viscosidad (cP) | 0.01 | 0,1- 0,01 | 1 |
| Difusividad (cm ² /s) | 0,1 | 0,001- 0,0001 | < 0,00001 |

Fuente: Murray y Hansen, 1995

Algunas de las aplicaciones comerciales de los fluidos supercríticos en la industria alimentaria se encuentran en la extracción de aceites, ácidos grasos omega-3, aceites esenciales, alcaloides, antioxidantes naturales, aromas, saborizantes y colorantes entre otros (Palmer, 1995; Hurtado, 2002; Brunner, 2005). Las ventajas de esta tecnología se pueden resumir en la posibilidad de optimizar la selectividad de la extracción variando la densidad del fluido, ausencia casi total de residuos, bajo consumo energético, posibilidad de extracción de compuestos termolábiles y fácilmente oxidables, fácil eliminación del fluido utilizado, posibilidad de fraccionamiento de los extractos, empleo mínimo o nulo de disolventes orgánicos (Couto *et al.*, 2009; Mendiola, 2008).

Pero las ventajas de usar CO₂ supercrítico están en la calidad misma del aceite obtenido por este medio en comparación con los aceites extraídos con los disolventes orgánicos tradicionales (Mangold, 1983). Algunas de ellas son:

- Aceites prácticamente libres de fosfolípidos y glicolípidos. Los aceites convencionales contienen 1 - 3% de lípidos polares.
- Menor contenido de hierro y gopiol.
- Aceites más claros y desodorizados.
- Menores pérdidas por refinación y menor requerimiento de sosa cáustica.
- Posibilidad de obtener un aceite “hecho a la medida”

La obtención de aceites a partir de semillas oleaginosas ha sido estudiada por List y col. (1984) y Mangold (1983). De igual forma, Oliveira *et al.* (2001), estudió la extracción de aceite de café con CO₂ supercrítico, utilizando un análisis de la superficie de respuesta para las características sensoriales y el rendimiento del aceite aromático obtenido de café tostado brasileiro. Araujo y Sandi (2006) compararon la extracción de aceite de café por medio de los métodos soxhlet y con fluidos supercríticos basada en el contenido de diterpenos cafestol y kahweol. El estudio recomienda utilizar el aceite de grano verde por el alto contenido de diterpenos para usos cosméticos, mientras que el aceite de café tostado para la industria alimentaria por sus efectos saludables y estar libre de residuos de solventes orgánicos.

Se patentó el proceso de preparación de un aceite de café con un alto contenido de compuestos aromáticos basado en la descafeinización del café, tostado y la extracción del aceite con CO₂ supercrítico (Brimmer, 1995) y también la extracción de aceite de café y posterior separación, obteniendo una fracción lipídica y otra rica en aromas (Reglero *et al.*, 2003).

Ordoñez *et al.* (2006) evaluaron el método de extracción con dióxido de carbono (CO₂) supercrítico para la obtención de cafeína a partir de granos de café y se comparó con el método Soxhlet usando acetato de etilo, obteniendo mayor rendimiento con este último método, pero una menor especificidad, lo que evidenció la ventaja con CO₂ supercrítico sobre la tecnología convencional de extracción.

Couto *et al.*, (2009) estudiaron la extracción de lípidos a partir del residuo de café tostado con CO₂ supercrítico. En estas condiciones obtuvieron aceites cuya composición lipídica estaba formada principalmente por ácidos grasos linoleico (C18:2), palmítico (C16:0), oléico (C18:1).

2.3.1.2. Extracción con solventes volátiles. Consisten en una extracción sólido-líquido, se puede extraer componentes solubles de sólidos con ayuda de un disolvente. En este método, la muestra seca y molida se pone en contacto con solventes tales como alcohol, cloroformo, hexano, etc. Generalmente se utiliza a escala de laboratorio pues a nivel industrial resulta costoso por el valor comercial de los solventes. Además, la extracción con solventes siempre deja un residuo inherente en el aceite, particularmente de hexano que es el más comúnmente usado, pero que actualmente resulta prácticamente inaceptable en productos para el consumo humano y además su inflamabilidad lo hace poco deseable a nivel industrial (Vázquez, 2008).

Empleando la extracción con solventes se han realizado diferentes estudios como el desarrollado por Gonzáles (1998), el cual extrajo aceite a partir de rechazo de café para la manufactura de bloqueadores, concluyendo que el extracto del rechazo de café sí tiene potencial para ser utilizado como materia prima en la manufactura de bloqueadores solares. López (1999), realizó extracción de aceite con solventes a partir de subproductos de la trilla de café pergamino, demostrando que a partir de este tipo de subproductos es posible obtener aceite, como alternativa de aprovechamiento de estos. Pese a esto, la principal desventaja de este método consiste en la dificultad de separar los solventes del extracto sin que existan pérdidas de los componentes más volátiles. Además, el disolvente residual debe ser severamente reducido para cumplir las normas de salubridad cuando se requiere para la industria de alimentos (Reglero *et al.*, 2003) lo cual puede generar deterioro térmico del extracto (Follegatti, 2007).

2.3.1.3. Extrusión y Presado. Este proceso consiste básicamente en un sistema de prensado o compresión del material en estudio, con lo cual se logra la separación del aceite, del resto de los componentes del material (torta). Se trata de una técnica, que aunque puede dar un buen rendimiento, no es totalmente satisfactoria desde el punto de vista de la calidad del aceite obtenido que, si bien puede presentar una buena resistencia a la oxidación en estado bruto, presenta una menor resistencia a la oxidación una vez desodorizado, operación casi obligatoria a causa del olor a quemado generado por el propio proceso de prensado como lo mencionan Reglero *et al.* (2003). Además, infiere que el aceite de café obtenido por este método, presenta un contenido inferior de antioxidantes que el aceite logrado con FS. Por otra parte, Duran (2011) en su trabajo señala, que el aceite de café verde bruto obtenido por prensado en frío tiene un color marrón oscuro con un aspecto verdoso y turbio, atribuido a la presencia de pigmentos y otros componentes (por ejemplo, clorofila, diterpenos, esteroides, ceras, etc.)

López (2007), obtuvo aceite de café a partir de grano tostado por extrusión, obteniendo un aceite fijo de café, con una elevada carga volátil y una torta (producto mayoritario) en el proceso, a partir de la cual no se obtiene una bebida de café con buenas características organolépticas aunque si presenta un alto contenido de aceite (9% a 10%). Ramírez (2008), realizó la evaluación del rendimiento de extracción y caracterización del aceite fijo de café tostado tipo genuino antigua obtenido por el proceso de prensado. En este trabajo se comparó la extracción por presado con la extracción Soxhlet, mediante la cual se obtuvo un mayor rendimiento y afirma que por presado no se logra obtener la totalidad de extracto contenido en los granos. Además, el rendimiento en aceite también está determinado por el tipo de tuestión del grano, siendo los tuestes más intensos los que favorecen la formación de aceite.

2.3.2. Técnicas de Análisis:

2.3.2.1. Cromatografía de Gases (GC). Es una técnica analítica de separación y ofrece una buena resolución para compuestos orgánicos volátiles. En GC la fase móvil es un gas inerte (Nitrógeno, Helio o Hidrogeno), mientras que la fase estacionaria es sólida.

La mezcla de solutos a separar, una vez volatilizada, se hace pasar a través de la columna con la ayuda del gas portador, basándose la separación en la distinta velocidad de los solutos a su paso por la columna, los cuales van llegando a continuación al sistema de detección. Las señales del detector se registran adecuadamente obteniéndose una serie de picos que constituyen el cromatograma.

La posición de los picos (tiempo de retención) se utiliza con fines cualitativos, mientras que el tamaño de los mismos se relaciona con la concentración de los solutos (Valcárcel y Gómez, 1988). Esta técnica ha sido usada ampliamente para el estudio de diversos productos naturales.

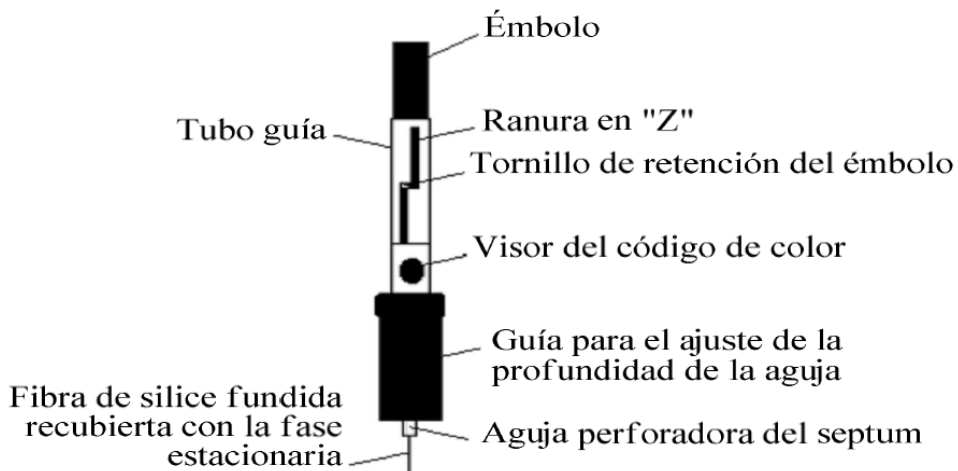
2.3.2.2. Microextracción en fase sólida (SPME). Se trata de una técnica preparativa que no requiere el uso de disolventes orgánicos. En ella se produce la adsorción o absorción de los analitos en el absorbente sólido o en el polímero líquido que está recubriendo una fibra de sílice fundida. Una vez que los analitos se encuentran en este recubrimiento polimérico se procede a la desorción de la fibra de un modo directo en el inyector del cromatógrafo, de este modo, toda la cantidad de analito extraída pasa al sistema cromatográfico (Azodanlou *et al.*, 1999). Por lo tanto, esta técnica implica la extracción, concentración y análisis en un solo paso.

La Microextracción en Fase Sólida (SPME, por sus siglas en Inglés), fue desarrollada a principios de los años 90 por el grupo de investigación de J. Pawliszyn (Pawliszyn, 1999). La mayoría de los métodos tradicionales usados para el análisis de compuestos volátiles en alimentos incluyen: destilación por vapor, técnica simultánea de destilación/extracción, extracción con solvente, entre otros. Estos métodos tienen varios inconvenientes inclusive tiempos largos de preparación y el uso de solventes orgánicos (Pawliszyn, 1999).

Existe dos formas de extracción posibles en SPME: Inmersión directa y extracción en espacio de cabeza o headspace (HS-SPME). En la primer forma, se introduce la fibra directamente en la muestra, presentándose una relación, entre la cantidad de analito adsorbida por la fibra en el estado de equilibrio, y la concentración de éste en la muestra. En la segunda forma, los analitos son extraídos de la fase de vapor equilibrada en la muestra. Éstos necesitan ser transportados a la fracción volátil antes de ser absorbidos por la fibra. Esta extracción permite proteger la fibra de compuestos de elevado peso molecular y modificar la matriz de la muestra, como por ejemplo variando el pH, sin dañar la fibra.

Entre las ventajas que presenta esta técnica extractiva, se encuentra el bajo costo; puede ser automatizada; requiere pequeños volúmenes de muestra y generalmente no requiere el uso de disolventes orgánicos. También, se aplica a la determinación de compuestos de diferente volatilidad, se puede utilizar con todos los tipos de muestras, ya sean gaseosas, líquidas o sólidas. Además, debido a su diseño, es fácilmente transportable por lo que la hace una técnica muy adecuada para realizar análisis de campo. Como inconveniente se puede mencionar que debido a la limitada capacidad de las fibras (la cantidad de recubrimiento es muy pequeña) en ocasiones se obtienen límites de detección bajos, sobre todo si la SPME se utiliza combinada con la cromatografía de líquidos (Pawliszyn, 1997).

Figura 2. Dispositivo de Microextracción en fase solida (SPME).



Fuente: Mestres, 2000.

Bastidas (2011), en su trabajo reporta que la efectividad en la extracción de los analitos depende de varios parámetros entre ellos el tipo de fibra, volumen de muestra, tiempo y temperatura de extracción, presencia de sales, pH del medio, modo de extracción y desorción de los analitos en la fibra, los cuales deben ser establecidos previamente .

Amstalden *et al.* (2001), afirman que HS-SPACE es una técnica simple y es una buena herramienta para el análisis de aroma de café, ya que permite una buena repetibilidad de los ensayos y es más sensible con respecto a otras técnicas como la destilación. Oliveira *et al.* (2005), también emplearon esta técnica para la identificación de componentes volátiles en aceite de café tostado del Brasil obtenido por prensado, identificando Pirizinas, piridinas, furanos y otros derivados no descritos en la literatura. Además es efectiva para la caracterización de cafés tanto de diferentes regiones como variedades, acoplado a cromatografía de gases/espectrometría de masas (GC/MS), donde se han podido diferenciar muestras de *C. arabica* y *C. robusta* de 8 partes diferentes del mundo (Zambonin *et al.*, 2005)

La técnica de HS-SPME ha sido ampliamente utilizada para el análisis de la composición de la fracción volátil de diferentes matrices, con diferentes objetivos como el de identificar y cuantificar compuestos volátiles producto en un material de envasado de alimentos esterilizado con radiación (Oliveira *et al.*, 2012); cuantificación de metabolitos secundarios volátiles en plantas (Stashenko *et al.*, 2003) y de compuestos como los furanos en alimentos (Altaki *et al.*, 2009). En

general es una técnica muy efectiva para la preparación de la muestra en el análisis de componentes volátiles en frutas y vegetales (Ceballos y Pino, 2005)

2.3.2.3. Análisis Sensorial de Café. Este tipo de análisis se ocupa de la medición y cuantificación de las características de un producto, en este caso del café, las cuales son percibidas por los sentidos especialmente por el olfato y el gusto, que permiten establecer los diferentes tipos de café y así poder elegir con propiedad aquel que genere la mejor bebida.

El olfato es un parámetro importante a la hora de evaluar sensorialmente un café. Entre las características olfativas se encuentran:

- Las que constituyen su fragancia: Proviene principalmente de la variedad de la planta, de la tierra en la cual se cultivó y de su beneficio. Pueden ser florales, afrutadas, vegetales y herbáceas
- Las que dan origen al aroma: se producen durante el proceso de tostado del café, momento durante el cual el grano se transforma totalmente apareciendo más de 700 componentes aromáticos distintos. Los aromas del café pueden ser clasificados en frutos secos, acaramelados, achocolatados, jarabes y cereales

Los aromas son percibidos en grados distintos de intensidad y cada una de las características citadas anteriormente pueden ser captadas de forma fuerte o débil, intensa o evanescente, franca o alterada, neta o imprecisa

El sabor por su parte es una sensación global, suma de cuatro factores básicos: dulce, salado, ácido y amargo. En mayor o menor medida, es posible encontrar estos cuatro factores en todos los cafés, y son producidos por los siguientes componentes:

- Dulce: Proteínas y carbohidratos
- Salado: potasio, fósforo, calcio
- Acido: Clorogénico, cítrico, Tartárico, Málico
- Amargo: cafeína

En aceite de café, este tipo de análisis se ha llevado a cabo como una de las herramientas para determinar la calidad del aceite obtenido. De esta manera, López (2007), realizó un análisis sensorial en aceite de café extraído por presado evaluando solamente el aroma, esto debido a que una parte significativa del contenido aromático del café tostado, que varía según el método de extracción usado, sale con él. Por otra parte, Moreno *et al.* (2006) Después de haber obtenido el aceite de café a partir de café supremo y pasilla, realizaron un análisis sensorial valorando el aroma, sabor y color, empleando una escala de 1 a 9,

siendo 1 un aceite de rechazo y 9 un aceite de excelente calidad por cada parámetro evaluado.

- **Catación:** es la descripción y/o medición de características físicas y organolépticas del café. Puesto que permite evaluar atributos, cualidades y defectos, se convierte en una herramienta de control de calidad al final del proceso de transformación del producto (Gallego, 2001).

Los atributos que generalmente se evalúan en un proceso de catación de acuerdo a la Specialty Coffee Association of America (SCAA) son:

- a. **Fragancia/aroma:** definida como el olor del café de la muestra molida cuando todavía está seca, mientras que el aroma se define como el olor del café mezclado con agua caliente.

Se evalúa en tres pasos:

- Oler la muestra puesta en la taza antes de ser mezclada con agua vertida al café.
- Oler los aromas mientras se rompe la espuma
- Oler los aromas liberados por el café al ser remojado.

Los aromas específicos se pueden anotar bajo el concepto de las cualidades y la intensidad de la muestra seca, la espuma y los aspectos de aroma húmedo. La evaluación dada al final debe reflejar la preferencia de los dos aspectos de fragancia/aroma de la muestra.

- b. **Sabor:** representa la característica principal del café. Es una impresión combinada de todas las sensaciones gustativas y aromas que van de la boca a la nariz. El puntaje dado al sabor debe justificar la intensidad, a calidad y la complejidad de su sabor y el aroma combinados, que se experimenta cuando el café es sorbido en la boca para implicar vigorosamente el paladar entero en la evaluación.
- c. **Sabor residual:** Se define como la duración de las cualidades positivas del sabor (sabor y aroma) que se perciben en la parte posterior del paladar y se quedan después de que el café se expectora o se traga. Si el sabor residual es corto o desagradable, se da una puntuación baja.
- d. **Acidez:** Se describe como brillantez, cuando es favorable o agria, cuando es desfavorable. En su mejor forma, la acidez contribuye a una vivacidad del café, al dulzor y al carácter de fruta fresca y es experimentada y evaluada inmediatamente cuando el café es sorbido en la boca. La acidez que es

excesivamente intensa o dominante puede ser desagradable, sin embargo, la acidez excesiva no puede ser apropiada al perfil del sabor de la muestra.

- e. **Cuerpo:** se basa en la sensación táctil del líquido en la boca, especialmente como se percibe entre la lengua y el paladar superior de la boca. La mayoría de las muestras con cuerpo pesado pueden recibir un puntaje alto en términos de calidad debido a la presencia de coloides (de infusión). Sin embargo, algunas muestras con el cuerpo ligero pueden tener también una sensación agradable en la boca.
- f. **Balance o equilibrio:** como todos los diferentes aspectos del sabor: sabor, sabor residual, acidez y cuerpo de la muestra trabajan juntos y se complementan, o se contrastan uno al otro, lo resultante es el balance. Si la muestra no tiene ciertos atributos de aroma o sabor o si algunos atributos se opacan, el puntaje del balance se reduciría.
- g. **Dulzor:** se refiere a una plenitud agradable del sabor así como algún dulzor obvio o su percepción es el resultado de la presencia de ciertos carbohidratos. Lo contrario del dulzor en este contexto es el agrio, astringencia o los sabores verdes. Esta cualidad no se puede percibir directamente en productos cargados de sacarosa tal como los refrescos, pero afecta otros atributos del sabor.
- h. **Taza limpia:** se refiere a una falta de impresiones negativas de la primera ingestión hasta el sabor residual, una transparencia en la taza. Al evaluar este atributo, se debe prestar atención a la experiencia total del sabor del tiempo de la ingestión inicial al tragar o la expectoración final. Cualquier sabor o aroma sin características típicas del café descalifica una taza individual.
- i. **Uniformidad:** se refiere a la consistencia del sabor de las tazas de la muestra probada. Si las tazas saben diferente, la calificación de este aspecto no será alta. Se dan 2 puntos para cada taza que presenta este atributo, con un máximo de 10 puntos si todas las tazas son iguales.
- j. **Puntaje catador:** El aspecto total del puntaje se da para reflejar la calificación integrada de la muestra como es percibida por el panelista individual. Una muestra con muchos aspectos sumamente agradables, pero que no lleguen exactamente a la medida recibiría una evaluación más baja. Un café que cumple con las cualidades en cuanto a su carácter y la calidad particular del sabor de su origen recibirá un puntaje alto.
- k. **Defectos:** son sabores negativos o malos que bajan la calidad del café. Estos se clasifican de dos maneras. Un defecto ligero es un des-sabor que es notable, pero no choca, encontrado generalmente en los aspectos aromáticos. Al defecto ligero se le da un 2 en la intensidad. Un defecto es un des-sabor,

encontrado generalmente en los aspectos del sabor, que chocan o dejan la muestra no tomable y se le da un 4 en la escala de la intensidad. El defecto se debe clasificar primero como un defecto ligero o como un defecto.

El rechazo es un defecto más grave que puede ser descrito como agrio, fermentado, fenólico, entre otros. El número de tazas en que se encuentra el defecto es entonces notado y la intensidad del defecto se registra como un 2 o 4. El puntaje de la intensidad del defecto se multiplica por el número de tazas que lo presentaron y este valor es restado del puntaje total según las instrucciones del formato de catación.

- I. **Puntaje final:** Es calculado primero sumando los puntajes individuales dados para cada uno de los atributos primarios. Los defectos entonces se restan de la cuenta total para llegar a la cuenta final. El puntaje final que se obtiene define significativamente la calidad, la cual expresa en la siguiente tabla.

Tabla 5. Escala de clasificación SCAA para el mercado de cafés especiales Q (Coffee Quality Institute)

| Puntaje Total | Descripción de la especialidad | Clasificación |
|----------------------|---------------------------------------|----------------------|
| 95 – 100 | Ejemplar | GRADO ESPECIAL |
| 90 – 94 | Extraordinario | |
| 85 – 89 | Excelente | |
| 75 – 84 | Muy Bueno | GRADO Q PREMIUM |
| 70 – 74 | Bueno Certificable | DEBAJO DE GRADO Q |
| 60 – 69 | Comercial | |
| 50 – 59 | Bajo muestra | |
| 40 – 49 | Bajo muestra | |
| < 40 | Fuera de grado | |

Fuente: Jamondino y Torres, 2009

Figura 3. Pirámide de la calidad para el mercado de cafés especiales Q (Coffee Quality Institute).



Fuente: Jamondino y Torres, 2009

Cabe resaltar que existen normas que brindan las definiciones más comúnmente empleadas en el análisis sensorial del café, tales como:

NTC 3314. Café y sus productos. Vocabulario, términos y definiciones.

NTC 3501. Análisis sensorial. Vocabulario, términos y definiciones-

NTC 2758. Análisis sensorial. Vocabulario.

2.4. APLICACIONES INDUSTRIALES DEL ACEITE DE CAFÉ DE GRANO TOSTADO

El aceite de café extraído con fluidos supercríticos es un aceite de alta calidad por sus significativas características en su aroma, sabor, composición y no poseer residuos de solventes tóxicos (Araujo y Sandi, 2006). Por estas razones es susceptible de ser utilizado en la industria alimentaria y cosmética principalmente, de acuerdo a los siguientes usos:

- **Potencializador de sabor:**

Gracias a su representativa carga volátil y sabor característico, existe un gran interés en el uso de aceite de café para aumentar el potencial aromático y de sabor en bebidas de café, enriquecer el olor de los cafés instantáneos pobres en

aroma, así como en el mejoramiento de la calidad sensorial de cafés que no presentan buenas características organolépticas en las pruebas de taza.

Por otra parte a nivel internacional se prevé una creciente demanda para este producto, especialmente por parte de las grandes multinacionales de la industria alimentaria, debido principalmente a que el mercado demanda cada vez, más productos derivados del café, sobre todo de concentrados comerciales de aromas y sabores naturales de café tostado, cuyo valor comercial cada día asciende, dado el uso que puede tener en los llamados alimentos de lujo (Reglero *et al.*, 2003).

Debido a que el aceite de café es susceptible a la oxidación de sus lípidos existen estudios que consideran la microencapsulación del aceite de café como tema interesante ya que puede representar una alternativa prometedora en la industria de alimentos como ingrediente y en la cosmética (Frascareli *et al.*, 2012), aprovechando de esta manera su composición y demás atributos del café.

- **Como saborizante en bebidas**

Puede ser utilizado para las elaboraciones bebidas, como lo es el café embotellado o enlatado, la cual es una bebida que ha sido popular en países asiáticos durante muchos años, en especial en Japón y Corea del Sur, en el que han utilizado esencia de café (Ramírez, 2008).

- **Como saborizante en pastelería, chocolatería y en confitería**

Podría tener uso como saborizante para golosinas, pasteles, pudines, postres a base de leche u otras grasas, en el que predomine el sabor a café, en coberturas de chocolate en confitería y en heladerías para aromatizar helados, bombones, así como para hacer el moka tradicional (un bizcocho cubierto de una gruesa capa de crema con mantequilla, azúcar y café) (Ramírez, 2008).

- **Cosmética**

El aceite de café podría ser utilizado como principio activo (responsables de realizar la función a la que está destinado el cosmético) o haciendo parte de una matriz cosmética junto a otro aceite, actuando además como excipiente o vehículo, las cuales son las sustancias con que se mezclan o se disuelven los principios activos ya que estos no se pueden aplicar puros. Esto, gracias a su composición en ácidos grasos importantes para el tratamiento de pieles como el ácido linoleico, linolénico y oleico

Estudios reportados por Esquivel y Jiménez (2012) dan a conocer una actividad antibacteriana contra varios microorganismos, tales como *Staphylococcus aureus*, *Streptococcus mutans* y varias cepas de enterobacterias, probablemente debido a

la actividad antimicrobiana de varios componentes característicos del café, tales como el ácido cafeico, trigonelina, la cafeína, el ácido clorogénico y ácido protocatéquico, así como de melanoidinas generadas durante el proceso de tuestión. Por tal motivo el aceite de café podría ser empleado en productos cosméticos antibacteriales como jabones, geles entre otros.

Además, al café tostado le confieren propiedades desintoxicantes y por ello es considerado excelente para el tratamiento de la piel y para tratar la piel de naranja por su poder diurético, pero aplicado de forma cosmética sobre el cuerpo. Sirve como reafirmante de la piel, por eso se recomienda para tratar la celulitis (El Café en la cosmética).

3. OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GENERAL

Determinar la calidad y el rendimiento del aceite de café (*Coffea arabica*) de grano tostado extraído con CO₂ supercrítico.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar el efecto de las condiciones del proceso de extracción supercrítico en el rendimiento y composición del aceite de café de grano tostado.
- Caracterizar el aceite de café obtenido de grano tostado de acuerdo a su perfil lipídico y aromático mediante cromatografía de gases y espectrometría de masas GC-MS.
- Comparar el rendimiento y composición del aceite de café (*Coffea arabica*) obtenido por el método de extracción soxhlet y con CO₂ supercrítico.

4. METODOLOGÍA

4.1. OBTENCIÓN DEL CAFÉ

El café tostado y molido empleado en este estudio fue suministrado por Empresas de Nariño Ltda. Las muestras de café (*Coffea arabica*) correspondieron a una mezcla de granos variedad Colombia, Caturra y Castilla, procedentes de manera aleatoria de la zona noroccidental del departamento de Nariño con una humedad del 11,5%, Café excelso UGQ 1,5 % bajo malla 14.

Para la obtención de las muestras de café tostado, los granos de café fueron sometidos a 200°C, por un tiempo de tuestión de 13 minutos (tuestión media) alcanzando un color clasificación Agtron / SCAA No. 45 (Medio oscuro). El puntaje en catación obtenido de este café fue de 80 puntos.

4.1.1. Determinación análisis químico proximal del café tostado y molido. Se realizó un análisis químico proximal del café tostado y molido en Laboratorios Especializados de la Universidad de Nariño, de acuerdo a los métodos y técnicas establecidas en la siguiente tabla.

Tabla 6. Análisis químico proximal y minerales de café tostado y molido

| Parámetro | Método | Técnica |
|-------------------------|---------------------------------|---------------------|
| Humedad | Secado estufa | Gravimétrica |
| Materia seca | Secado estufa | Gravimétrica |
| Ceniza | Incineración Mufla | Gravimétrica |
| Extracto etéreo | Extracción Soxhlet | Gravimétrica |
| Fibra cruda | Digestión ácida-básica | Gravimétrica |
| Proteína | Kjeldahl (N*6,25) | Gravimétrica |
| Extracto No Nitrogenado | Cálculo matemático | Cálculo matemático |
| Calcio | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica |
| Fósforo | Oxidación húmeda, Colorimetría | Espectrofotométrica |
| Magnesio | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica |
| Potasio | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica |
| Azufre | Oxidación húmeda, Turbidimetría | Espectrofotométrica |
| Hierro | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica |
| Manganeso | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica |
| Zinc | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica |
| Cobre | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica |

Fuente: Esta investigación

4.1.2. Determinación del tamaño promedio de partícula. Para determinar el tamaño promedio de partícula del café tostado y molido empleado en las extracciones se realizó el procedimiento descrito en la NTC 2441. Método para la Determinación del Tamaño de Partícula, utilizando los siguientes tamices. Se realizaron 3 repeticiones y los cálculos respectivos para el análisis granulométrico se llevaron a cabo a partir del promedio de los datos.

Tabla 7. Apertura de tamices

| Abertura (µm) | Designación equivalente tamices ASTM |
|----------------------|---|
| 850 | 20 mallas |
| 600 | 30 mallas |
| 425 | 40 mallas |
| 300 | 50 mallas |
| 212 | 70 mallas |

Fuente: NTC 2441, 1996

Para el análisis granulométrico se calculó el porcentaje retenido en cada malla y el porcentaje acumulado, descartando la fracción del fondo.

Para los diferentes porcentajes de retención se calculó el siguiente término:

$$\ln(\ln(100/\%R))$$

Dónde:

$\%R$ = es el porcentaje de retención acumulado

Luego se calculó el logaritmo natural del diámetro de cada malla empleada. Se construyó una gráfica $\ln(\ln(100/\%R))$ Vs $\ln(\text{apertura de malla})$ localizando cada pareja de puntos. Luego se trazó una recta que cubría la mayoría de puntos.

Para encontrar el tamaño promedio de partícula se reemplazó el porcentaje de retención por 50 y se calculó el término $\ln(\ln(100/50))$, lo cual equivale a 0,37. Para este punto se determinó sobre el eje X el tamaño de diámetro correspondiente (expresado en micrómetros), realizando el respectivo despeje en la fórmula de la recta obtenida.

4.2. EXTRACCIÓN DE ACEITE DE CAFÉ TOSTADO Y MOLIDO CON CO₂-SUPERCRÍTICO

El proceso de extracción de aceite de café tostado y molido, se realizó utilizando la tecnología de extracción con CO₂ supercrítico en un equipo SFE-1000F-2-BASE de THAR, el cual se muestra en la Figura 4, ubicado en las instalaciones de la empresa Duas Rodas Colombia. El equipo consta de un sistema de regulación y control de presión, temperatura y flujo de CO₂ que opera través del software ICM (Instrument Control Modules). El CO₂ fue comprado en cilindros de 25 kg con sifón a OXINDUSTRIALES Ltda con una pureza del 99,8%.

Figura 4. Equipo de extracción con Fluidos supercríticos SFE-1000F-2-BASE de THAR



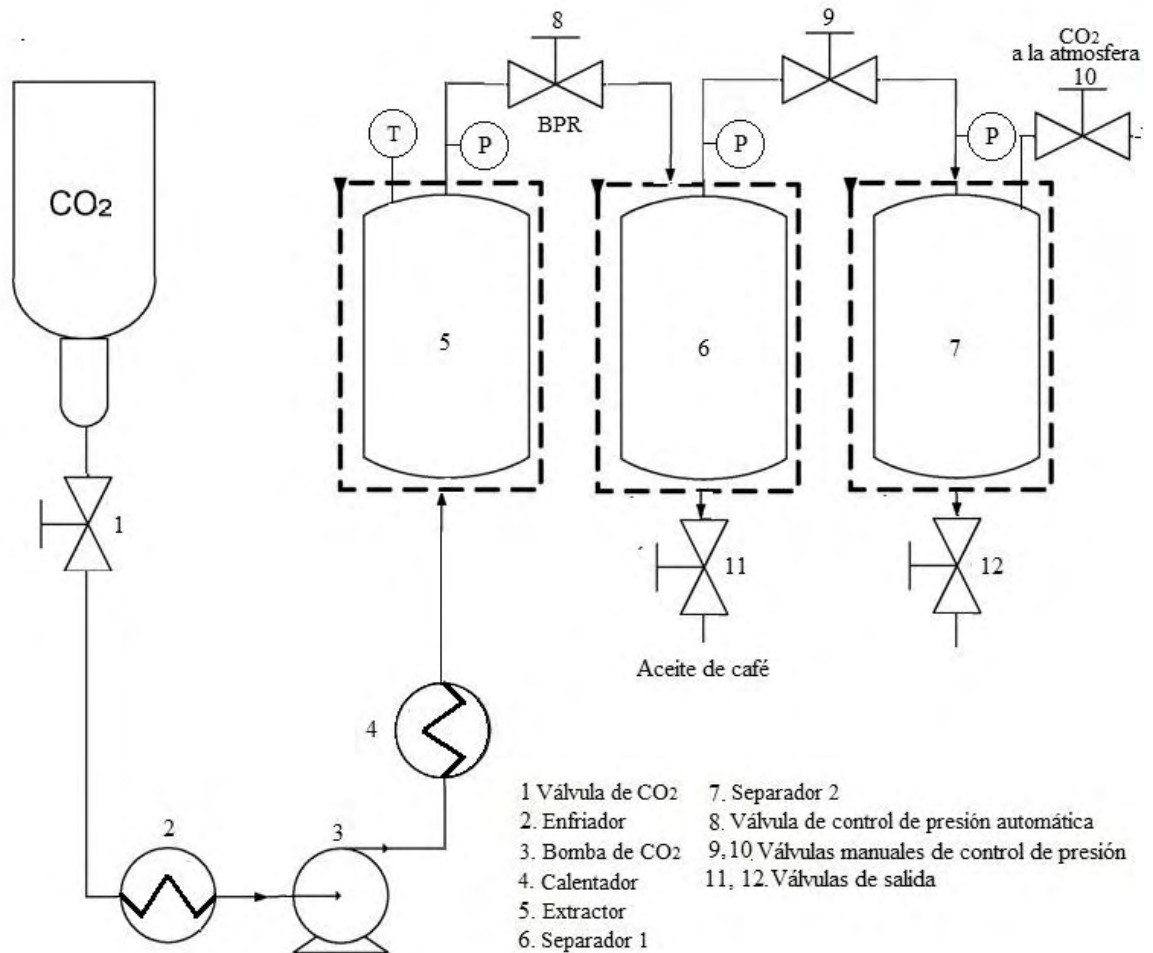
Fuente: Este estudio.

Se evaluaron diferentes condiciones de extracción, presión y temperatura, en una extracción de tipo dinámica, manteniendo un flujo continuo de CO₂ de 70 g.min⁻¹ y un tiempo de 2 horas de extracción. En cada experimento se utilizó un tamaño de muestra de café tostado y molido de 200 g con un tamaño promedio de partícula de 490 µm. Los extractos se almacenaron en frascos ambar a 4°C para su posterior análisis.

El tiempo de extracción se estableció realizando una curva de extracción (Ver Anexo 2).

El diagrama del proceso se muestra en la Figura 5.

Figura 5. Diagrama de proceso de Equipo de extracción SFE-1000F-2-BASE de THAR



Fuente: Este estudio.

Se realizó una extracción de aceite de café a partir de café tipo excelso y de consumo local, bajo condiciones de extracción de presión y temperatura, consideradas como optimas en el presente estudio en cuanto a rendimiento y perfil de ácidos grasos. Los ensayos se realizaron por duplicado.

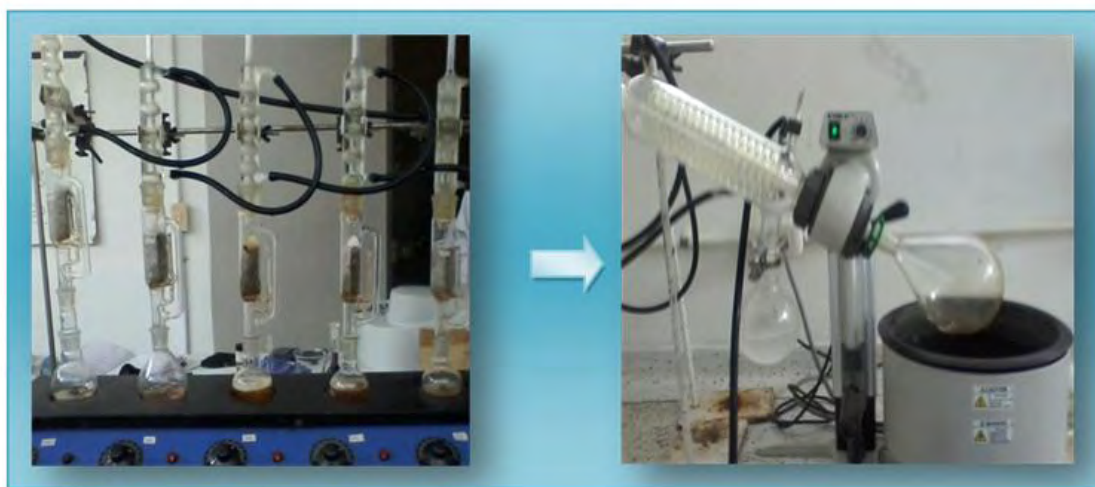
El café catalogado en este estudio como de consumo local, es un café comercial marca Morasurco, adquirido en un supermercado de la ciudad de San Juan de Pasto.

4.3. EXTRACCIÓN SOXHLET DE ACEITE DE CAFÉ DE GRANO TOSTADO Y MOLIDO.

Se realizó la extracción Soxhlet de aceite de café tostado y molido, con el fin de comparar con el proceso de extracción con CO₂-SC. La extracción se llevó a cabo en un montaje Soxhlet ubicado en las instalaciones de la planta piloto de la Universidad de Nariño a 2527 m.s.n.m. Cada uno de estos montajes constan del recipiente contenedor de solvente (donde se deposita el extracto), la cámara de extracción (en la que se deposita la muestra) y de un condensador (para condensar sobre la muestra los vapores de solvente que provienen del contenedor del solvente) (Figura 6).

Para realizar la extracción, la muestra (café tostado molido), se colocó en un papel filtro (material poroso) y se ubicó en la cámara de extracción del equipo Soxhlet. Se calentó el hexano, situado en el recipiente contenedor de solvente hasta ebullición, el vapor del solvente ascendió hasta el condensador, lo cual permitió que el solvente se deposite gota a gota sobre la muestra, logrando así la extracción del aceite. La extracción de aceite de café a partir de grano tostado y molido se realizó a presión atmosférica (0,98 atm), empleando 150 mL de hexano a 69°C, (correspondiente a su punto de ebullición). El tiempo de extracción fue de 8 horas. Posteriormente, el extracto se sometió a rotaevaporación en un evaporador rotatorio Eyela Oil Bath OSB-2000 y las trazas de solvente se removieron por calentamiento a 103°C por 2 horas.

Figura 6. Montaje de extracción soxhlet y rotaevaporador



Fuente: Este estudio.

4.4. DETERMINACIÓN DEL RENDIMIENTO DEL ACEITE DE CAFÉ

El rendimiento se determinó realizando el cálculo a partir de la cantidad de aceite de café obtenido por unidad másica de materia prima en términos porcentuales (g de aceite/g de materia prima x 100).

Figura 7. Balanza analítica METTLER TOLEDO. NEW CLASIC MF ML204/01



Fuente: Este estudio.

4.5. ANÁLISIS CROMATOGRÁFICOS

El aceite de café obtenido a partir de grano tostado, fue analizado por cromatografía de gases con detector de ionización de llama GC-FID y también por espectrometría de masas GC-MS, de acuerdo al método propuesto por Oliveira *et al.* (2006), que considera el análisis del aceite en función de la composición de ácidos grasos mediante transesterificación del aceite a sus correspondientes ésteres metílicos (FAME's).

4.5.1. Extracción de los metil ésteres de los ácidos grasos (FAME). Para realizar la derivatización de las muestras de aceite, a 200 μ L de aceite se le adicionaron 5 mL de solución derivatizante de Metanol: Ácido Clorhídrico al 5% y se sometió a un baño de agua a 50°C por 8 horas; los esteres metílicos de ácidos grasos se separaron con n-hexano grado HPLC.

4.5.2. Cromatografía de gases acoplada a un detector de ionización en llama (GC-FID). El análisis cromatográfico de los aceites se realizó en Laboratorios Especializados de la Universidad de Nariño sede Torobajo Pasto (Nariño), en un cromatógrafo de gases Shimadzu GC 17A versión 3 (Figura 8), equipado con un inyector split/splitless a temperatura de 250 °C, relación split 1:10 y un detector de ionización en llama (FID) (280 °C). Los datos cromatográficos fueron adquiridos y procesados con un programa Shimadzu Class VP 4.3. Para la separación de mezclas se utilizó una columna capilar DB-WAX (J&W Agilent Scientific) de 30 m x 0,25 mm D.I. y 0,25 μm de una fase estacionaria de 5% fenil-polimetilsiloxano. La temperatura del horno fue programada de 40 °C (5 min) hasta 250 °C a 5 °C min^{-1} . El gas de arrastre y gas auxiliar empleado fue helio (99,99%, Aga-Fano S.A) a flujo de 1 $\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$, las velocidades de flujo para gases de combustión en el FID fueron 300 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ para el aire y 30 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ para el hidrógeno, el volumen inyectado de los extractos fue de 1,0 μL . Se utilizaron patrones de Metil Esteres de ácidos grasos para la respectiva comparación. La identificación de los compuestos se realizó utilizando los índices de retención de Kovats, usando una serie de n-alcenos (C6-C32) (Adams, 2001) y mediante comparación de los espectros de masas obtenidos con aquellos de la librería de espectros Wiley. La cuantificación se realizó mediante el cálculo del porcentaje relativo del área cromatográfica.

Figura 8. Cromatógrafo de gases SHIMADZU GC-17 A con detector de ionización de llama FID– Universidad de Nariño



Fuente: Este estudio.

4.5.3. Cromatografía de gases acoplada a un detector selectivo de masas (GC-MS). Para confirmar la identificación de ácidos grasos del aceite de café, se realizó un análisis por GC-MS en Laboratorios Especializados de la Universidad de Nariño en un cromatógrafo de gases/espectrómetro de masas Shimadzu QP2010S equipado detector selectivo de masas QP2010S, modo full scan (35-400 umas). Temperatura de la interfase 260°C, modo de ionización por impacto electrónico (EI a 70eV). Para la separación de mezclas se utilizó una columna capilar DB-WAX (J&W Agilent Scientific) de 30 m x 0,25 mm D.I. y 0,25 μm de una fase estacionaria de 5% fenil-polimetilsiloxano. La temperatura del horno fue programada de 40 °C (5 min) hasta 250 °C a 5 °C min^{-1} . El gas de arrastre y gas auxiliar empleado fue helio UAP (99,99%, Aga-Fano S.A) a flujo de 1 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$. La identificación tentativa de los ácidos grasos de las muestras de aceite de café se realizó por comparación de los espectros de masas de la base de datos NIST y Adams (2004).

4.6. ANÁLISIS DEL AROMA POR MICROEXTRACCION EN FASE SÓLIDA (HS-SPME)

4.6.1. Análisis por HS-SPME y GC-FID. La técnica de Microextracción en fase sólida del espacio de cabeza (HS-SPME), fue utilizada para la extracción de los compuestos responsables del aroma (COVs) de las muestras de los aceites de café tostado obtenidas en los ensayos. Se tomaron 200 μL de las muestras de aceite de café, cada muestra se llevó a un vial de 8 mL sellado herméticamente con una septa de goma y se llevó a un sistema de calentamiento y agitación constante para cada extracción (Figura 9), empleando las siguientes condiciones de extracción: 71 °C, 60 minutos y la fibra DBV/CarboxenTM/PDMS, las cuales fueron optimizadas por Bastidas (2011) y se empleó un tiempo de desorción de 5 minutos a 270°C. La separación y la detección de las sustancias aisladas se realizaron en un cromatógrafo de gases Shimadzu GC 17A versión 3 (Figura 8), equipado con un detector FID (280 °C) y columna capilar DB-WAX (J&W Agilent Scientific) de 30 m x 0,25 mm D.I. y 0,25 μm .

La identificación preliminar de los compuestos se realizó calculando el índice de retención relativo (Índice de Kovats) empleando una serie de n-alcanos (Restek, C6- C32) analizados a las mismas condiciones, empleando los índices de retención relativa reportados por la base de datos NIST-Webbook, Supelco y algunos autores (Bastidas, 2011; Gonzales- Ríos, 2007). Esto permitió una identificación tentativa de cada uno de los compuestos.

El cálculo del índice de Kovats se realizó a partir a partir del tiempo de retención de cada compuesto, utilizando la ecuación 1.

$$I_k = 100n + \left(\frac{T_{Rx} - T_{Rn}}{T_{RN} - T_{Rn}} \right) \times 100 (N - n) \quad \text{Ecuación 1.}$$

Dónde:

IK = Índice de Kovats

x = Analito problema

n = Número de átomos de carbono del alcano que eluye antes de x

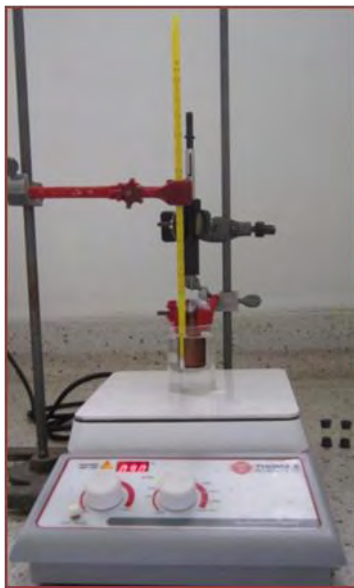
N = Número de átomos de carbono del alcano que eluye después de x

TRx = Tiempo de retención ajustado del analito x.

TRn = Tiempo de retención ajustado del n-alcano que eluye antes de x.

TRN = Tiempo de retención del n-alcano que eluye después de x.126

Figura 9. Montaje técnica HS-SPME



Fuente: Este estudio.

4.6.2. Análisis por HS-SPME y GC-MS: En el Laboratorio de Cromatografía de la Universidad Industrial de Santander, se determinó la composición química volátil (cantidad relativa, % e identificación tentativa) de una muestra de aceite de café de grano tostado extraída con CO₂-SC a 225 bar y 36°C, empleando la técnica de HS-SPME, monitoreando la fase vapor con una fibra de sílice fundida recubierta con PDMS/DVB de 65 μm de espesor. La separación y la detección de las

sustancias aisladas se realizaron en un cromatógrafo de gases AT 6890 Serie Plus (Agilent Technologies, Palo Alto, California, EE.UU.) acoplado a un detector selectivo de masas (Agilent Technologies, 5975 Inert XL), operado en el modo de barrido completo de radiofrecuencia (full scan). La columna empelada en el análisis fue DB-5MS (J & W Scientific, folsom, CA, EE.UU), de 5%-fenil-poli(dimetilsiloxano), 60 m x 0,25 mm x 0.25 μm . La inyección se realizó modo Split (30:1), con el dispositivo de SPME.

De igual forma, en Laboratorios Especializados de la universidad de Nariño se realizó el análisis mediante GC-MS, con el fin de confirmar compuestos identificados de la muestra extraída con $\text{CO}_2\text{-SC}$ a 225 bar y 36°C. El tratamiento de la muestra se realizó como se describe en el numeral 4.6.1 empleando HS-SPME. Para el análisis, se utilizó una fibra SPME de 65 μm (PDMS/DVB/CARBOXEN, Supelco, Bellefonte, USA.). La separación y la detección de las sustancias aisladas en un cromatógrafo de gases/espectrómetro de masas Shimadzu QP2010S equipado con detector selectivo de masas QP2010S (full scan), inyector *splitless* a 270 °C Holder SPME (Supelco) y se empleó una columna DB-WAX (J&W Agilent Scientific. 30 m x 0,25 mm x 0,25 μm). La identificación tentativa de los compuestos de las muestras de aceite de café se realizó por comparación de los espectros de masas, empleando la base de datos NIST y Adams (2004).

4.7. ANALISIS SENSORIAL

Un catador experto del Laboratorio del Café de la Asociación de Productores de café de la Unión, Nariño (Jairo Muñoz- ASPROUNIÓN), quien presenta una amplia trayectoria en el ámbito de la catación de cafés especiales, realizó el análisis sensorial de las muestras de aceite de café obtenidas bajo las diferentes condiciones de extracción supercrítica estudiadas, como se muestra en la figura 10.

Para la catación del aceite de café, el aceite se cató de forma directa, es decir, sin previa dilución del aceite en agua con el fin de percibir mejor sus atributos. Se evaluaron variables típicas de un análisis sensorial de café tostado y molido, tales como: fragancia, sabor, sabor residual, acidez, cuerpo, balance, dulzor y taza limpia, diligenciando un formulario de catación de la Asociación de Cafés Especiales de América (Anexo 3) donde se discriminan dichos atributos.

Figura 10. Percepción de los atributos del aceite de café de grano tostado

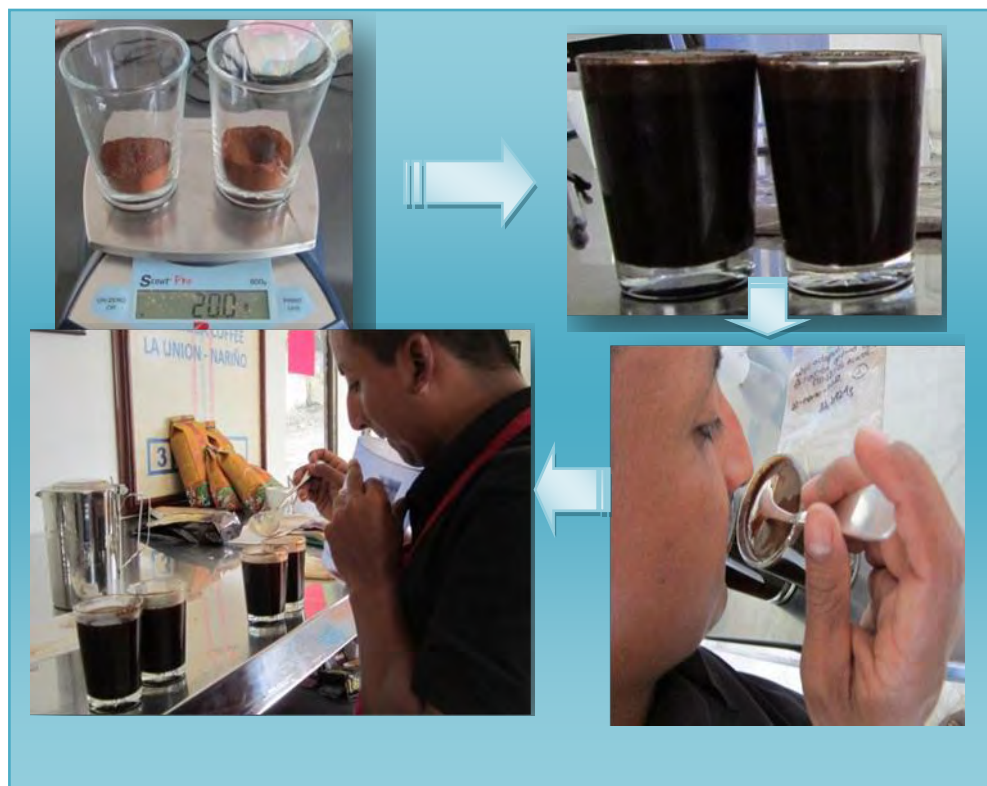


Fuente: Este estudio.

De igual forma, se realizó un análisis sensorial al café tostado y molido tras la extracción supercrítica con el fin de evaluar las características de este café después de extraerse el aceite y se tuvo como referencia en el proceso de catación, el café tostado y molido La Jacoba.

Se pesaron muestras de 10 gramos y se realizó la evaluación de la fragancia, posterior a ello se vertió agua a 90°C sobre el café, las partículas de café se elevaron a la superficie hasta formar una capa o costra, se dejó en reposo cerca de 3 minutos (proceso de infusión), a continuación se rompió la costra y se removió el café con una cuchara con el fin de asegurar que todas las partículas hagan contacto con el agua, de esta manera el catador logró absorber vigorosamente por la nariz los vapores generados con el fin de detectar el aroma del café (Ver Figura 11). Tras este procedimiento el catador realizó sorbos de la bebida con el objeto de percibir el sabor, acidez, cuerpo, uniformidad, balance y dulzor del café.

Figura 11. Proceso de catación de café de grano tostado y molido después de la extracción supercrítica



Fuente: Este estudio.

El catador, relacionó las calidades de los atributos evaluados con una escala numérica, la cual representa el nivel de calidad entre 6 y 9 puntos (Tabla 8). Los atributos específicos del sabor fueron calificaciones positivas o negativas de la calidad determinadas por la opinión del catador. El resultado final es la evaluación total basada en la cuantificación de los resultados por cada atributo, pudiendo obtenerse una puntuación de 0 a 100 (Ver Tabla 5).

Tabla 8. Escala de calidad para atributos del café.

| Clasificación | Puntaje | | | |
|----------------|---------|------|------|------|
| Bueno | 6.00 | 6.25 | 6.50 | 6.75 |
| Muy Bueno | 7.00 | 7.25 | 7.50 | 7.75 |
| Excelente | 8.00 | 8.25 | 8.50 | 8.75 |
| Extraordinario | 9.00 | 9.25 | 9.50 | 9.75 |

Fuente: La Asociación de Cafés Especiales de América

4.8. DETERMINACIÓN DE LA SOLUBILIDAD DEL ACEITE DE CAFÉ

Se realizó la determinación cualitativa de la solubilidad del aceite de café extraído con CO₂-SC y con soxhlet, en cuatro solventes diferentes: agua, alcohol, hexano y cloroformo.

Se tomó 1 g de muestra y se adicionó 3 mL del solvente correspondiente. Se agitó cada muestra enérgicamente y se observaron los cambios.

Se consideró que hay disolución cuando una cantidad entre 0,05 g a 1 g de la sustancia formaba una fase homogénea a temperatura ambiente con 3 ml de solvente (Laboratorio Química Orgánica, Universidad Jorge Tadeo Lozano).

4.9. DISEÑO EXPERIMENTAL

Se utilizó un diseño factorial de experimentos y se empleó la metodología de superficie de respuesta, con el fin de determinar el efecto de la presión y la temperatura de extracción sobre las variables de respuesta: rendimiento y composición y las condiciones óptimas de extracción. Para ello, se utilizó un diseño 2² con 4 puntos factoriales, 4 puntos estrella y 4 puntos centrales, para un total de 12 experimentos como se muestra en la tabla 10. Los experimentos se realizaron por duplicado de manera aleatoria. La matriz de diseño y el análisis de los resultados, se realizó con la ayuda del programa estadístico STATGRAPHICS Centurion XV.

Los valores y niveles de los factores estudiados se muestran en la tabla 9.

Tabla 9. Factores experimentales del Diseño Factorial con Superficie de Respuesta

| Factores | Bajo | Alto | Unidades | Continuo |
|-----------------|-------------|-------------|-----------------|-----------------|
| Presión | 150,0 | 300,0 | Bar | Sí |
| Temperatura | 40,0 | 60,0 | °C | Sí |

Fuente: Esta investigación

Tabla 10. Matriz del diseño de experimentos empleando metodología de superficie de respuesta

| | No. Experimento | Presión (bar) | Temperatura (°C) |
|-------------------------|------------------------|----------------------|-------------------------|
| Screening | 1 | 150 | 40 |
| | 2 | 300 | 40 |
| | 3 | 150 | 60 |
| | 4 | 300 | 60 |
| Puntos Estrella | 5 | 119 | 50 |
| | 6 | 331 | 50 |
| | 7 | 225 | 36 |
| | 8 | 225 | 64 |
| Puntos Centrales | 9* | 225 | 50 |
| | 10* | 225 | 50 |
| | 11* | 225 | 50 |
| | 12* | 225 | 50 |

Fuente: Esta investigación

*Niveles de las variables empleadas para determinar el error experimental del método.

La tabla 11 presenta las posibles variables de respuesta que se evaluaron en este estudio.

Tabla 11. Variable de respuesta del Diseño Factorial con Superficie de Respuesta

| Respuestas | Unidades |
|---------------------------|-----------------|
| Rendimiento | % |
| Ácido Palmítico | % |
| Ácido Linoleico | % |
| Poliinsaturados/saturados | % |

Fuente: Esta investigación

Para el análisis de los datos obtenidos del análisis sensorial se empleó un diseño completamente al azar, con dos repeticiones.

4.10. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Para el análisis de resultados se llevó a cabo un análisis de varianza con lo cual se determinó la significancia estadística de los factores sobre las variables de respuesta, por medio de:

- ✓ Tabla ANOVA
- ✓ Modelo Matemático
- ✓ Diagrama de Efectos Principales
- ✓ Superficie de Respuesta
- ✓ Óptima Respuesta
- ✓ Gráfica de Medias
- ✓ Prueba de Rangos Múltiples

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1. CARACTERÍSTICAS GENERALES

5.1.1. Análisis proximal del café tostado y molido. Los resultados de la composición proximal y de minerales del aceite de café tostado y molido empleado en la presente investigación, se muestran en la tabla 12.

Tabla 12. Resultados análisis proximal y de minerales del café tostado y molido

| Parámetro | Resultado | Unidad de Medida |
|-------------------------|-----------|------------------|
| Humedad | 2,09 | g/100g |
| Materia seca | 97,9 | g/100g |
| Ceniza | 4,40 | g/100g |
| Extracto etéreo | 17,1 | g/100g |
| Fibra cruda | 28,0 | g/100g |
| Proteína | 14,8 | g/100g |
| Extracto No Nitrogenado | 33,5 | g/100g |
| Calcio | 152 | mg/100g |
| Fósforo | 180 | mg/100g |
| Magnesio | 204 | mg/100g |
| Potasio | 1859 | mg/100g |
| Azufre | 122 | mg/100g |
| Hierro | 3,75 | mg/100g |
| Manganeso | 2,40 | mg/100g |
| Zinc | 0,70 | mg/100g |
| Cobre | 1,35 | mg/100g |

Fuente: Esta investigación

5.1.2. Tamaño de partícula del café tostado y molido. La tabla 13, muestra los resultados del análisis granulométrico realizado para la determinación del tamaño promedio de partícula del café tostado y molido empleado, con lo cual se realizó la gráfica que relaciona la apertura del tamiz con el porcentaje retenido en cada malla (Gráfica 1). Se obtuvo la siguiente ecuación lineal con un coeficiente correlación de 0,9793.

$$y = 3.7435x - 23.557$$

Ecuación 2.

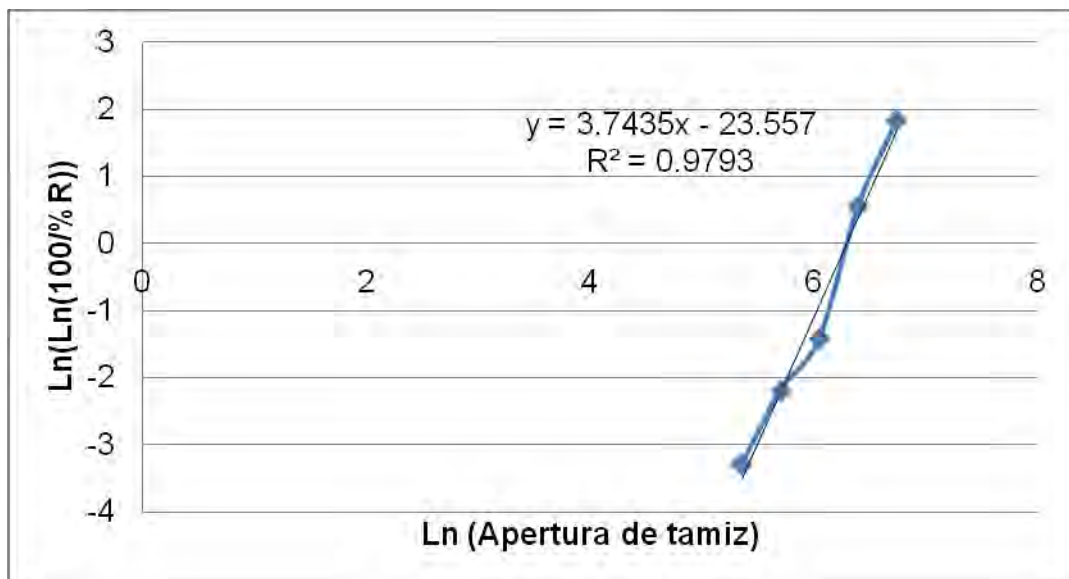
De esta manera, se encontró que el tamaño promedio de partícula del café con el cual se trabajó en la extracción con CO₂-SC, fue de 490 µm que corresponde a una molienda fina (350 a 500 µm) (Industrias Quantik, 2010).

Tabla 13. Análisis granulométrico del café tostado y molido

| Malla | Apertura Tamiz (µ) | Peso Promedio (g) | Dpi Promedio | Fracción Másica Xi | φ retenido (%) | φ pasante (%) |
|----------|--------------------|-------------------|--------------|--------------------|----------------|---------------|
| 20 | 850 | 0,192 | | 0,002 | 0,2 | 99,8 |
| 30 | 600 | 17,603 | 725,0 | 0,176 | 17,8 | 82,2 |
| 40 | 425 | 60,714 | 512,5 | 0,607 | 78,5 | 21,5 |
| 50 | 300 | 10,931 | 362,5 | 0,109 | 89,4 | 10,6 |
| 70 | 212 | 6,917 | 256,0 | 0,069 | 96,4 | 3,6 |
| Colector | | 3,643 | | 0,036 | 100 | 0 |
| Total | | 100 | | | | |

Fuente: Esta investigación

Gráfica 1. Gráfica Ln (Apertura de tamiz) Vs. Ln(Ln(100/%R))



Fuente: Este estudio.

5.1.3. Descripción física del aceite de café tostado y molido. El aceite de café extraído con CO₂-SC presenta un color café medianamente oscuro como se aprecia en la figura 12, posee un color característico a café tostado y a temperatura ambiente es un líquido viscoso oscuro y brillante.

Figura 12. Aceite de café tostado extraído con CO₂-SC



Fuente: Este estudio.

5.2. EVALUACIÓN DE LAS CONDICIONES DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE CAFÉ DE GRANO TOSTADO CON CO₂-SUPERCRITICO POR 120 MIN

La Tabla 14 muestra las condiciones experimentales de extracción de aceite de café tostado y molido con CO₂-SC a escala piloto, así como el rendimiento obtenido por cada experimento (% , g aceite/g café tostado).

Los valores predichos o estimados son los arrojados por el modelo matemático obtenido a través del análisis realizado en el programa estadístico.

Tabla 14. Rendimiento del aceite de café a partir de grano tostado extraído con CO₂-SC.

| No. | Temperatura (°C) | Presión (Bar) | Rendimiento (% p/p) | |
|-----|------------------|---------------|---------------------|------------|
| | | | Experimental | Predicción |
| 1 | 40 | 150 | 1,62 | 1,73 |
| 2 | 40 | 300 | 7,38 | 7,05 |
| 3 | 60 | 150 | 1,79 | 1,75 |
| 4 | 60 | 300 | 3,49 | 3,02 |
| 5 | 50 | 119 | 0,59 | 0,46 |
| 6 | 50 | 331 | 4,62 | 5,11 |
| 7 | 36 | 225 | 5,32 | 5,40 |
| 8 | 64 | 225 | 2,28 | 2,57 |
| 9 | 50 | 225 | 4,36 | 3,65 |
| 10 | 50 | 225 | 3,60 | 3,65 |
| 11 | 50 | 225 | 3,37 | 3,65 |
| 12 | 50 | 225 | 3,28 | 3,65 |

Fuente: Esta investigación

La significancia estadística de los factores sobre la variable respuesta se determinó utilizando un análisis de varianza. Como se indica en la tabla ANOVA (Tabla 15). Tres factores tuvieron un efecto estadísticamente significativo ($P \leq 0,05$) sobre el rendimiento; presión (A), temperatura (B) y la interacción presión-temperatura (AB), las demás interacciones no mostraron efectos significativos sobre la variable respuesta en los niveles evaluados. Comportamiento observado también por Couto *et al.* (2009) en la extracción con CO₂-SC de aceite a partir de borra de café.

Tabla 15. ANOVA para el rendimiento en la extracción de aceite de café a partir de grano tostado con CO₂-SC

| Fuente | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado medio | F- Ratio | P- Value |
|-----------------|-------------------|----|----------------|----------|----------|
| A:Presión | 21,6458 | 1 | 21,6458 | 91,37 | 0,0025 |
| B:Temperatura | 8,03846 | 1 | 8,03846 | 33,93 | 0,0103 |
| AA | 1,1937 | 1 | 1,1937 | 5,04 | 0,1123 |
| AB | 4,1209 | 1 | 4,1209 | 17,39 | 0,0256 |
| BB | 0,175564 | 1 | 0,175564 | 0,74 | 0,4558 |
| Falta de ajuste | 0,699564 | 3 | 0,233188 | 0,97 | 0,5100 |
| Error Total | 1,42144 | 3 | 0,240625 | | |
| Total (corr.) | 36,8437 | 11 | | | |

Fuente: Esta investigación

R-cuadrada = 96,142 %
R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 92,927 %
Estadístico Durbin-Watson = 1,98592 (P=0,4576)
Autocorrelación residual de Lag 1 = -0,045927

El valor de R- cuadrado, indica que el modelo encontrado explica el 96,14% de la variabilidad en el rendimiento. El test de Durbin – Watson, indica que el valor de p es mayor de 0,05, lo que muestra que no hay autocorrelación en el residual de los datos, es decir que los experimentos fueron realizados aleatoriamente de manera adecuada.

La prueba de falta de ajuste (Lack of fit test) que se muestra en la tabla 15, diseñada para determinar si el modelo seleccionado es adecuado para describir los datos observados o si un modelo más complejo debe ser usado, tuvo un P-Valor mayor o igual a 0,05, por lo tanto el modelo encontrado es adecuado para describir los datos observados con un 95% de confianza.

El modelo matemático encontrado para estimar el rendimiento en función de todos los factores y sus interacciones es el siguiente:

$$R = -11,2414 + 0,124149*P + 0,0386335*T - 0,0000767778*P^2 - 0,00135333*P*T + 0,00165626*T^2 \quad \text{Ecuación 3}$$

Dónde: R= Rendimiento (%); P= Presión de extracción (bar); T= Temperatura (°C).

Considerando solamente los factores significativos ($P \leq 0,05$), el modelo puede resumirse como:

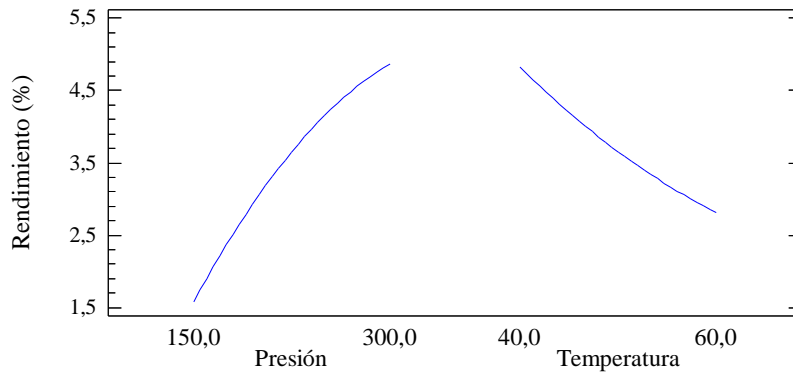
$$R = -11,6727 + 0,0895988*P + 0,20426*T - 0,00135333*P*T \quad \text{Ecuación 4}$$

En el diagrama de efectos principales sobre el rendimiento (Gráfica 2), se observa, por la inclinación de la pendiente, que la presión posee una mayor influencia sobre el rendimiento en el rango evaluado, esta influencia sobre el rendimiento, también fue identificado por Díaz y Vásquez (2011). Por otra parte, la pendiente positiva, muestra una relación directa entre presión y el rendimiento, resultado del incremento de la densidad del disolvente, que se traduce en un aumento de la solubilidad del CO₂-SC en el aceite (Castro *et al.*, 2011; Liu *et al.*, 2009; Abbasi *et al.*, 2008). Sin embargo, elevadas presiones pueden disminuir la densidad de dióxido de carbono con el aumento de la temperatura (Couto *et al.*, 2009).

Por su parte la temperatura, además de presentar una menor influencia sobre el rendimiento, establece una relación inversa (pendiente negativa) con respecto al rendimiento. Se observa que al aumentar el valor de la temperatura este disminuye, debido a que incrementos en esta variable pueden llegar a disminuir

la densidad del CO₂ y con ello su capacidad de solvatación (Couto *et al.*, 2009; Albarracín y Gallo, 2003).

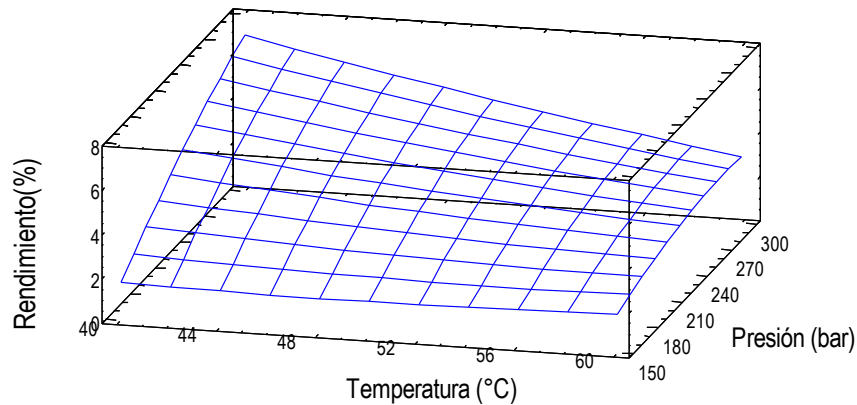
Gráfica 2. Diagrama de efectos principales para el rendimiento en la extracción de aceite de café de grano tostado con CO₂-SC.



Fuente: Este estudio.

El análisis de superficie de respuesta de la gráfica 3, indica que las condiciones óptimas de presión y temperatura se presentan a 331,06 bar y 35,86 °C, respectivamente, con las cuales se logra un rendimiento de 8,89 %; valores que se verifican en la tabla de respuesta óptima (Tabla 16), donde se encuentran los puntos óptimos arrojados por el programa estadístico para el proceso de extracción en el rango experimental estudiado. Resultados similares fueron obtenidos por otros autores (Reglero *et al.*, 2003), bajo condiciones cercanas a las empleadas en el presente estudio.

Gráfica 3. Superficie de respuesta del rendimiento en la extracción de aceite de café a partir de grano tostado con CO₂-SC



Fuente: Este estudio.

Tabla 16. Respuesta óptima del rendimiento en la extracción en aceite de café a partir de grano tostado con CO₂-SC

| Factor | Bajo | Alto | Óptimo |
|------------------|-------------|-------------|---------------|
| Presión (bar) | 118,93 | 331,06 | 331,06 |
| Temperatura (°C) | 35,86 | 64,14 | 35,86 |

Fuente: Esta investigación

La tabla anterior, indica que el punto óptimo de extracción para obtener un máximo rendimiento corresponde al nivel más alto del factor presión, mientras que con respecto al factor temperatura el punto óptimo corresponde al nivel más bajo evaluado.

Couto *et al.* (2009) mostraron un rendimiento del 12,9% en borra de café, a presiones de 200 bar y 300 bar y temperaturas entre 40°C y 50°C por 3 horas de extracción, Andrade *et al.* (2012) obtuvieron un rendimiento alrededor del 10% empleando unas condiciones de extracción similares aunque con un tiempo de extracción de 2,5 horas usando CO₂-SC. Díaz y Vásquez (2011) obtuvieron un rendimiento alrededor de 4,8 % y 6,2% de aceite de café tostado pero empleando 450 bar, 68°C y un tiempo de extracción de 90 minutos (1,5 h),

De los resultados, reportados en la literatura se observa que el tiempo de extracción influye en el rendimiento. El presente estudio definió un tiempo de extracción de 2 h, realizando previo a los ensayos experimentales, una curva de extracción que se muestra en el anexo 2 y se tomó esta variable como constante.

Por otra parte, Couto *et al.* (2009) y Andrade *et al.*, (2012) notaron que al usar etanol como co-solvente en la extracción supercrítica favorece el proceso y disminuye el tiempo de extracción. Este comportamiento se explica por el aumento de la solubilidad de compuestos polares en la mezcla de etanol/CO₂. Aunque, no sólo la solubilidad de un cierto componente aumenta con el uso de co-disolvente, sino también el número de componentes que solubiliza el disolvente, lo que reduce el proceso selectividad y aumenta el rendimiento.

En contraste con otras técnicas empleadas para extraer aceite de café tostado como la extracción soxleth, se han obtenido rendimientos entre 6,10 y 9,83% para un nivel de tuestión liviano y oscuro, respectivamente, de lo cual se estima que la cantidad de aceite también depende de la temperatura y tiempo de tuestión empleados, ya que en esa etapa se desarrollan, por reacciones químicas dentro del grano, componentes volátiles (Ramírez, 2008). Además, se producen cambios en la microestructura de la matriz como el aumento de la porosidad (Pittia, *et al.*, 2011) que permite una mayor difusión del CO₂-SC y por ende una mayor transferencia de masa, lo cual facilita la obtención de una mayor cantidad de extracto (Díaz y Vásquez, 2011).

Díaz y Vásquez (2011), en la extracción de aceite de café con CO₂-SC, encontraron de igual forma que el rendimiento varía según el grado de tuestión de las muestras, presentado una relación directamente proporcional.

Tabla 17. Rendimiento del aceite de café a partir de grano tostado y molido bajo condiciones óptimas de rendimiento con CO₂-SC (331 bar, 36°C).

| Tipo café | Rendimiento (% p/p) |
|---------------|---------------------|
| | Experimental |
| Excelso | 12,13 |
| Consumo local | 8,22 |
| Diferencia | 4,09 |

Fuente: Esta investigación

En la tabla 17, se observa el rendimiento obtenido bajo las condiciones que se consideraron como óptimas en cuanto al rendimiento en el presente estudio, con las cuales se logra un rendimiento cercano al que se predijo empleando el análisis estadístico. Por otra parte, el rendimiento del aceite de café a partir de café tostado tipo excelso fue mayor al obtenido con el de consumo local, con una diferencia del 4,09%, lo cual indica que la calidad del grano influye en el rendimiento del aceite obtenido (Morillo, *et al.*, 1979). Esto puede explicarse debido a que el café de consumo local, generalmente es elaborado a partir de granos defectuosos o también conocido como pasilla, que son granos pequeños brocados o con otro tipo de daño, lo cual puede estar relacionado en su

composición y por lo tanto en la cantidad de aceite presente en el grano. Morillo y Moreno (2006), observaron el mismo comportamiento en el rendimiento del aceite de café supremo y café pasilla empleando extracción soxhlet.

5.3. EXTRACCIÓN SOXHLET DE ACEITE DE CAFÉ DE GRANO TOSTADO

Se tomó el aceite extraído con hexano en montaje Soxhlet como referencia para comparar los aceites obtenidos con CO₂-SC. En la siguiente tabla se relacionan los resultados obtenidos con la extracción Soxhlet de aceite de café a partir de grano tostado y molido.

Tabla 18. Resultados de la extracción Soxhlet de aceite de café a partir de grano tostado

| Repeticiones | % Rendimiento (g aceite/g muestra) |
|------------------|---------------------------------------|
| 1 | 16,62 |
| 2 | 16,90 |
| 3 | 16,73 |
| Promedio | 16,75 |
| D.E ^a | 0,14 |
| CV ^b | 0,84 |

Fuente: Este estudio

a: Desviación Estándar

b: Coeficiente de variación

Los resultados obtenidos en cuanto al porcentaje de rendimiento de aceite de café tostado extraído con hexano fue del 16,75%, resultado cercano al obtenido por Couto *et al.* (2009) del 18,3 % y del 15,3% por Al-Hamamre *et al.* (2012) en residuos de café tostado, aunque el rendimiento de aceite de café tostado obtenido con solventes, reportado por algunos autores está entre el 6 y 9% (Ramalakshmi, 2008; Ramírez, 2008) y puede variar de acuerdo al grado de tóstico del café, del tipo de solvente y el tiempo empleado en el proceso de extracción. Resultados entre el 7 y 9% también se pueden obtener empleando extrusión (López, 2007).

Comparando el rendimiento de extracción empleando CO₂-SC y la extracción con solventes soxhlet, el porcentaje obtenido con este último fue superior al conseguido con CO₂-SC supercrítico con una diferencia del 7,86%. Aunque al parecer la extracción soxhlet ofrece un mayor rendimiento, requiere de un alto consumo de solvente y se obtienen aceites con trazas de este. Además solventes

como el hexano, dietil éter, éter de petróleo entre otros, son difíciles de manejar y pueden generar degradación del aceite (Azevedo *et al.*, 2008), inclusive la composición del aceite puede variar de acuerdo al solvente utilizado, además requiere de prolongados tiempos de extracción (8-16 h) y requiere de un proceso adicional a alta temperatura para la evaporación del solvente (Ramírez, 2008).

Por el contrario, en general la extracción supercrítica permite la obtención de aceites de alta pureza y por el uso de bajas temperaturas, no repercute en cambios químicos de los componentes extraídos.

5.4. COMPOSICION QUÍMICA DEL ACEITE DE CAFÉ DE GRANO TOSTADO

5.4.1. Perfil de ácidos grasos por GC-FID del aceite de café de grano tostado obtenido con CO₂-Supercrítico. La tabla 19, muestra el perfil de ácidos grasos de los aceites de café tostado extraídos con CO₂-SC bajo diferentes condiciones de presión y temperatura. Los principales ácidos grasos presentes en todas las muestras fueron el ácido palmítico (C16:0) con un porcentaje promedio de 46,07%, linoléico (C18:2) de 32,89%, constituyendo ambos el 79,34% de los ácidos grasos del aceite de café obtenido, seguidos por el ácido oleico (C18: 1) con 8,02%, ácido esteárico (C18:0) 6,61% y otros ácidos grasos en menor proporción como el ácido araquídico (C20:0) con 1,89% y linolénico (C18:3) de 1,23%. Resultados cercanos fueron obtenidos en aceite a partir de café tostado (Ramírez, 2008; Andrade *et al.*, 2012) y de borra de café extraído con CO₂-SC (Couto *et al.*, 2009) y en aceite de café tostado obtenido por prensado (Araújo y Sandi, 2007; Oliveira *et al.*, 2005).

Teniendo en cuenta la presencia de ácidos grasos presentes en el aceite de café tostado de importancia para el consumo humano, especialmente los ácidos linoleico y linolénico pertenecientes a la familia ω 6, se puede considerar su uso en la industria alimenticia. Estos ácidos tienen un papel importante en la modulación y la prevención de las enfermedades del corazón y la inhibición del cáncer a través del sistema inmunológico (Días y Vásquez, 2011)

Tabla 19. Ácidos grasos presentes en aceites de café a partir de grano tostado extraído con CO₂-SC

| Presión (Bar) | Temperatura (°C) | % de Área Cromatográfica | | | | | |
|------------------|---------------------|--------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | | C16:0 | C18:0 | C18:1 | C18:2 | C18:3 | C20:0 |
| 150 | 40 | 46,03 | 6,27 | 8,66 | 33,45 | 1,19 | 2,13 |
| 300 | 40 | 44,59 | 6,52 | 7,81 | 35,74 | 1,09 | 2,38 |
| 150 | 60 | 43,37 | 9,85 | 9,02 | 29,45 | 0 | 0 |
| 300 | 60 | 47,51 | 6,4 | 7,99 | 33,81 | 1,29 | 2,13 |
| 119 | 50 | 46,22 | 6,67 | 9,28 | 33,17 | 1,20 | 1,80 |
| 331 | 50 | 44,92 | 7,02 | 8,30 | 34,95 | 1,30 | 2,22 |
| 225 | 36 | 40,20 | 7,06 | 7,65 | 37,75 | 1,43 | 2,09 |
| 225 | 64 | 50,42 | 6,65 | 4,30 | 34,60 | 1,07 | 2,10 |
| 225 | 50 | 46,39 | 6,72 | 6,44 | 32,11 | 1,22 | 1,96 |
| 225 | 50 | 44,39 | 6,61 | 7,95 | 33,91 | 0,98 | 2,03 |
| 225 | 50 | 45,39 | 6,49 | 9,69 | 33,00 | 1,06 | 1,89 |
| 225 | 50 | 48,12 | 6,62 | 8,00 | 32,55 | 1,65 | 1,70 |

Fuente: Este estudio

La tabla 20 muestra algunas relaciones importantes para la caracterización de aceites, que simplifican y mejoran la comparación entre ellos (Sánchez *et al.*, 2003) como la relación entre ácidos grasos Poliinsaturados /saturados, la cual es de importancia en la dieta humana y es conveniente que posea un valor superior o cercano a 1, mientras que la relación Palmítico/Linoleico ≤ 1 , todo esto debido a que el consumo de grasas vegetales ricas en ácidos grasos poliinsaturados puede ayudar a disminuir el nivel de colesterol en sangre (Grobas y Mateo, 1996).

De esta manera, se identificó que los aceites de café obtenidos con CO₂-SC poseen en promedio un 54,43 % de ácidos grasos saturados, 7,92 % monoinsaturados, 34,83 % de ácidos grasos poliinsaturados y una relación promedio de ácidos grasos Poliinsaturados/saturados de 0,64 y Palmítico/Linoleico de 1,36.

De acuerdo a los resultados obtenidos, los aceites de café obtenidos poseen una cantidad de ácidos grasos saturados un poco superior a los poliinsaturados. Sin embargo, posee una relación de ácidos grasos poliinsaturados/saturados superior a la del aceite de palma la cual es 0,2 aproximadamente (Morillo *et al.*, 2010) y es cercana a la del aceite de oliva virgen de algunas variedades estudiadas por Sánchez *et al.* (2003).

Además, se estima que el efecto sobre el nivel de colesterol en la sangre varía según el tipo de ácido graso saturado. Por ejemplo, el efecto del ácido mirístico es

muy marcado, el del palmítico (C16:0) no lo es tanto y el esteárico (C18:0) parece no tener efecto alguno ya que este ácido graso se metaboliza a ácido oleico más rápidamente que otros ácidos grasos saturados. El ácido oleico, posee un efecto favorable en la prevención de las enfermedades cardiovasculares, debido a que reduce los niveles de colesterol total y de lipoproteínas de baja densidad (Castro *et al.*, 2005).

Tabla 20. Relación de ácidos grasos en aceite de café de grano tostado extraído con CO₂-SC

| P (Bar) | T (°C) | Total A.G. Saturados | Total A.G. monosaturados | Total A.G. poliinsaturados | Poliinsaturados /saturados | Palmítico /linoleico |
|------------|-----------|-------------------------|--------------------------------|----------------------------------|-------------------------------|-------------------------|
| 150 | 40 | 54,556 | 8,66 | 34,686 | 0,64 | 1,37 |
| 300 | 40 | 53,49 | 7,81 | 36,83 | 0,69 | 1,25 |
| 150 | 60 | 53,22 | 9,02 | 29,45 | 0,55 | 1,47 |
| 300 | 60 | 56,04 | 7,99 | 35,1 | 0,63 | 1,41 |
| 119 | 50 | 54,69 | 9,28 | 34,37 | 0,63 | 1,39 |
| 331 | 50 | 54,16 | 8,30 | 36,25 | 0,67 | 1,29 |
| 225 | 36 | 49,35 | 7,65 | 39,18 | 0,79 | 1,06 |
| 225 | 64 | 59,17 | 4,30 | 35,67 | 0,60 | 1,46 |
| 225 | 50 | 55,07 | 6,44 | 33,33 | 0,61 | 1,44 |
| 225 | 50 | 53,03 | 7,95 | 34,89 | 0,66 | 1,31 |
| 225 | 50 | 53,77 | 9,69 | 34,06 | 0,63 | 1,38 |
| 225 | 50 | 56,44 | 8,00 | 34,2 | 0,61 | 1,48 |

Fuente: Este estudio

De acuerdo al análisis de varianza (Tabla 21), se identificó que la temperatura tiene un efecto estadísticamente significativo sobre la relación de ácidos grasos Poliinsaturados /saturados en el aceite de café tostado.

Tabla 21. ANOVA para la relación de ácidos grasos Poliinsaturados /saturados en la extracción aceite de café a partir de grano tostado con CO₂-SC

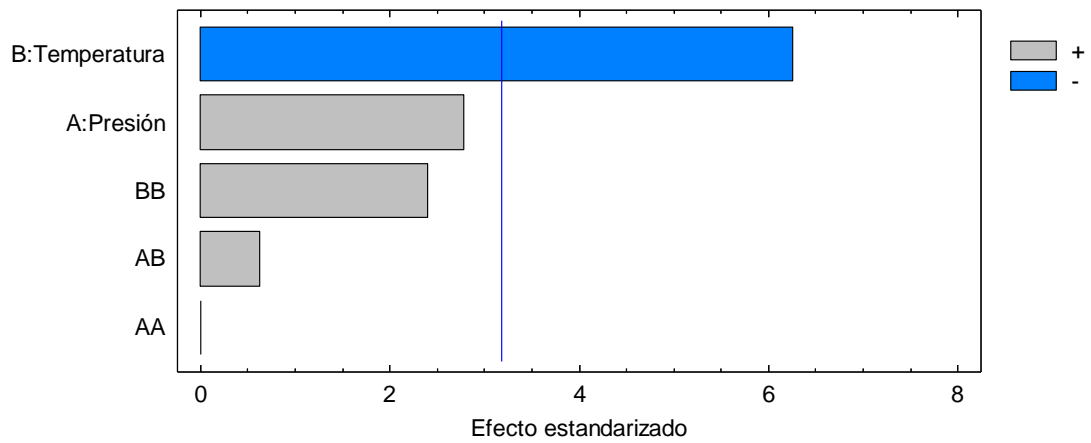
| Fuente | Suma de Cuadrados | GI | Cuadrado medio | F- Ratio | P- Value |
|-----------------|--------------------------|-----------|-----------------------|-----------------|-----------------|
| A:Presión | 0,00435098 | 1 | 0,00435098 | 7,79 | 0,0683 |
| B:Temperatura | 0,0219138 | 1 | 0,0219138 | 39,25 | 0,0082 |
| AA | 1,41762E-14 | 1 | 1,41762E-14 | 0,00 | 1,0000 |
| AB | 0,000225 | 1 | 0,000225 | 0,40 | 0,5707 |
| BB | 0,00323998 | 1 | 0,00323998 | 5,80 | 0,0951 |
| Falta de ajuste | 0,00648529 | 3 | 0,00216176 | 3,87 | 0,1478 |
| Error Total | 0,001675 | 3 | 0,000558333 | | |
| Total (corr.) | 36,8437 | 11 | | | |

Fuente: Este estudio

El diagrama de Pareto estandarizado, mostrado en la Gráfica 4, es una representación gráfica del análisis de varianza donde todo efecto que sobrepasa la línea vertical tiene significancia estadística con un 95 % de confianza con respecto a la variable respuesta.

De esta manera se observa que la temperatura tiene influencia estadísticamente significativa con un efecto inversamente proporcional a la relación de poliinsaturados/saturados en el aceite, al aparecer de color azul (-), lo cual indica que al aumentar la temperatura de extracción, el índice disminuye lo que significa que la cantidad de ácidos grasos saturados aumenta, hecho que no es conveniente dado que no son favorables para la salud, si es un aceite destinado a la industria de alimentos, mientras que los factores que aparecen de color gris (+) presenta una relación directamente proporcional sobre la variable respuesta, pero en este caso no poseen significancia estadística, al estar por debajo de la línea.

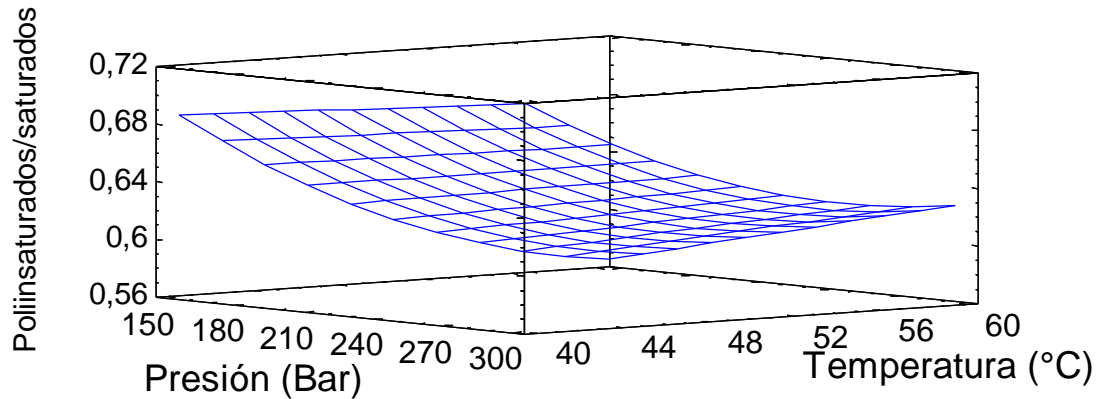
Gráfica 4. Gráfico de Pareto de la relación Poliinsaturados /saturados en el aceite de café de grano tostado extraído con CO₂-SC



Fuente: Este estudio.

El gráfico de superficie de respuesta (Gráfica 5) y la tabla de respuesta óptima arrojada por el programa estadístico (Tabla 22), permiten observar que las condiciones óptimas de presión y temperatura para la relación de ácidos grasos Poliinsaturados/saturados en el aceite de café tostado, al igual que en el caso del rendimiento, se presentan a 331,06 bar y 35,86 °C, respectivamente, con las cuales se logra un relación de 0,76 lo cual es similar a los resultados reportados por Couto *et al.* (2009) en borra de café, quienes obtuvieron una relación de ácidos grasos Poliinsaturados/saturados entre 0,58 y 0,92, empleando extracción con CO₂-SC y con Etanol como co-solvente, obtuvieron una relación entre 0,24 y 0,42, lo cual indica que el uso de co-solvente en la extracción desfavorece el perfil de ácidos grasos, ya que se obtiene una mayor cantidad de ácidos grasos saturados en el aceite, a pesar de obtener con ello mejores rendimientos.

Gráfica 5. Superficie de respuesta de la relación Poliinsaturados /saturados en la extracción de aceite de café de grano tostado con CO₂-SC.



Fuente: Este estudio.

Tabla 22. Respuesta óptima de la relación Poliinsaturados /saturados en la extracción de aceite de café de grano tostado con CO₂-SC.

| Factor | Bajo | Alto | Óptimo |
|------------------|-------------|-------------|---------------|
| Presión (bar) | 118,93 | 331,06 | 331,06 |
| Temperatura (°C) | 35,86 | 64,14 | 35,86 |

Fuente: Este estudio.

Por otra parte para los ácidos grasos oleico, esteárico, araquídico y linolénico, los factores presión y temperatura de extracción, no tuvieron un efecto estadísticamente significativo ($P > 0,05$) sobre el contenido relativo de estos ácidos grasos en el aceite de café de grano tostado obtenido en el presente estudio.

El análisis de varianza (Tabla 23), muestra claramente que los factores: presión (A), temperatura (B) y el efecto cuadrático de la temperatura (BB), tuvieron incidencia estadísticamente significativa ($P \leq 0,05$) sobre el contenido del ácido linoleico en el aceite de café de grano tostado, en los niveles evaluados.

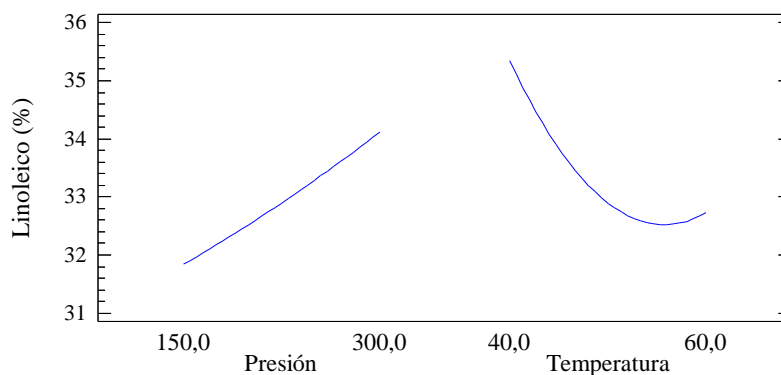
Tabla 23. ANOVA para el porcentaje relativo de ácido linoleico presente en el aceite de café de grano tostado

| Fuente | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado medio | F- Ratio | P-Value |
|-----------------|-------------------|----|----------------|----------|---------|
| A: Presión | 10,3929 | 1 | 10,3929 | 17,55 | 0,0248 |
| B: Temperatura | 13,608 | 1 | 13,608 | 22,98 | 0,0173 |
| AA | 0,0468516 | 1 | 0,0468516 | 0,08 | 0,7968 |
| AB | 1,12254 | 1 | 1,12254 | 1,90 | 0,2623 |
| BB | 8,36214 | 1 | 8,36214 | 14,12 | 0,0329 |
| Falta de ajuste | 10,3171 | 3 | 3,43904 | 5,81 | 0,0912 |
| Error Total | 1,77647 | 3 | 0,592158 | | |
| Total (corr.) | 45,7156 | 11 | | | |

Fuente: Este estudio.

La influencia de los factores presión y temperatura, de forma individual, con respecto al porcentaje relativo de ácido linoleico presente en el aceite de café se observa en el diagrama de efectos principales (Gráfica 6), donde la temperatura es el factor que ejerce una mayor influencia, disminuyendo dicho porcentaje cuando esta se incrementa de 40 a 50°C donde la relación es prácticamente lineal, mientras que al elevar la presión, el porcentaje de ácido linoleico sufre un leve incremento.

Gráfica 6. Diagrama de efectos principales para el porcentaje relativo de ácido linoleico.



Fuente: Este estudio.

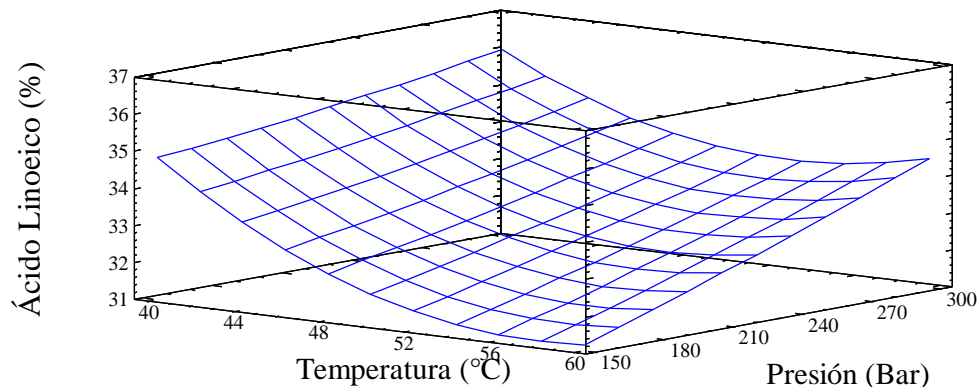
El gráfico de superficie de respuesta (Gráfica 7) para el ácido linoleico, indica que las condiciones óptimas de extracción se presentan a 331,07 bar y 35,07°C, con

las cuales se obtiene un 37,75 %, las cuales son similares a las condiciones de extracción supercrítica, con las que se obtiene el mayor rendimiento del aceite.

El importante contenido de ácido linoleico en el aceite de café, le da una característica composicional especial, dado que este es un ácido graso poliinsaturado esencial, por lo tanto indispensable en la alimentación humana ya que participa en la síntesis de prostaglandinas y en otros procesos biológicos relacionados con la regeneración celular y su ausencia puede causar alteraciones dermatológicas (Valenzuela y Morgado, 2005). Una dosis diaria entre 3 y 4 g aproximadamente, parece ofrecer los resultados más benéficos (Agueda, 2009).

El ácido linoleico, es útil en el tratamiento de pieles secas, por ello, aceites ricos en este ácido graso y otros como palmítico, esteárico y oleico, resultan una excelente materia prima natural para productos cosméticos (Fuentes y Nuñez, 2010, Gomez y Mateu, 2010). El contenido de ácido linoleico en el aceite de café obtenido, de acuerdo a valores reportados por Restrepo y Vinasco (2010) es equiparable al presente en fuentes vegetales como semillas de chirimoya y guanábana y en el fruto seco de sacha inchi (Follegatti, 2007) e inferior al encontrado en aceites de maíz y soya.

Gráfica 7. Superficie de respuesta para el porcentaje relativo de ácido linoleico en aceite de café de grano tostado.



Fuente: Este estudio.

En cuanto al contenido de ácido palmítico, solamente la variable temperatura (B) tuvo un efecto estadísticamente significativo ($P \leq 0,05$) sobre este, como se muestra en el análisis de varianza (Tabla 24).

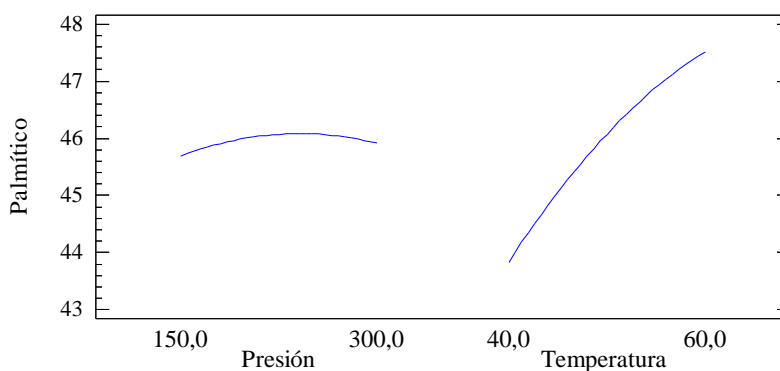
Tabla 24. ANOVA para el porcentaje relativo de ácido Palmítico presente en el aceite de café de grano tostado

| Fuente | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado medio | F- Ratio | P-Value |
|-----------------|-------------------|----|----------------|----------|---------|
| A: PRESION | 0,0934249 | 1 | 0,0934249 | 0,04 | 0,8599 |
| B: TEMPERATURA | 27,071 | 1 | 27,071 | 10,70 | 0,0467 |
| AA | 0,458601 | 1 | 0,458601 | 0,18 | 0,6990 |
| AB | 7,77573 | 1 | 7,77573 | 3,07 | 0,1779 |
| BB | 1,01219 | 1 | 1,01219 | 0,40 | 0,5720 |
| Falta de ajuste | 27,7573 | 3 | 9,25243 | 3,66 | 0,1576 |
| Error Total | 7,58967 | 3 | 2,52989 | | |
| Total (corr.) | 71,5353 | 11 | | | |

Fuente: Este estudio.

En la gráfica 8 se observa que la temperatura es el factor con mayor influencia, presentando una pendiente positiva e inclinada, lo cual indica que al incrementarse este factor el porcentaje relativo de ácido palmítico presente en el aceite de café, aumenta, lo cual es contrario a lo que ocurre con respecto al contenido de ácido linoléico, cuyo porcentaje relativo disminuye cuando esta variable se incrementa (Gráfica 6), lo que indica su sensibilidad a altas temperaturas siendo propenso a la oxidación, polimerización, y la isomerización de sus doble enlaces (Hai-bo, *et al.*, 2009).

Gráfica 8. Diagrama de efectos principales para el porcentaje relativo de ácido palmítico en el aceite de café de grano tostado.



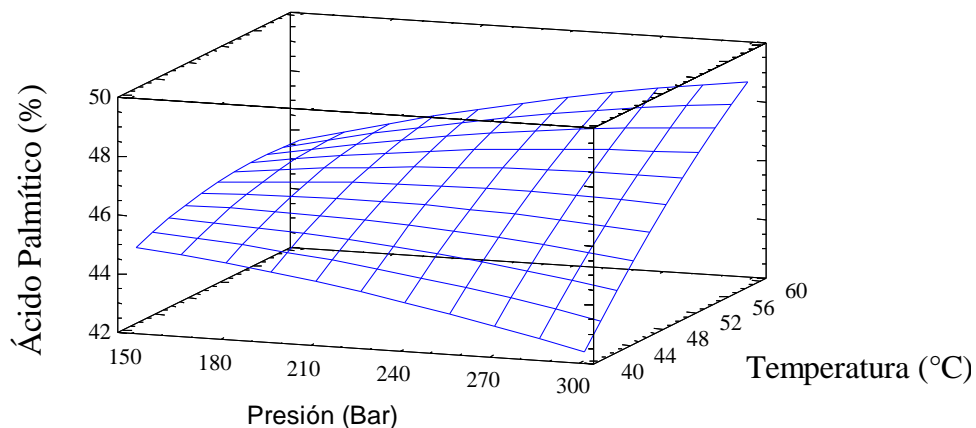
Fuente: Este estudio.

Las condiciones óptimas de extracción bajo las cuales se logra un 50,28 % relativo de ácido palmítico en el aceite son: 331,07 bar y 64,14°C y se muestran en el

gráfico de superficie de respuesta (Gráfica 9), las cuales solo difieren en la variable temperatura de las condiciones óptimas obtenidas en cuanto al rendimiento y porcentaje relativo de ácido linólico en el aceite de café.

El ácido palmítico, es un ácido saturado abundante en la dieta humana por estar presente en alimentos como las carnes, grasas lácteas y en aceites vegetales como el de palma y coco. Su consumo es poco saludable debido a que incrementa los niveles de colesterol en la sangre, pero es un ácido graso de amplio uso en variedad de productos cosméticos y de higiene. Además, estudios han identificado que este ácido graso podría ser responsable de la actividad antimicrobiana de algunos extractos (Mendiola, 2008).

Gráfica 9. Superficie de respuesta para el porcentaje relativo de ácido palmítico.



Fuente: Este estudio.

5.4.2. Perfil de ácidos grasos por GC-MS del aceite de café de grano tostado obtenido con CO₂-Supercrítico.

El análisis de ácidos grasos presentes en el aceite de café de grano tostado obtenido con CO₂-SC de una muestra extraída a 225 bar y 36 °C, mediante Cromatografía de gases acoplada a un detector selectivo de masas (GC-MS), permitió confirmar la presencia de ácido palmítico, linoleico, oleico y esteárico en el aceite, mediante la comparación de los análisis con estándares y espectros de masas. Los espectros de masas obtenidos se muestran en el anexo 7.

5.4.3. Comparación del perfil de ácidos grasos del aceite de café de grano tostado extraído con Soxhlet y con CO₂-Supercrítico. En la tabla 25 se encuentra el perfil de ácidos grasos del aceite de café obtenido bajo el método de extracción Soxhlet y con CO₂-SC, este último a partir de café tipo excelso y de consumo local bajo las mismas condiciones de extracción supercrítica.

El aceite de café obtenido bajo el método Soxhlet mostró la presencia de los ácidos grasos palmítico (C16:0) y linoleico (C18:1) como mayoritarios, seguido del ácido oleico (C18:1), esteárico (C18:0) y linolénico (C18:2), de igual forma para los aceites obtenidos con CO₂-SC se encontró la presencia de estos ácidos grasos y además la presencia del ácido araquídico.

Tabla 25. Perfil de ácidos grasos de aceite de café de grano tostado obtenido por los métodos Soxhlet y CO₂-SC

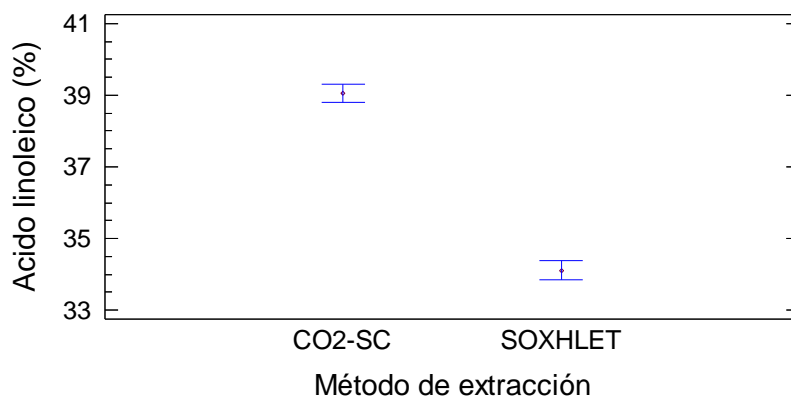
| Ácidos Grasos | Método de Extracción | | |
|--------------------------------|----------------------|-------------------------------------|--------------------|
| | Soxhlet | CO ₂ -SC (331 bar, 36°C) | |
| | | Café excelso | Café consumo local |
| % Área cromatográfica promedio | | | |
| C16:0 | 48,11 | 41,79 | 42,64 |
| C18:0 | 6,13 | 7,17 | 7,35 |
| C18:1 | 9,41 | 8,38 | 7,72 |
| C18:2 | 34,02 | 39,01 | 38,66 |
| C18:3 | 2,32 | 1,23 | 1,07 |
| C20:0 | - | 2,43 | 2,56 |
| Poliinsaturados /saturados | 0,67 | 0,78 | 0,76 |
| Palmítico /linoleico | 1,41 | 1,07 | 1,1 |

Fuente: Este estudio.

Teniendo en cuenta el aceite de café obtenido a partir de café excelso mediante extracción con CO₂-SC y Soxhlet, se identificó que existe diferencia estadísticamente significativa en el contenido relativo de los ácidos grasos identificados en los aceites de café obtenidos con respecto a los métodos evaluados (Ver Anexo 10)

Analizando el comportamiento de los ácidos grasos mayoritarios, se observa en la figura 22, que el porcentaje relativo del ácido linoleico es mayor en el aceite obtenido con CO₂- SC que el obtenido por el método Soxhlet.

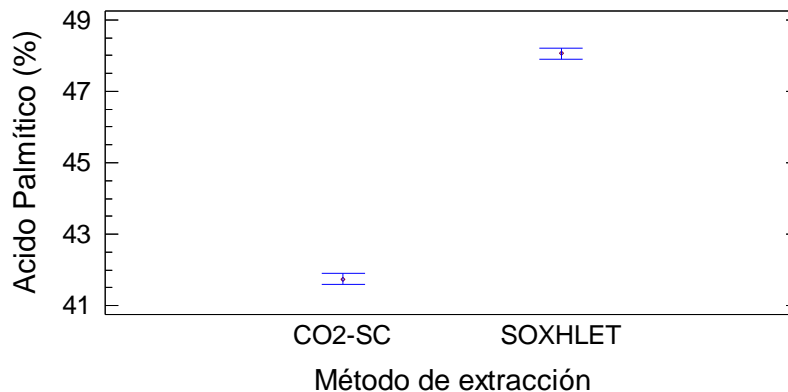
Gráfica 10. Gráfico de medias de LSD de Fisher del contenido relativo de ácido linoleico con respecto al método de extracción.



Fuente: Este estudio.

Por otra parte, la gráfica 11 muestra que el porcentaje relativo de ácido palmítico es mayor en el aceite obtenido por el método de extracción soxhlet.

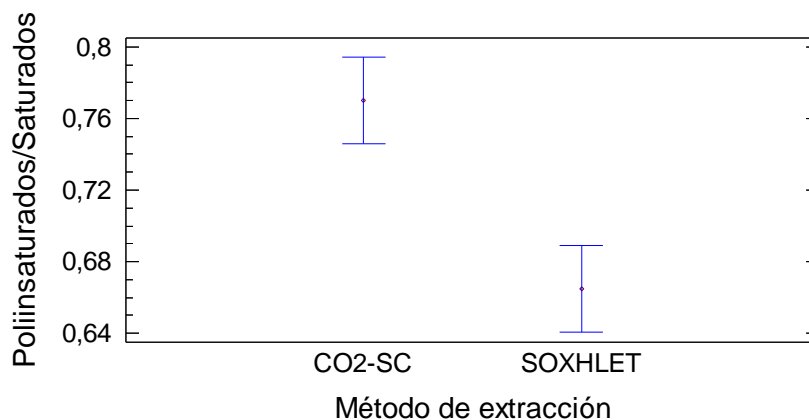
Gráfica 11. Gráfico de medias de LSD de Fisher del contenido relativo de ácido palmítico con respecto al método de extracción.



Fuente: Este estudio.

Analizando la relación de ácidos grasos poliinsaturados/saturados en la gráfica 12, se observa que fue mayor en el aceite obtenido con CO₂ SC, que con soxhlet, lo cual puede estar relacionado con la elevada temperatura empleada en el proceso de extracción soxhlet (69°C), rotaevaporación y calentamiento en la mufla para retirar las trazas del mismo, lo que pudo contribuir en la pérdida de ácido linoleico, el cual es un ácido graso poliinsaturado mayoritario en el aceite de café sensible a la temperatura.

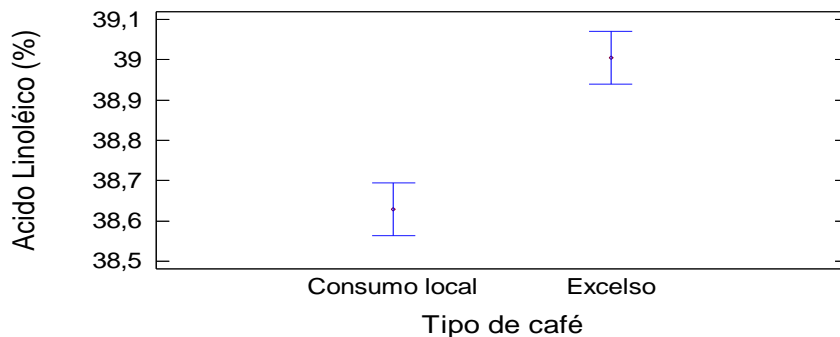
Gráfica 12. Gráfico de medias de LSD de Fisher de la relación poliinsaturados /saturados con respecto al método de extracción.



Fuente: Este estudio.

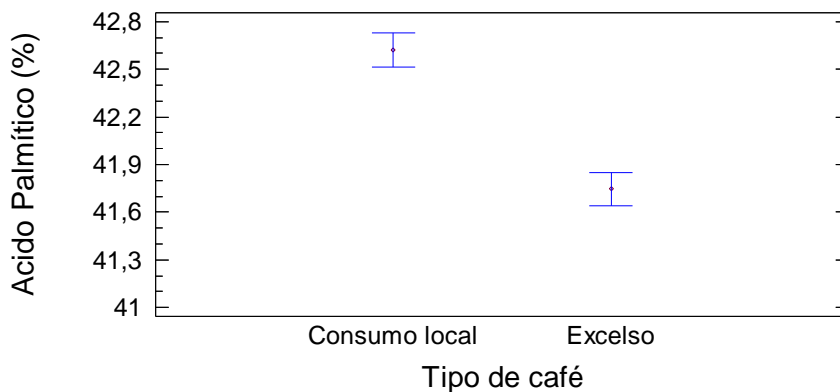
Por otra parte, comparando los aceites obtenidos con CO₂ SC a partir de café tipo excelso y de consumo local, en cuanto a sus ácidos grasos mayoritarios: ácido linoleico y palmítico, las gráficas 13 y 14, respectivamente, muestran que el porcentaje relativo de ácido linoleico y palmítico, presentan diferencia estadísticamente significativa con respecto al tipo de café empleado en la extracción supercrítica y que el contenido de ácido linoleico es superior en el aceite de café excelso que el obtenido a partir de café de consumo local, mientras que el contenido relativo de ácido palmítico fue mayor en el aceite obtenido a partir de café de consumo local.

Gráfica 13. Gráfico de medias de LSD de Fisher del contenido relativo de ácido linoleico con respecto al tipo de café tostado



Fuente: Este estudio.

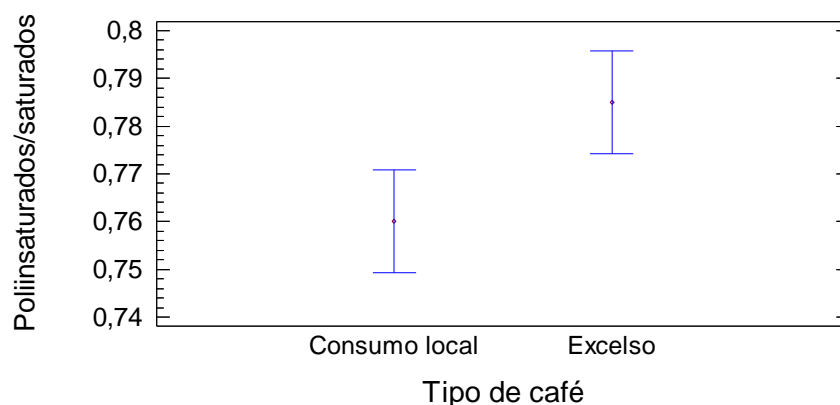
Gráfica 14. Gráfico de medias de LSD de Fisher del contenido relativo de ácido palmítico con respecto al tipo de café tostado.



Fuente: Este estudio.

En cuanto a la relación de ácidos graso poliinsaturados /saturados, esta presentó diferencia estadísticamente significativa y fue mayor en el aceite obtenido a partir de café excelso que en el aceite de café de tipo consumo local (Gráfica 15), lo cual indica que este último aceite presenta una mayor cantidad de ácidos grasos saturados.

Gráfica 15. Gráfico de medias de LSD de Fisher de la relación Poliinsaturados /saturados con respecto al tipo de café tostado.



Fuente: Este estudio.

5.4.4. Perfil aromático del aceite de café de grano tostado y molido extraído con CO₂-Supercrítico. Los resultados de la determinación de los COVs, empleando la técnica de extracción HS-SPME, expresados de forma detallada para cada una de las muestras de aceite de café se muestran en el anexo 9. Se encontraron entre 27 y 46 compuestos de la fracción volátil del aroma en las muestras analizadas y un promedio de 3 compuestos no identificados por muestra.

Se identificó que la fracción volátil responsable del aroma presente en las muestras de aceite de café obtenidas, se constituyó de compuestos pertenecientes a la familia de las piridinas (2,17- 3,23%), pirazinas (12,5-22,86%), cetonas (5,00-17,14 %), lactonas (2,17-3,70%), tiofenos (2,38-3,23%), furanos (21,74-29,63%), fenoles (6,45-17,07%), pirroles (7,69-12,50%), tiazoles (2,17-2,50%), ácidos carboxílicos (2,55-7,69%) y otros.

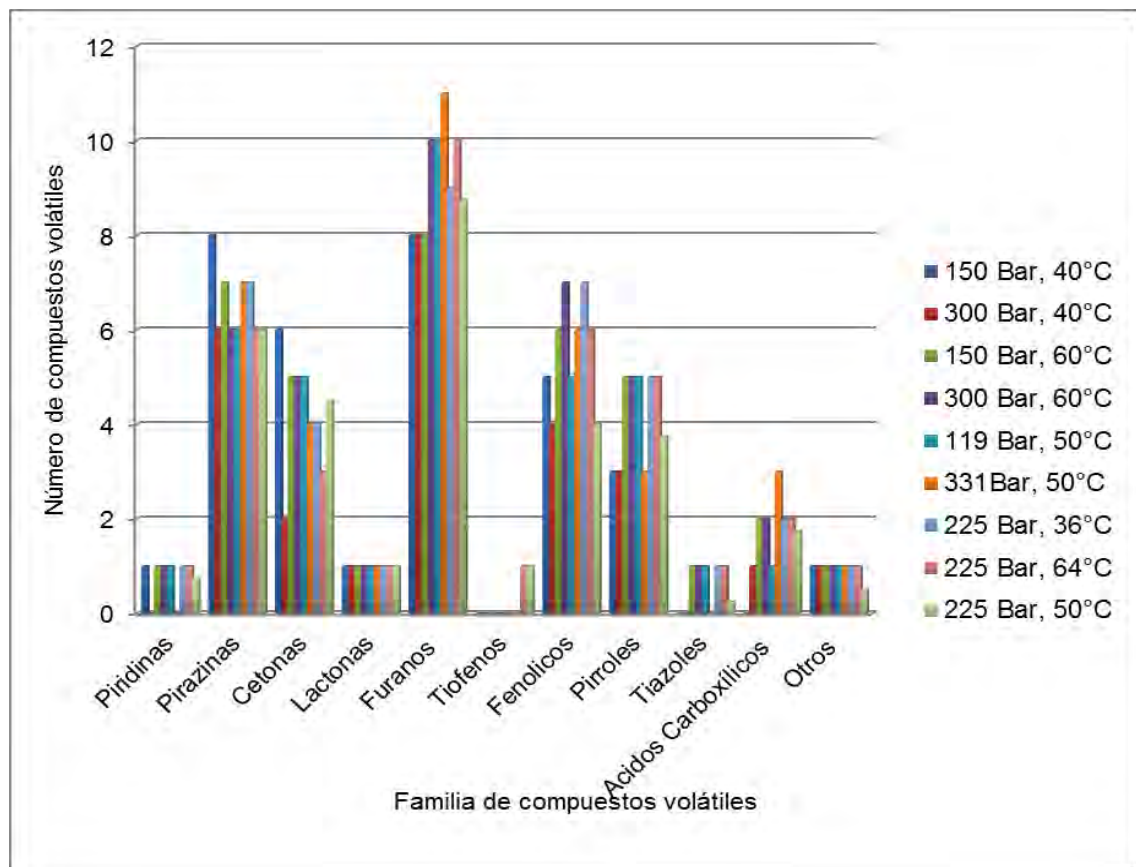
De acuerdo a estos resultados, se puede inferir que los aceites de café estudiados, poseen un perfil aromático con compuestos volátiles responsables del aroma y sabor propio del café ya que de acuerdo a algunos estudios los compuestos de mayor impacto en el sabor y aroma del café se encuentran dentro de los grupos químicos ya mencionados (Plasencia, 2012; González *et al*, 2011).

La Tabla 26 y la gráfica 16, muestran la distribución de los compuestos agrupados por familias químicas de las muestras de aceite de café de grano tostado obtenidas bajo las diferentes condiciones de extracción con CO₂-SC. En todas las muestras analizadas, los furanos se encuentran presentes en mayor proporción, seguidos de las pirazinas, compuestos fenólicos, cetonas y pirroles. Sin embargo, dentro de este grupo de familias, bajo las condiciones de extracción de 331bar y

50°C se encontró la mayor cantidad de furanos y a 150 bar, 40°C los furanos y pirazinas se encuentran en similares proporciones.

Compuestos de la familia de furanos también fueron identificados como mayoritarios por otros investigadores en café tostado y molido (Petisca *et al.*, 2013; Bastidas, 2011; Gonzalez *et al.*, 2007)

Gráfica 16. Distribución por familias de los compuestos volátiles presentes en el aceite de café de grano tostado extraído con CO₂-SC.



Fuente: Este estudio.

Tabla 26. Cantidades relativas expresadas en porcentaje de cada familia de compuestos encontrados en muestras de aceite de café de grano tostado bajo diferentes condiciones de extracción con CO₂-SC.

| Condiciones de extracción Familia | | | | | | | | | | 225 Bar 50°C | | | |
|--------------------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|----------------|-----------------|-----------------|-------|-----------------|-------|-------|--|
| | 150 Bar 40°C | 300 Bar 40°C | 150 Bar 60°C | 300 Bar 60°C | 119 Bar 50°C | 331Bar 50°C | 225 Bar 36°C | 225 Bar 64°C | | | | | |
| Piridinas | 2,86 | 0,00 | 2,44 | 2,17 | 2,22 | 0,00 | 2,44 | 2,38 | 2,50 | 0,00 | 2,78 | 3,23 | |
| Pirazinas | 22,86 | 22,22 | 17,07 | 13,04 | 13,33 | 17,95 | 17,07 | 14,29 | 12,50 | 15,38 | 19,44 | 19,35 | |
| Cetonas | 17,14 | 7,41 | 12,20 | 10,87 | 11,11 | 10,26 | 9,76 | 7,14 | 5,00 | 12,82 | 16,67 | 16,13 | |
| Lactonas | 2,86 | 3,70 | 2,44 | 2,17 | 2,22 | 2,56 | 2,44 | 2,38 | 2,50 | 2,56 | 2,78 | 3,23 | |
| Furanos | 22,86 | 29,63 | 24,39 | 21,74 | 24,44 | 23,08 | 24,39 | 26,19 | 22,50 | 23,08 | 25,00 | 25,80 | |
| Tiofenos | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 2,38 | 2,50 | 2,56 | 2,78 | 3,23 | |
| Fenolicos | 14,29 | 14,81 | 14,63 | 15,22 | 11,11 | 15,38 | 17,07 | 14,29 | 15,00 | 12,82 | 8,33 | 6,45 | |
| Pirroles | 8,57 | 11,11 | 12,20 | 10,87 | 11,11 | 7,69 | 12,20 | 11,90 | 12,50 | 10,26 | 8,33 | 9,68 | |
| Tiazol | 0,00 | 0,00 | 2,44 | 2,17 | 2,22 | 0,00 | 2,44 | 2,38 | 2,50 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | |
| Acidos Carboxilicos | 0,00 | 3,70 | 4,88 | 4,35 | 2,22 | 7,69 | 4,88 | 4,76 | 5,00 | 5,13 | 5,56 | 3,23 | |
| Hidrocarburo | 2,86 | 0,00 | 2,44 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | |
| Ester | 2,86 | 3,70 | 2,44 | 2,17 | 2,22 | 2,56 | 2,44 | 2,38 | 2,50 | 2,56 | 2,78 | 3,23 | |
| Otros | 2,86 | 3,70 | 2,44 | 2,17 | 2,22 | 2,56 | 2,44 | 2,38 | 2,50 | 2,56 | 0,00 | 0,00 | |
| NI | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 13,04 | 13,13 | 10,26 | 2,44 | 7,14 | 12,50 | 10,26 | 5,56 | 6,45 | |

Fuente: Este estudio

Los compuestos volátiles mayoritarios identificados presentes en todas las muestras de aceite de café tostado obtenidas bajo las diferentes condiciones de presión y temperatura de extracción evaluadas se presentan en la tabla 27 junto al rango del porcentaje relativo de área cromatográfica. Se observa que de los diez compuestos mayoritarios, 6 compuestos corresponden a la familia de furanos, 2 compuestos fenólicos, 1 pirazinas y 1 cetona.

De la familia de furanos, el compuesto volátil furanmetanol es el más representativo en todas las muestras, el cual, de acuerdo a Bastidas (2011) es el volátil predominante en el aroma del café tostado de la variedad *Caturra* en el departamento de Nariño.

Tabla 27. Compuestos volátiles mayoritarios en el aroma del aceite de café de grano tostado

| No. | Compuesto | Rango % Área relativa |
|-----|---------------------------------------|--------------------------|
| 1 | Furanmetanol | 23,71 - 33,71 |
| 2 | 2-Etil-3-Metilpirazina | 2,26 - 11,33 |
| 3 | Difurfuril éter | 4,64 - 8,94 |
| 4 | 2-Furfurilfurano | 3,60 - 5,06 |
| 4 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido | 3,14 - 5,48 |
| 6 | Furanmetanol Acetato | 2,46 - 5,17 |
| 7 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol | 1,87 - 5,21 |
| 8 | 2-Furancarboxaldehido | 1,42 - 4,53 |
| 9 | 4-etil-2-metoxifenol | 1,84 - 3,36 |
| 10 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona | 1,13 - 3,01 |

Fuente: Este estudio.

A continuación, la tabla 28 muestra las descripciones odoríficas de algunos de los compuestos mayoritarios identificados en las muestras, los cuales son reportados por la literatura científica relacionada con compuestos encontrados en el café tostado y molido.

Tabla 28. Compuestos volátiles y sus descripciones odoríficas en aceite de café de grano tostado.

| Compuesto | Descripción odorífica |
|---------------------------------------|--|
| Furanmetanol | Caramelo, aceite caliente, amargo. |
| 2-Etil-3-Metilpirazina* | Nueces, cacahuete, hongo |
| 5-Metil-2-Furancarboxaldehido* | Dulce aromático, caramelo |
| Furanmetanol Acetato | Nuez tostada, sensación floral y etílica |
| 2-Metoxi-4-Vinilfenol | Manzana, picante, de maní, el vino o de tipo clavo y curry |
| 2-Furancarboxaldehido | Caramelo, canela, almendra, dulce picante. |
| 4-etil-2-metoxifenol | Especiado |
| 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona | Caramelo |

Fuente: Bastidas (2011), Ribeiro *et al.* (2009)*

Algunos compuestos reportados en este trabajo de las diferentes muestras de aceite de café extraído con CO₂-SC, aunque no se encuentran en tan altas concentraciones, algunos autores los han considerado como contribuidores importantes al aroma y sabor del café, entre ellos están: el guayacol y maltol (3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona), este último, por ser una cetona cíclica derivada de la caramelización de los azúcares posee una aroma dulce, frutado y a azúcar quemada (Tressl *et al.*, 1989), cabe señalar que los porcentajes de área de este compuesto estuvieron por debajo de 1, 01% en las muestras analizadas.

Por otra parte, el compuesto β -Damascenona, según Do Nascimento *et al.* (2006) presenta el mayor impacto en el aroma final del café tostado, a pesar de estar presente en bajas concentración, ya que el impacto de un compuesto aromático no siempre está relacionado directamente a su abundancia (López-Galilea *et al.*, 2006). β -Damascenona se caracteriza por poseer un olor característico a miel y a fruta. Este compuesto se encontró en un porcentaje relativo por debajo del 0,75% en la mayoría de las muestras de aceite de café obtenidas.

Comparado el perfil aromático de una muestra de aceite de café, empleando la fibra DBV/CarboxenTM/PDMS (Tabla 29) y la fibra PDMS/DVB (Tabla 31) empleando HS-SPME, se encontró que las fibras extrajeron diferentes compuestos volátiles, ya que estas difieren en la capacidad de adsorción de compuestos, debido a su polaridad principalmente. Las fibras polares son efectivas para extraer analitos polares y de bajo peso molecular como la DBV/CarboxenTM/PDMS, mientras que las apolares extraen analitos no polares como la fibra PDMS/DVB (Rojas, 2005; Gonzales *et al.*, 2011).

Por otra parte, las fibras que combinan más de un polimero (CW/DVB y DVB/CAR/PDMS), son adecuadas para la determinación de analitos volátiles, a diferencia de las fibras de PDMS y PA (Bastidas, 2011, Gonzales *et al.*, 2011).

Compuestos como Pridina, 2,6-Dimetilpirazina, Guayacol, maltol, (3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona) y furanmetanol (furfuranol) fueron extraídos por ambas fibras aunque en todos los casos, se observa mayor porcentaje relativo en la muestra empleando la fibra PDMS/DVB.

Tabla 29. Identificación tentativa y cantidad relativa (%) de los compuestos volátiles en aceite de café de grano tostado (225°C, 36°C) empleando la fibra DBV/CarboxenTM/PDMS y GC-FID

| No | Tiempo de Retención (min) | Área (Cuentas) | Cantidad Relativa% Área | IRR | Identificación |
|----|---------------------------|----------------|-------------------------|------|--|
| 1 | 14,674 | 199292 | 1,60 | 1188 | 1-Etilpirrol |
| 2 | 14,932 | 113218 | 0,91 | 1194 | Piridina ^{a b} |
| 3 | 17,824 | 146677 | 1,18 | 1269 | Tiazol |
| 4 | 19,074 | 128726 | 1,03 | 1302 | 1-Hidroxi-2-propanona |
| 5 | 20,115 | 83949 | 0,67 | 1329 | 2,5-Dimetilpirazina ^a |
| 6 | 20,34 | 94145 | 0,76 | 1335 | 2,6-Dimetilpirazina ^{a b} |
| 7 | 23,682 | 1086159 | 8,73 | 1426 | 2-Etil-5-Metilpirazina ^a |
| 8 | 25,007 | 436202 | 3,51 | 1465 | 2-Furancarboxaldehido |
| 9 | 26,082 | 45273 | 0,36 | 1496 | Furfural Formiato |
| 10 | 26,44 | 125224 | 1,01 | 1507 | 2-metil-3,5-dietilpirazina |
| 11 | 27,532 | 482502 | 3,88 | 1539 | Furanmetanol Acetato ^a |
| 12 | 28,84 | 427189 | 3,43 | 1577 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido ^a |
| 13 | 29,14 | 51417 | 0,41 | 1586 | 6,7-Dihidro-5-Metil-5H-Ciclopentapirazina |
| 14 | 29,681 | 285805 | 2,30 | 1602 | Furfural Propionato |
| 15 | 30,34 | 61592 | 0,50 | 1624 | 2-formil-1-metilpirrol ^a |
| 16 | 30,931 | 627193 | 5,04 | 1644 | 2-Furfurilfurano ^a |
| 17 | 31,798 | 4013944 | 32,27 | 1673 | Furanmetanol ^{ab} |
| 18 | 32,148 | 32533 | 0,26 | 1685 | 1-(6-Metil-2-Pirazinil)-1-Etanona |
| 19 | 32,565 | 105265 | 0,85 | 1699 | Furfuril Alcohol |
| 20 | 33,315 | 88809 | 0,71 | 1723 | 2-etil-4-metil-2,5-furanediona |
| 21 | 34,048 | 74516 | 0,60 | 1748 | Metil-Silicilato |
| 22 | 34,914 | 92021 | 0,74 | 1777 | Acido 3-metil-2-butenoico |
| 23 | 35,623 | 138885 | 1,12 | 1800 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 24 | 36,206 | 59693 | 0,48 | 1822 | β-Damascenona |
| 25 | 36,723 | 194769 | 1,57 | 1841 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 26 | 37,481 | 91993 | 0,74 | 1869 | Guayacol ^{ab} |
| 27 | 37,698 | 26722 | 0,21 | 1877 | 2-metoxifenol |
| 28 | 38,573 | 85822 | 0,69 | 1909 | 3-Etil-2-Hidroxi-2-ciclopenten-1-ona |

| | | | | | |
|----|--------|--------|------|------|---|
| 29 | 39,839 | 35581 | 0,29 | 1955 | 3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona ^{a b} |
| 30 | 40,764 | 624080 | 5,02 | 1989 | Difurfuril éter ^a |
| 31 | 41,464 | 91708 | 0,74 | 2017 | 2-formilpirrol |
| 32 | 41,639 | 32598 | 0,26 | 2024 | 4-Etilguaicol |
| 33 | 42,122 | 228751 | 1,84 | 2044 | 4-etil-2-metoxifenol ^a |
| 34 | 42,839 | 120032 | 0,97 | 2073 | Eicosanol |
| 35 | 43,464 | 35580 | 0,29 | 2099 | 4-metilfenol |
| 36 | 43,947 | 66495 | 0,53 | 2118 | γ-Decalactona ^a |
| 37 | 44,131 | 86781 | 0,70 | 2126 | NI |
| 38 | 45,897 | 124366 | 1,00 | 2198 | 4-Vinilguaiacol ^a |
| 39 | 46,405 | 285930 | 2,30 | 2219 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 40 | 47,13 | 127576 | 1,03 | 2249 | 1-furfuril-2-formilpirrol |
| 41 | 51,88 | 130574 | 1,05 | 2443 | Acido Benzoico |

Fuente: Este estudio.

a. Identificado por GC-MS (DBV/CarboxenTM/PDMS)

b. Identificado por GC-MS (PDMS/DVB)

El análisis por GC-MS, permitió confirmar la presencia de los siguientes COVs en el aceite de café de grano tostado obtenido con CO₂-SC a 225 bar y 36°C.

Tabla 30. COVs Confirmados por GC-MS en el aceite de café de grano tostado empleando la fibra DBV/CarboxenTM/PDMS y GC-MS

| No | Tiempo de Retención | Identificación Tentativa |
|----|---------------------|-----------------------------|
| 1 | 13,14 | Piridina |
| 2 | 18,64 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 3 | 18,87 | 2,6-Dimetilpirazina |
| 4 | 20,92 | 2-Etil-5-Metilpirazina |
| 5 | 25,88 | Furanmetanol acetato |
| 6 | 27,06 | 5-Metil-2-Funcarboxaldehido |
| 7 | 28,21 | 2-Furfurilfurano |
| 8 | 29,84 | Furanmetanol |
| 9 | 35,58 | Guayacol |
| 10 | 38,57 | Maltol |
| 11 | 38,98 | Difurfuril eter |
| 12 | 40,98 | γ-decalactona |
| 13 | 43,05 | 2-Formil-1-metilpirrol |
| 14 | 44,30 | 4-Vinilguaiacol |

Fuente: Este estudio.

Tabla 31. Identificación tentativa y cantidad relativa (%) de los compuestos volátiles en aceite de café de grano tostado (225°C, 36°C) empleando la fibra PDMS/DVB y GC-MS

| No | Tiempo de Retención (min) | Cantidad relativa % | Identificación tentativa |
|----|---------------------------|---------------------|---|
| 1 | 6,14 | 13 | Ácido acético |
| 2 | 7,51 | 1,6 | 1-Hidroxi-2-propanona ^a |
| 3 | 8,17 | 0,5 | Ácido propanoico |
| 4 | 8,79 | 0,4 | 3-Hidroxi-2-butanona |
| 5 | 9,81 | 0,1 | 1,3-Diazina |
| 6 | 10,06 | 2,7 | Priridina ^a |
| 7 | 12,55 | 0,7 | Dihidro-2-metil-3(2H)-furanona |
| 8 | 13,33 | 1,7 | Metilpirazina ^a |
| 9 | 13,66 | 2,4 | Furfural ^a |
| 10 | 14,62 | 29,7 | Furfuranol ^a |
| 11 | 15,08 | 3,2 | 1-(Acetiloxi)-2-propanona ^a |
| 12 | 16,9 | 0,8 | Formiato furfurilo |
| 13 | 17,18 | 4,1 | 1-(2-Furanil)-etanona-+ Butirolactona |
| 14 | 17,29 | 2,8 | 2,6- Dimetilpirazina ^a |
| 15 | 17,46 | 0,4 | 2-Etilpirazina |
| 16 | 17,55 | 0,2 | 2,3-Dimetilpirazina |
| 17 | 19,34 | 0,7 | C ₈ H ₈ O (M+ 130) |
| 18 | 19,5 | 5,1 | 5-Metilfufural |
| 19 | 20,79 | 3,9 | Acetato de furfurilo |
| 20 | 21,11 | 0,8 | 2,5- Dihidro-3,5-dimetil-2-furanona-+2-Etil-5-metilpirazina |
| 21 | 21,28 | 0,9 | 2,3,5-Trimetilpirazina + 2- Etil-3-metilpirazina |
| 22 | 21,46 | 0,6 | 2-Formil-1-metilpirrol |
| 23 | 21,76 | 0,9 | Pirrol-2-carboxaldehido |
| 24 | 22,24 | 1,3 | Corilona |
| 25 | 22,59 | 0,9 | Limoneno |
| 26 | 23,91 | 1,6 | 2-Acetilpirrol ^a |
| 27 | 24,46 | 1,3 | 2,6- Dietilpirazina ^a |
| 28 | 24,95 | 0,9 | Guayacol ^a |
| 29 | 25,17 | 0,5 | C ₇ H ₁₀ O ₂ (M+ 126) |
| 30 | 25,89 | 5,5 | Maltol ^a |
| 31 | 28,48 | 0,5 | 2-(2-Furanilmetil)-5-metil-furano |
| 32 | 28,64 | 0,4 | 1-(2- Furanilmetil)-1H-pirrol |

| | | | |
|----|-------|-----|-----------------------------------|
| 33 | 32,25 | 0,9 | 4-Etil-2-metoxifenol ^a |
| 34 | 32,83 | 0,7 | N.I. (M+ 341) |
| 35 | 33,76 | 5 | p-Vinilguaicol |
| 36 | 38,93 | 0,8 | N.I. (M+ 341) |
| 37 | 49,65 | 2,4 | Cafeina |

Fuente: Este estudio.

a. Identificado por GC-MS (DBV/CarboxenTM/PDMS)

En cuanto al perfil aromático de los aceites obtenidos a partir de los diferentes tipos de café tostado evaluados, se encontró la presencia de furanos, cetonas, pirazinas, pirroles, ácidos carboxílicos, piridinas, lactonas y otros, en su orden de mayor a menor proporción, como se observa en la tabla 32.

El compuesto furanmetanol fue el volátil mayoritario en ambas muestras de aceite de café, aunque en el aceite obtenido a partir de café tipo consumo local se detectó un 14% de este compuesto, mientras que en el aceite obtenido a partir de café tipo excelso fue de 20% (Ver anexo 14).

Tabla 32. Cantidades relativas expresadas en porcentaje de cada familia de compuestos encontrados en muestras de aceite a partir de diferentes tipos de café tostado extraído con CO₂-SC (331°C, 36°C).

| Familia | Aceite a partir de café | |
|----------------------|--------------------------|---------|
| | Tipo consumo local | Excelso |
| | % Relativo de compuestos | |
| Furanos | 30,56 | 25,00 |
| Cetonas | 16,67 | 7,14 |
| Pirazinas | 13,89 | 14,29 |
| Pirroles | 11,11 | 14,29 |
| Ácidos carboxílicos | 8,33 | 10,71 |
| Compuestos fenólicos | 5,56 | 10,71 |
| Piridinas | 2,78 | 3,57 |
| Lactonas | 2,78 | 3,57 |
| Otros | 2,78 | 0 |

Fuente: Este estudio.

5.4.5. Perfil aromático del aceite de café de grano tostado extraído con Soxhlet. Los resultados obtenidos en el perfil aromático del aceite de café a partir de grano tostado y molido extraído con soxhlet, se muestran en la tabla 33. Se observa que el compuesto volátil que se detectó y se cuantificó en mayor proporción fue el ácido palmítico (37,6%) y no el compuesto furanmetanol (7,5%) como en las muestras de aceite de café obtenidas con CO₂-SC. Por otra parte, se determinó que los compuestos identificados tentativamente pertenecen a la familia de furanos (27,78%), seguidos de pirazinas (19,44%), pirroles (13,89%), compuestos fenólicos (8,33%), ácidos carboxílicos (8,33%), cetonas (5,56%) y piridinas (2,78%).

A pesar que el aceite obtenido por el método soxhlet presentó un perfil aromático con compuestos característicos del aroma de café, se detectaron en su perfil, ácidos carboxílicos como el ácido palmítico (37,6%) y ácido 3-metilbutanoico (2,3%) (olor a queso), el primero no se identificó en ninguna de las muestras de aceite de café obtenido con CO₂-SC, el segundo en algunas de ellas, pero en una menor proporción, lo cual muestra una diferencia en el perfil aromático de los aceites obtenidos bajo los métodos de extracción evaluados.

Tabla 33. Identificación tentativa y cantidad relativa (%) de los compuestos volátiles por HS-SPME y GC-MS en aceite de café de grano tostado extraído por soxhlet

| No. | Tiempo de retención (min) | Identificación tentativa | Cantidad relativa % de área |
|-----|---------------------------|---------------------------|-----------------------------|
| 1 | 13,074 | Piridina | 0,2 |
| 2 | 15,189 | 3-Metil-3-buten-1-ol | 0,6 |
| 3 | 16,347 | Metilpirazina | 0,8 |
| 4 | 18,562 | 2,5-Dimetilpirazina | 0,6 |
| 5 | 18,804 | 2,6-Dimetilpirazina | 0,4 |
| 6 | 20,942 | 2-Etil-5-metilpirazina | 0,4 |
| 7 | 21,160 | 2-Etil-6-metilpirazina | 0,2 |
| 8 | 21,650 | 2,3,5-Trimetilpirazina | 0,5 |
| 9 | 22,892 | Ácido Acético | 0,5 |
| 10 | 23,315 | Furfural | 3,1 |
| 11 | 23,435 | 1-(Acetiloxi)-2-propanona | 1,1 |
| 12 | 24,757 | 2-Acetilfurano | 1,4 |
| 13 | 25,893 | Furanmetanol Acetato | 4,6 |

| | | | |
|----|--------|------------------------------------|------|
| 14 | 27,061 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido | 5,3 |
| 15 | 27,881 | 2-Furanmetanol propanoato | 0,7 |
| 16 | 28,214 | 2-furfurilfurano | 0,5 |
| 17 | 28,551 | 2-Formil-1-metilpirrol | 0,7 |
| 18 | 28,73 | N.I | 1,0 |
| 19 | 29,841 | Furanmetanol | 7,5 |
| 20 | 30,092 | Ácido 3-metilbutanoico | 2,3 |
| 21 | 30,570 | N.I | 0,9 |
| 22 | 30,897 | 2-Acetil-3-metilpirazina | 0,5 |
| 23 | 32,197 | 2,5-Dihidro-3,5-dimetil-2-furanona | 1,0 |
| 24 | 33,174 | 2-Propionilfurano | 0,3 |
| 25 | 33,787 | N.I | 1,1 |
| 26 | 34,761 | N-furfurilpirrol | 1,9 |
| 27 | 35,592 | Guayacol | 1,3 |
| 28 | 38,590 | Maltol | 1,7 |
| 29 | 38,683 | N.I | 2,6 |
| 30 | 39,000 | Difurfuril éter | 1,2 |
| 31 | 39,485 | 2-Acetilpirrol | 0,9 |
| 32 | 40,030 | Pirrol-2-carboxialdehido | 1,5 |
| 33 | 40,229 | 4-Etil-2-metoxifenol | 0,6 |
| 34 | 42,066 | 2-Formil-1-metilpirrol | 0,8 |
| 35 | 44,318 | 4-Vinilguaiacol | 4,2 |
| 36 | 48,809 | Ácido Palmítico | 37,6 |

Fuente: Esta investigación

5.5. ANÁLISIS SENSORIAL DEL ACEITE DE CAFÉ DE GRANO TOSTADO OBTENIDO CON CO₂-SUPERCRÍTICO

Aunque la valoración de los atributos sensoriales de los aceites obtenidos no presentó una relación clara con respecto a la presión y temperatura de extracción supercrítica, las valoraciones de catación, emitidas por un catador experto del Laboratorio del Café de la Asociación de Productores de café de la Unión, Nariño (ASPROUNIÓN), permitieron establecer, que existen percepciones diferentes al valorar sensorialmente entre las muestras de aceite de café obtenidas bajo las diferentes condiciones de extracción evaluadas.

Las características sensoriales del proceso de catación más sobresalientes, se expresaron en sensaciones de sabor y aroma a: Chocolate, caramelo, canela, almendra, floral, mantequilla, vainilla, cítrico y durazno. A partir de las descripciones odoríficas de los compuestos volátiles identificados (Ver Tabla 28),

se pudo inferir que varios de estos, presentan características odoríficas iguales o muy similares, a las sensaciones sensoriales percibidas por el catador (Tabla 34).

Tabla 34. Valoraciones sensoriales de las muestras aceite de café.

| No. de muestra | Condiciones | Valoración sensorial |
|----------------|--------------|---|
| 1 | 150 Bar-40°C | Chocolate, caramelo, amargo, áspero. |
| 2 | 300 Bar-40°C | Panela, malta, ácido a cítrico. |
| 3 | 150 Bar-60°C | Caramelo, cereza, frutos rojos, ácido, sabor residual, astringente, vino. |
| 4 | 300 Bar-60°C | Miel, floral, cítrico, almendras, cremoso, bajo de dulzor. |
| 5 | 119 Bar-50°C | Cedro, pino, maderoso. |
| 6 | 331 Bar-50°C | Mantequilla, vainilla, avellanas, dulce, meloso. |
| 7 | 225 Bar-36°C | Chocolate intenso, caramelo, opaco. |
| 8 | 225 Bar-64°C | Caramelo, mantequilla, durazno, dulce agradable (perdura), cítrico. |
| 9 | 225 Bar-50°C | Caramelo, floral, delicado, clavo de olor, picante. |

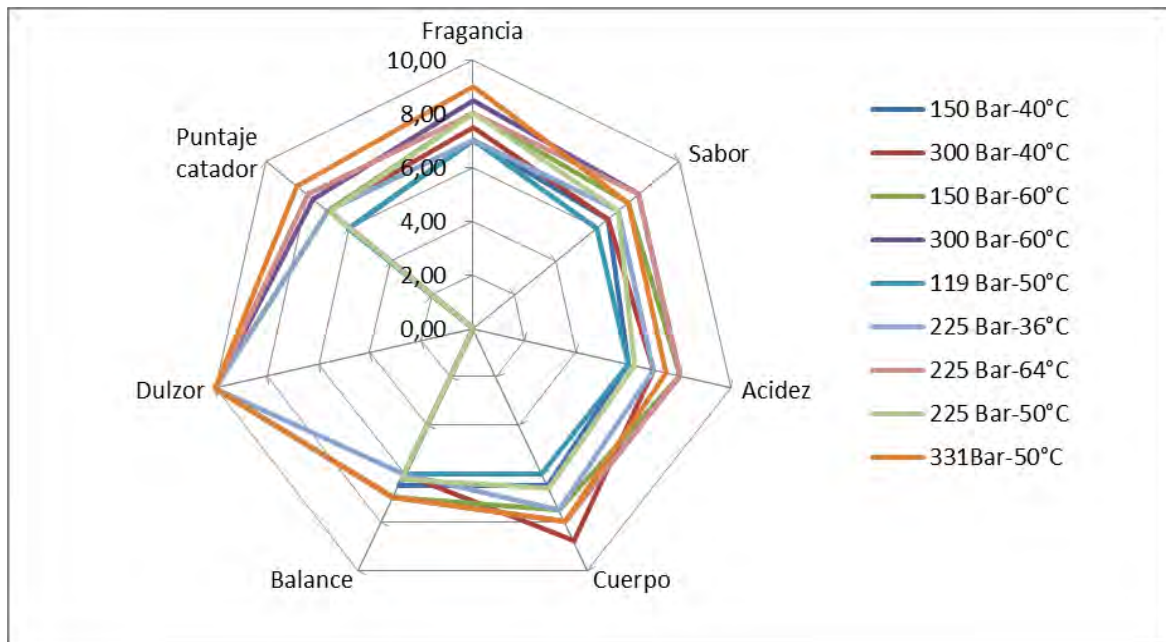
Fuente: Este estudio.

La nota a caramelo predominó en la mayoría de las muestras de aceite de café, la cual está asociada probablemente a los compuestos furanmetanol y 2-Furancarboxaldehído, los cuales se encuentran entre los 10 COVs identificados más abundantes en todas las muestras analizadas.

Por su parte, la muestra 9 (225 bar, 50°C) presentó particularmente una nota picante que puede estar relacionada con el compuesto 2-Metoxi-4-Vinilfenol, que se asocia con un ligero picante (Tabla 28), encontrándose este compuesto en mayor proporción en la muestra de aceite obtenido bajo dichas condiciones de extracción, que en las demás muestras.

La gráfica 17, muestra de forma resumida el comportamiento de los principales atributos evaluados, en ella se observa que bajo las condiciones de la muestra 6 (331 bar y 50 °C), se obtuvo el puntaje más alto en cuanto a fragancia y al puntaje expresado por el catador (8,5 para ambos atributos). Atributos como el sabor, acidez, cuerpo y balance de esta muestra tuvieron un puntaje entre 7 y 8. Las muestra 4 (300 Bar-60°C) y 7 (225 Bar-36°C) tuvieron puntuación de 8 en cuanto al sabor, el cual fue el valor más alto alcanzado en este atributo y que en la escala de evaluación corresponde a excelente. El mejor cuerpo lo presentó la muestra 2 (300 bar- 40°C). Por otra parte, el dulzor fue un atributo que no todas las muestras lo presentaron (muestras 1, 2, 5 y 9)

Gráfica 17. Principales atributos del aceite de café obtenido bajo diferentes condiciones de extracción con CO₂-SC.

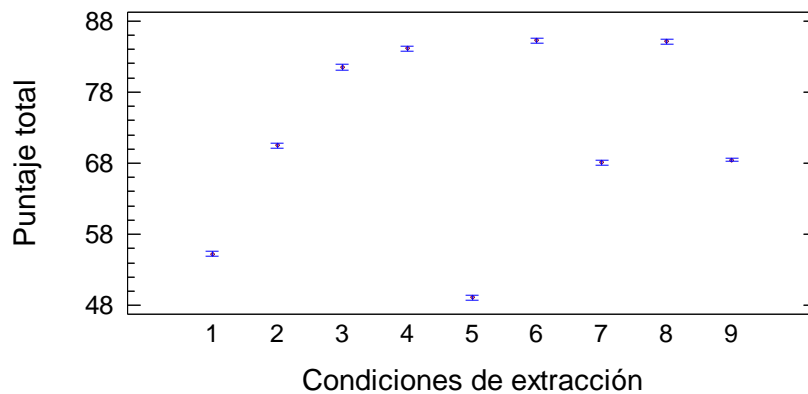


Fuente: Este estudio.

La gráfica de medias para el puntaje total de cada aceite, se muestra en la gráfica 18, donde se observa que hay diferencia estadísticamente significativa entre todas las condiciones analizadas. En general la mayoría de las muestras presentó buenas puntuaciones. Sin embargo, la condición 3 y 4 obtuvieron 81 y 84 puntos, respectivamente, lo cual, de acuerdo a la tabla 5, clasifica en este caso al aceite como *muy bueno* (Grado Q Premium), mientras que las muestras 6 y 8 con puntaje de 86, respectivamente, se catalogan como *excelente* (Grado Especial).

Solamente las muestras 1 y 5 obtuvieron puntajes de 55 y 54, por lo tanto, estos aceites se clasifican como un café bajo muestra, es decir de muy baja calidad y que en el ámbito del café se cataloga como un café para consumo local. Aunque la relación de la presión y temperatura de extracción no es muy clara con respecto al análisis sensorial dado que es una variable compleja, se alcanza a estimar que manejar presiones muy bajas (119 - 150) junto a temperaturas no tan altas (40 y 50), son condiciones desfavorables para la extracción de aceite con un buen perfil sensorial.

Gráfica 18. Gráfico de medias de LSD de Fisher del puntaje del total con respecto a las condiciones evaluadas.

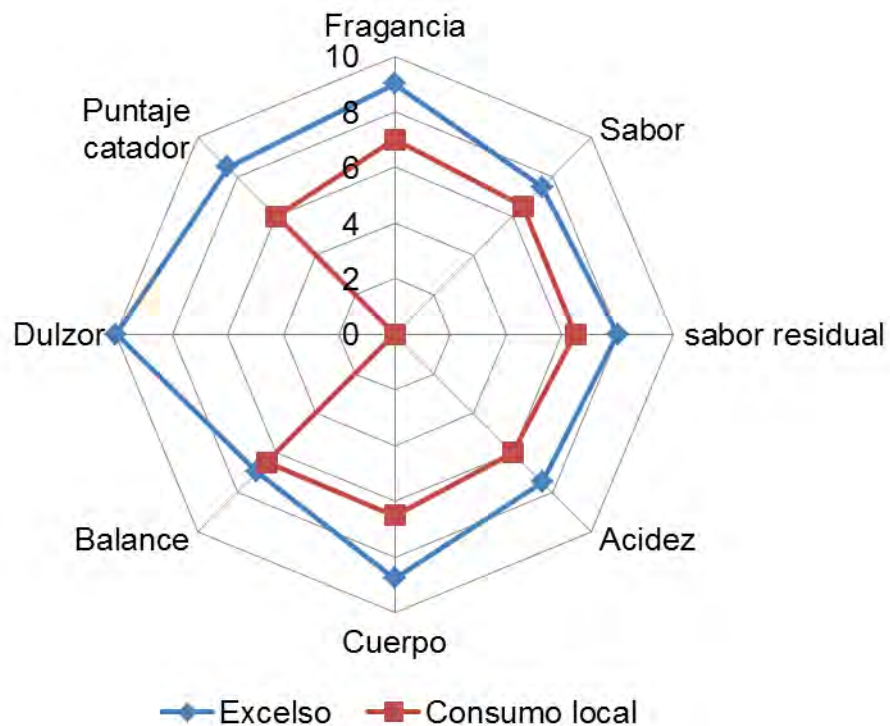


Fuente: Este estudio.

Comparando el aceite de café extraído con CO₂-SC a partir de café tipo excelso y de consumo local, en la gráfica 19, se puede observar que el aceite obtenido a partir de café excelso presentó la mejor puntuación en cada uno de los atributos evaluados, con lo cual logró un puntaje total de 86 que lo clasifica como Grado Especial con descripción Excelente. Mientras que el aceite obtenido a partir de café de tipo consumo local obtuvo una puntuación entre 6 y 7 en los atributos sensoriales evaluados alcanzando un total 60 puntos, clasificándose como Debajo de Grado Q y se describe como café Comercial.

Además, el aceite de café obtenido a partir de café tipo excelso presentó notas a chocolate, mantequilla, vainilla, avellanas, dulce, meloso, mientras que el aceite de café obtenido a partir de café de tipo consumo local, presentó notas a chocolate caramelo, amargo, moho, tierra. De acuerdo a esto, se puede inferir que la calidad del aceite de café obtenido también depende del tipo de café del cual se realice la extracción.

Gráfica 19. Perfil de atributos sensoriales de aceite a partir de café tipo excelso y consumo local obtenido con CO₂-SC (331 bar, 36°C)

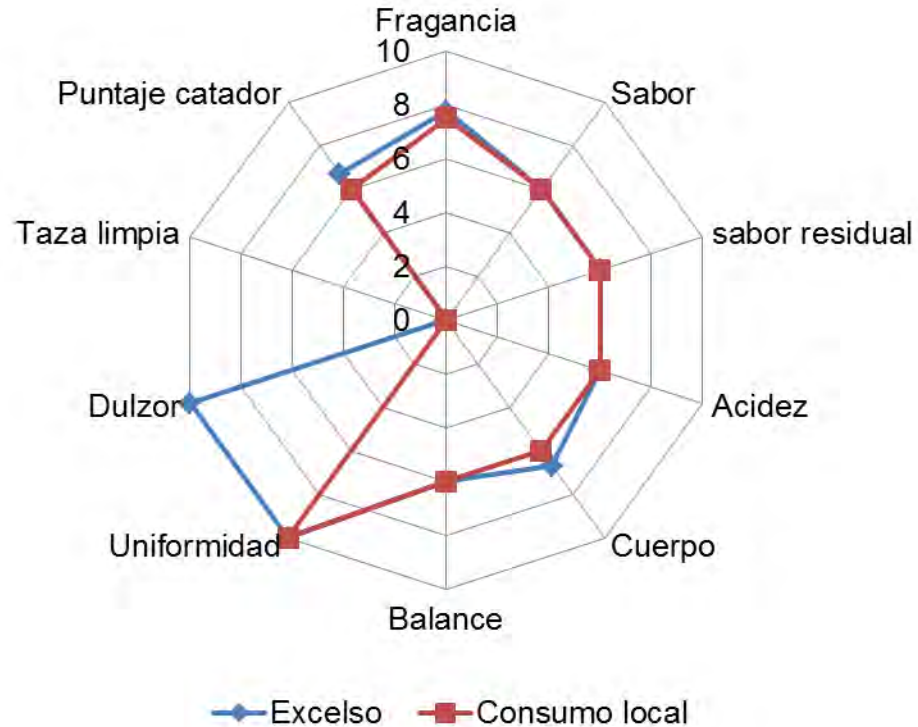


Fuente: Este estudio.

5.6. ANÁLISIS SENSORIAL DEL CAFÉ RESIDUAL DESPUÉS DE LA EXTRACCIÓN SUPERCRÍTICA.

Los resultados del análisis sensorial del café tostado y molido de tipo consumo local y excelso obtenidos después de la extracción supercrítica a 331 bar y 36 °C, se muestran en la gráfica 20, donde se observa que ambos tipos de café después de la extracción del aceite, presentan igual puntaje en atributos como sabor, sabor residual, acidez, balance, uniformidad y en cuanto al atributo de taza limpia, presentaron una puntuación de cero, lo cual indica que el café evaluado presentó defectos en cuanto a la experiencia total del sabor.

Gráfica 20. Perfil de atributos sensoriales de café tipo excelso y consumo local después de la extracción con CO₂-SC (331 bar, 36°C)



Fuente: Este estudio.

El residuo del café tipo excelso obtuvo una mejor puntuación en cuanto a cuerpo, dulzor y la puntuación del catador. Sin embargo, su puntaje total en la catación dio como resultado 65 puntos y para el residuo de café de consumo local un total de 54 puntos, por lo tanto se describen de acuerdo a la tabla 5, como Comercial y Bajo Muestra, respectivamente, siendo ambos clasificación Debajo de Grado Q. De acuerdo a esto y lo expresado por el catador Jairo Muñoz (2013), estos residuos presentan atributos favorables para el consumo a nivel local, como un café común tipo comercial. Por lo tanto, es posible afirmar que el café después de una extracción supercrítica de su aceite no es un residuo inservible y podría ser un subproducto apto para consumo humano, ya que además no presenta trazas de solventes tóxicos de extracción.

Por otra parte, no es posible el consumo del café tostado y molido después de ser usado en la extracción tipo soxhelt, debido a que este queda con residuos del solvente (hexano) empleado en la extracción, predominando de esta manera su olor, lo que resulta desagradable y demuestra la toxicidad de este residuo.

Residuos como la torta obtenida tras una extracción de aceite de café por prensado no permiten la obtención de una bebida de café con buenas características organolépticas aunque si presenta un alto contenido de aceite (9% a 10%) como lo expresa López (2007) en su estudio.

Las notas que presentó el café después de la extracción supercrítica, se muestran en la tabla 35. La nota común en los dos cafés fue la de cereal, lo cual no es agradable en una bebida de café. Por otra parte la diferencia entre las demás notas percibidas por el catador, están relacionadas posiblemente al tipo de tuestión de las muestras, el origen de las mismas, entre otros factores que puedan afectar y no a las condiciones de extracción empleadas ya que para ambos ensayos se utilizaron las mismas condiciones.

Tabla 35. Valoración sensorial de café de grano tostado después de la extracción con CO₂-SC (331 bar, 36°C).

| Tipo de residuo | Valoración sensorial |
|--------------------|-----------------------------|
| Café excelso | Chocolate, dulce, cereal |
| Café consumo local | Mantequilla, amargo, cereal |

Fuente: Este estudio.

5.7. SOLUBILIDAD DEL ACEITE DE CAFÉ

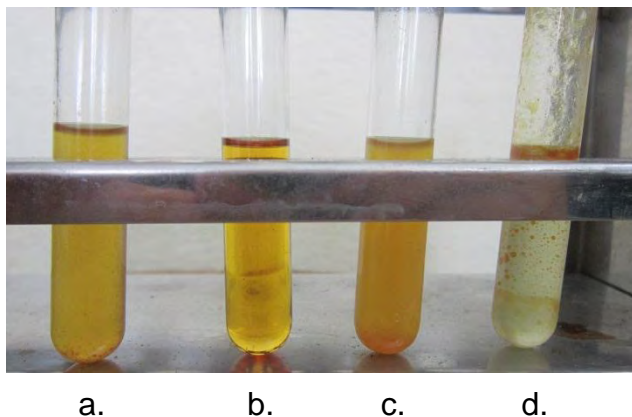
Todas las muestras de aceite de café obtenidas con CO₂-SC y Soxhlet, presentaron los siguientes resultados en la prueba de solubilidad cualitativa (Tabla 36):

Tabla 36. Resultado de solubilidad del aceite café de grano tostado.

| Solvente | Resultado |
|------------|-----------|
| Agua | Negativo |
| Alcohol | Negativo |
| Hexano | Positiva |
| Cloroformo | Positiva |

Fuente: Este estudio.

Figura 13. Prueba de solubilidad cualitativa del aceite de café de grano tostado en: a. Cloroformo; b. Hexano; c. Etanol; d. Agua.



Fuente: Este estudio.

De acuerdo a lo observado en la determinación solubilidad cualitativa (Figura 13), el aceite no fue soluble en agua, parcialmente soluble en etanol tomando la prueba como negativa, ya que después de pocos segundos se observó una separación de fases, mientras que en hexano y cloroformo fue soluble completamente mostrando una solución homogénea, por poseer ácidos carboxílicos afines a las moléculas de hexano y cloroformo, los cuales son solventes apolares, sin embargo la interacción entre las moléculas parece ser diferente, ya que en el caso de la solución con hexano se observa una fase translúcida, mientras que con cloroformo se observó cierta turbidez.

De esta manera, la solubilidad de los aceites obtenidos con $\text{CO}_2\text{-SC}$ en compuestos apolares muestran una naturaleza bastante apolar debido a que sustancias no polares son solubles en solventes no polares (Durst y Goker, 1985) como en este caso hexano y cloroformo (en su orden creciente de polaridad).

6. CONCLUSIONES

El análisis estadístico mostró que los factores presión y temperatura de extracción con CO₂-SC tuvieron un efecto estadísticamente significativo sobre el rendimiento, siendo las mejores condiciones para la obtención de un alto rendimiento de aceite de café de grano tostado: 331,06 bar y 35,86°C, con las cuales se obtuvo un rendimiento del 12%.

Se identificó como componentes mayoritarios en el perfil lipídico del aceite de café extraído con CO₂-SC, al ácido palmítico y linoleico, además de la presencia de otros ácidos grasos como: oleico, esteárico, araquídico y linolénico.

La influencia de la presión y la temperatura de extracción fue estadísticamente significativa para el contenido de ácido linoleico en el aceite de café, siendo las mejores condiciones 331,07 bar y 35,07°C, mientras que solamente la temperatura, fue el factor que influyó en el contenido de ácido palmítico en el aceite de café, con lo cual se obtiene 50,28% a 331,07 bar y 64,14°C.

El importante contenido de ácido linoleico junto a otros de interés presentes en el aceite de café, le dan una característica composicional funcional especial que podría darle un uso tanto en la industria alimentaria y cosmética. Por tal motivo, se establece que las condiciones más favorables en cuanto a contenido de ácido linoleico, la relación poliinsaturados/saturados y rendimiento para la extracción de aceite de café tostado son 331,06 bar y 35,86°C.

Se obtuvo un mayor rendimiento en la extracción de aceite de café mediante la extracción soxhlet (16%), sin embargo el tiempo requerido de extracción fue de 8 horas más dos horas adicional para la eliminación del disolvente (hexano) y el uso de altas temperaturas que lo hacen inviable para la industria alimentaria y cosmética.

La cantidad de ácidos grasos poliinsaturados fue superior en el aceite de café extraído con CO₂-SC que el aceite obtenido por soxhlet, lo que hace a esta técnica recomendable para la industria alimentaria, cosmética y farmacéutica.

Teniendo en cuenta que la extracción de aceite a partir de café excelso con CO₂-SC, presentó mayor rendimiento, contenido de ácido linoleico, relación poliinsaturados/saturados y mejor perfil sensorial con respecto al aceite obtenido a partir de café tipo consumo local, por tal motivo es conveniente la extracción supercrítica de aceite de café a partir de café de alta calidad.

En todos los aceites de café obtenidos con CO₂-SC, los furanos se encontraron presentes en mayor proporción, seguidos de las pirazinas, compuestos fenólicos,

cetonas y pirroles, los cuales son familias de compuestos característicos del sabor y aroma del café tostado, lo que posibilita su uso como saborizante.

El café obtenido tras la extracción supercrítica del aceite, es un residuo que podría ser utilizado como café de consumo local ya que presenta características sensoriales apropiadas para ello y es libre de solventes tóxicos.

7. RECOMENDACIONES

Continuar con estudios en relación a la extracción de aceite a partir de una mezcla de café excelso y pasilla estableciendo una proporción apropiada entre los tipos de café y las mejores condiciones de extracción teniendo en cuenta rendimiento, composición y costos para la obtención del aceite.

Realizar estudios con respecto a la capacidad antioxidante del aceite de café extraído con fluidos supercríticos y empleando co-solventes como el agua y evaluar la composición química de los extractos obtenidos

Se recomienda continuar investigando respecto al periodo de conservación bajo diferentes condiciones de envasado y almacenamiento del aceite de café extraído con fluidos supercríticos.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADAMS, R. Identification of essential oil components by gas chromatography quadrupole mass spectroscopy. 3 ed. EEUU: Carol Stream, Allured Pub. Corporation, Illinois, 2001. 456 p.

AGUEDA, M. Efecto del ácido linoleico conjugado (CLA) sobre el perfil lipídico en humanos. *Archivos Latinoamericanos de Nutrition*. 2009. Vol 59: 245–253.

ALTAKI, M.S., SANTOS, F.J., GALCERAN, M.T. Automated headspace solid-phase microextraction versus headspace for the analysis of furan in foods by gas chromatography–mass spectrometry. *Talanta*. 2009. Vol 78: 1315–1320.

ALBARRACÍN, G. GALLO, S. Comparación de dos métodos de extracción de aceite esencial utilizando *Piper aduncum* (cordoncillo) procedente de la zona cafetera. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Manizales: Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Química, 2003. 103 p.

ALVARADO, S. & ROJAS, C. Cultivo y beneficiado del café. Bogotá: Edición ilustrada, EUNED, 1994. 160 p.

ALLINGER, M. L. Química orgánica, Reverte, 1984. Vol. 1, 740 p.

AMSTALDEN, L.C., LEITE, F., MENEZES, H. Identificação e quantificação de voláteis de café através de cromatografia gasosa de alta resolução / espectrometria de massas empregando um amostrador automático de “Headspace”. *Ciênc. Tecnol. Aliment., Campinas*. 2001. Vol 21(1): 123-128.

ANDRADE, K. S., GONCALVE, R. T., MARASCHIN, M., RIBEIRO-DO-VALLEC, R. M., MARTÍNEZ, J., FERREIRA, S. R. Supercritical fluid extraction from spent coffee grounds and coffee husks: Antioxidant activity and effect of operational variables on extract composition. *Talanta*. 2012. 88: 544– 552

AZEVEDO, A.B.A., KIECKBUSH, T.G., TASHIMA, A.K., MOHAMED, R.S., MAZZAFERA, P., VIERA DE MELO, S.A.B. Extraction of green coffee oil using supercritical carbon dioxide. *Journal of Supercritical Fluids*. 2008. Vol 44: 186-192.

ALVAREZ, A.M.R., RODRIGUEZ, M.L.G. Lipids in pharmaceutical and cosmetic preparations. *Grasas y Aceites*. 2000. Vol 51: 74-79.

ARAÚJO, J. SANDI, D. Extraction of coffee diterpenes and coffee oil using supercritical carbon dioxide. *Food chemistry*. 2007. Vol 101 (3): 1087-1094.

ARAÚJO, J. M. A., SANDI, D. & Coimbra, J. S. R. Coffee oil, cafestol, and kahweol: extraction using supercritical carbon dioxide. *Food Science and Technology*. 2008. 441-457.

AZODANLOU, R., DARBELLAY, C., LUISIER, J. L., VILLETZAZ, J. C. AMADO, R. A new concept for the measurement of total volatile compounds of food. *Z Lebensmuntersforsch A*. 1999. Vol 208 (4): 245-258

BAK, A.A.A., GROBEE, D.E. The effect on serum cholesterol levels of coffee brewed by filtering or boiling. *New England Journal of Medicine*. 1989. Vol 321: 1432-1437.

BASTIDAS, A. O. Estudio químico de los componentes volátiles y análisis de la composición de taninos y cafeína en dos variedades de café (*Caturra* y *Castillo*) del Departamento de Nariño. Trabajo de grado Químico. Pasto-Nariño: Universidad de Nariño. Departamento de Química, 2011. 126 p.

BIBLIOTECA LUIS ÁNGEL ARANGO.

[http://www.banrepcultural.org/blaavirtual/revistas/credencial/Septiembre 2011/sendero-café](http://www.banrepcultural.org/blaavirtual/revistas/credencial/Septiembre%202011/sendero-cafe). Visitada (27/08/2013)

BRIMMER, J. Process for extraction of coffee oil containing aroma constituents. Patent DE 4335321. 1995.

BRUNNER, G. Supercritical fluids: technology and application to food processing. *Journal of Food Engineering*. 2005. Vol 67: 21-33.

CAFÉ COLOMBIANO. http://coffee.wholesaleonlineweb.com/cafe_colombiano.htm. Visitada (05/06/2012)

CARDONA, F. L. La virtud del café. Barcelona: Editor S.A; 2011.

CASTRO, M., HERRERA, C. H., LUTZ, G. Composición, caracterización y potencial aterogénico de aceites, grasas y otros derivados producidos o comercializados en Costa Rica. *Acta méd. costarric* [online]. Vol.47 (1): 36-42. Disponible en: <http://www.scielo.sa.cr/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0001-60022005000100006&lng=es&nrm=iso>. ISSN 0001-6012. Visitadas (2013-09-01)

CEBALLOS, L., PINO, J. Aplicaciones de la Microextracción en fase Sólida en el análisis de componentes volátiles en frutas y vegetales. *Ciencia y Tecnología de Alimentos*. 2005. Vol 15 (3):65-71.

COLOMBIA, FEDERACION NACIONAL DE CAFETEROS. Comportamiento de la Industria Cafetera Colombiana. 2011.

COLOMBIA, PROEXPORT, Oportunidades, octubre de 2010. Disponible en <http://www.proexport.com.co/sites/default/files/china.pdf>. Visitada (07/10/ 2012)

COFFEE QUALITY INSTITUTE (CQI), Disponible en: <http://www.coffeeinstitute.org/home> . Visitada (27/08/2013)

COUTO, R. M., FERNANDES, J., DA SILVA, M. D. R. G., & SIMÕES, P. C. Supercritical fluid extraction of lipids from spent coffee grounds. *The Journal of Supercritical Fluids*. 2009. Vol 51 (2): 159–166.

DURST, D. H., GOKEL, G. W. Química orgánica experimental. Editorial Reverte. 1985. 600 p.

DARK, S. K. Y NURSTEN, H.E. Volatile Components. En: Coffee Chemistry; Clarke, R. J., Macrae, R., Eds.; Elsevier Applied Science Publishers: New York, U.S.A. 1985. Vol. 1: 223-265.

DELGADO, C. El libro del café. Madrid: Alianza Editorial. 1997.

DÍAZ, C. VÁSQUEZ, E. Determinación de la composición y la capacidad antioxidante de aceites obtenidos por extracción con CO₂ supercrítico de granos de café con diferente grado de tostión. Trabajo de grado Pregrado. , Universidad Industrial de Santander Bucaramanga, Facultad de Ciencias, 2011. 118 p.

DO NASCIMENTO, E. A., DE MORAIS, S. A., DE AQUINO, F.J., OLIVEIRA, G. S., DO NASCIMENTO. P. M., CHANG, R. β -damascenona – a ponte que liga os aromas da rosa damascena e do café. *Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química (SBQ)*. 2006. Vol 29 (A): 282-284.

DURAN, M. A. Fraccionamento do óleo de café verde por destilação molecular. Tesis doctoral. Universidad de Estadual de Campinas, Campinas - São Paulo. 2011. 167 p.

DRAELOS, Z. Cosmeceuticos: Serie dermatologia estética. Elsevier España: s.n. 2006. 238 p.

EL CAFÉ EN LA COSMÉTICA. <http://tenerbuenasalud.com/2012/12/el-cafe-en-la-cosmetica.html#>. Visitada (04/09/13)

EL CAFÉ DE NARIÑO. http://narino.cafedecolombia.com/narino/el_cafe_de_narino/. Visitada (23-09-2012)

ESQUÍVEL, M. BERNARDO-GIL, M.G. El uso de fluidos supercríticos en la industria de aceites alimentarios. *Grasas y Aceites*. 1993. Vol 44 (1):1-5.

ESQUIVEL, P., JIMÉNEZ, V. M. Functional properties of coffee and coffee by-products. *Food Research International*. 2012. Vol 46 488–495.

FRASCARELI, E.C., SILVA, V.M., TONON, R.V., HUBINGER, M.D. Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying. *Food and Bioproducts Processing* 2012. 90: 413–424

FEDERACION NACIONAL DE CAFETEROS. http://www.federaciondecafeteros.org/particulares/es/sala_de_prensa/detalle/palabras_del_presidente_de_la_republica_doctor_juan_manuel_santos_calderon/. Visitada (23-09-2012)

FOLLEGATTI, L. A. Extracção de óleo de Sacha inchi (*Plukenetia volubilis* L.) com dióxido de carbono supercrítico, Tesis pregrado Engenheiro de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos. 2007. 81 p.

FUENTES, N. J. NUÑEZ, V. M. Evaluación del efecto del aceite de coroba en la elaboración de jabón cosmético. Trabajo de Grado presentado como requisito para optar al Título de Ingeniero Químico. Universidad de Oriente. Barcelona. 2010.

GALLEGO, F. Gestión de alimentos y bebidas para hoteles, bares y restaurantes. Editorial Paraninfo, 2001. 705 p.

GÓMEZ, M., MATEU, H. “Oleomasaaje” un aceite ozonizado para masajes corporales. *Revista CENIC*. 36 (2005). Disponible en: <http://redalyc.uaemex.mx/src/inicio/ForazarDescargaArchivo.jsp?cvRev=1812&cvArt=181220525006&nombre=>

GONZÁLES, M. J. M. Extracción apolar y polar del rechazo de café para la manufactura de bloqueadores solares. Trabajo de grado. Ingeniero Químico, Universidad de San Carlos de Guatemala. Facultad de Ingeniería. 1998.

González, H. M., González, S., Rosales, T. Café (*Coffea arabica* L.): compuestos volátiles relacionados con el aroma y sabor. *UNACAR Tecnociencia*. 2011. 35-45.

GONZALES-RIOSAS, O., SUAREZ-QUIROZA, M. L., BOULANGERB, R. BARELB, M. GUYOTB, B., GUIRAUD, J. P., SCHORR-GALINDO, S. Impact of “ecological” post-harvest processing on the volatile fraction of coffee beans: I. Green coffee. *Journal of Composición y Análisis de Alimentos*. 2007. Vol 20 (4):289-296

GROBAS, S., MATEOS, G.G. Influencia de la nutrición sobre la composición nutricional del huevo. XII Curso de Especialización FEDNA, Dpto. Producción Animal. Universidad Politécnica de Madrid, MADRID, 7 y 8 de Noviembre. 1996.

GONZALEZ, O., SUAREZ, M. y Otros. Impact of “ecological” post-harvest processing on the volatile fraction of coffee beans: I. Green coffee. *Journal of Food Composition and Analysis*. 2007. Vol 20: 289–296.

GROLLIER, J.F., PLESSIS, S. Use of coffee bean oils as a sun filter. United States Patent N° 4, 793, 990. US Patent & Trademark Office. 1988.

HAI-BO, GU., XUE-YI, MA., JING-BO, WU., QI, ZHANG., WEN-BING, YUAN., YI-PING CHEN. Concentration of α -Linoleic Acid of Perilla Oil by Gradient Cooling Urea Inclusion. *Agricultural Sciences in China*. 2009. Vol 8 (6): 685-690.

HASHIM, L., CHAVERON, H. Use of methylpyrazine ratios to monitor the coffee roasting. *Food Research International*, 1996. Vol 28 (6): 619-623.

HERNÁNDEZ, A. G. Tratado de nutrición / Nutrition Treatise: Composición y Calidad Nutritiva de los Alimentos / Composition and Nutritional Quality of Foods. Editorial Médica Panamericana, 2010. Vol 2. 786 p.

AL-HAMAMRE, Z., FOERSTER, S., HARTMANN, F., KRÖGER, M., KALTSCHMITT, M. Oil extracted from spent coffee grounds as a renewable source for fatty acid methyl ester manufacturing, 2012. *Fuel*. Vol 96: 70–76.

HURTADO, A. Estudio del proceso de extracción de componentes minoritarios de aceite de oliva con CO₂ supercrítico en contracorriente, Tesis Doctoral. Universidad Autónoma de Madrid, Dpto. de Ingeniería Química, Madrid-España. 2002.

INDUSTRIAS QUANTIK. Memorias Seminario “Café”. 2010.

INSTITUTO DEL CAFÉ DE COSTA RICA, PROACAFE (Organización). Memorias de serie memorias serie Ponencias, resultados y recomendaciones de eventos. *IIC*. 1997. Vol 97 (5). 524 p.

ILly, A. Y Viani, I R. *Espresso Coffee. The Chemistry of Quality*, 1ra ed.; Academic Press: Londres, UK. 1995. 253 p.

JAMONDINO, J. J., TORRES, F. J. Determinación de la calidad sensorial del café (*Coffea arabica* L. var. Caturra), en el municipio de Guatica, departamento de Risaralda. Trabajo de Grado para optar al título de Ingeniero Agrónomo. Facultad de Agronomía. Universidad de Nariño. Disponible en <http://biblioteca.udenar.edu.co:8085/atenea/biblioteca/80430.pdf>. Visitada (28/06/2013)

KIRITSAKIS, A. K. El Aceite de Oliva. A. Madrid Vicente Ediciones, 2ª Ed. Madrid: s.n. 2002.

KOLLING-SPEER, I., STROHSCHNEIDER, S., & SPEER, K. Determination of free diterpenes in green coffee and roasted coffees. En: *Journal High Resolution Of Chromatography*. 1999. Vol 22: 43-45.

LABORATORIO DE QUÍMICA ORGANICA 502502. Guía No 2: Ensayos preliminares y clasificación de compuestos por solubilidad. Universidad de Bogotá Jorge Tadeo Lozano.

LIST, G.R., FRIEDRICH, J. P., POMINSKI, J. Characterization and processing of cottonseed oil obtained by extraction with supercritical carbon dioxide. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 1984. Vol. 61: 1847-1849.

LIU, R., NICKERSON, W., ANDERSON, C. Un procedimiento para producir cápsulas de café. Patente de Invención 1979. ES 482575 A1.

LÓPEZ-GALILEA, I., FOURNIER, N., CID, C., GUICHARD, E. Changes in headspace volatile concentrations of coffee brews caused by the roasting process and the brewing procedure. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 54:8560-8566. 2006.

LÓPEZ, E. Extracción de aceite de café. *Ingeniería e Investigación*. 2007. Vol 27 (1): 25-30.

MANGOLD, H. K. Extraction and fractionation of lipids with supercritical carbon dioxide and other inorganic solvents. *International Conference on Oils, Fats and Waxes: Fats for the Future*, Auckland, New Zealand: 1983. 44-55

MARTÍN, M. J., PABLOS, F., GONZÁLEZ, A. G., VALDENEBRO, M. S., & LEÓN-CAMACHO, M. Fatty acid profiles as discriminant parameters for coffee varieties differentiation. *Talanta*. 2001. Vol 54 (2): 291–297.

MARTINI, M. Introducción a la dermofarmacia y a la cosmetología., Zaragoza España: ACRIBIA. S.A., 2005. 300 p.

MENDIOLA, J. A. Extracción de compuestos bioactivos de microalgas mediante fluidos supercríticos. Tesis Doctoral. Madrid: Universidad Autónoma de Madrid. Dpto de Química-Física Aplicada, 2008. 144 p.

MESTRES, M., MATÍ, M.P., MARACLE, M., SALA, C., BUSTO, O., GUASCH, J. Aplicación de la microextracción en fase sólida al análisis de aromas de vinos. *Técnicas de Laboratorio*. 2002. Vol 22 (251): 289-295

MORILLO, O., FERNÁNDEZ, S., HERNÁNDEZ, H., CASTILLO, G., MARQUINA, G. Optimización de los parámetros de extracción de aceite de palma africana utilizando CO₂ supercrítico. 2010. *Bioagro*. Vol 22(2): 89-94.

MORILLO, R. A., PÉREZ, E., LINARES, J. A., NUMA, Y., ROMÁN, G. Contenido de aceite y de cafeína en el grano y de cafeína en la pulpa de café en veintidós cultivares, *Agronomía Tropical*. 1979. Vol 29 (2): 165-171.

MUNDO DEL CAFE, <http://www.mundodelcafe.com/historia.htm>. Visitada (22-08-2011)

MUÑOZ, L. V., JURADO J.A. Caracterización del aceite de las semillas de *Solanum quitoense* L. variedad la selva y evaluación de su actividad antioxidante. Trabajo de pregrado para optar al título de Tecnólogo en Química Universidad Tecnológica de Pereira, Facultad de Tecnología Escuela de Química. 2009. p.70

MURRAY, D.S., HASEN, P. J. *Chem. Education*, 1995.851 p.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA (NTC 2442). Industrias Agrícolas. Café tostado y molido. Método para la determinación del tamaño de partícula. Editada por el instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC), Bogotá, 1996.

OCAMPO, A., CASTRO, C. E., ALFONSO, L.C. Determinación del nivel óptimo de proteína al utilizar cachaza de palma africana como fuente de energía en raciones para cerdos de engorde. Vol 2 (2). Disponible en: <http://lrrd.cipav.org.co/lrrd2/2/ocampo.htm> (Visitada 02/09/13)

OLIVEIRA, A., SILVA, S., SILVA, M. Sensory and yield response surface analysis of supercritical CO₂ extracted aromatic oil from roasted coffee. *Journal of Food Science and Technology India*. 2001. Vol 38 (1): 76-80.

OLIVEIRA, A., CRUZ, P., EBERLIN, M. CABRAL, F. Brazilian roasted coffee oil obtained by mechanical expelling: compositional analysis by GC-MS. *Cienc. Technol. Aliment., Campinas*. 2005. Vol 25 (4): 677-682.

OLIVEIRA, C. N., RODRIGEZ, A., FERREIRA, N. Multiple headspace-solid-phase microextraction as a powerful tool for the quantitative determination of volatile radiolysis products in a multilayer food packaging material sterilized with-radiation. *Journal of Chromatography*. 2012. Vol A (1244): 61–68

OLIVEIRA, L.S., SILVA, S., FRANCA, A., MENDONCA, J.C.F., BARROS-JUNIOR, M.. Proximate composition and fatty acids profile of green and roasted defective coffee beans. *LWT*, 2006. Vol 39: 235-239.

ORDOÑEZ, A. F., ROJAS, N. Y., PARADA, F. RODRIGUEZ, I. Estudio comparativo de la extracción de cafeína con CO₂ supercrítico y acetato de etilo. *Revista de Ingeniería. Universidad de los Andes*. 2006. Vol 24: 35-42.

PALMER, M.V. TING, S.S.T. Applications for supercritical fluid technology in food processing. *Food Chemistry*. 1995. Vol 52: 345-348.

PAWLISZYN, J. Applications of Solid Phase Microextraction. Ed. The Royal Society of Chemistry. Cambridge. UK. 1999. 655p.

PAWLISZYN, J. Solid Phase Microextraction: Theory and Practice; Wiley-VCH Inc.: New York,,: s.n. 1997. 247 p.

PLASENCIA, J. E. Determinación de las temperaturas de secado para la obtención de un sabor café en polvo. Tesis de Maestría, Universidad de la Habana. Facultad de Farmacia y Alimentos, La Habana. 2012. 85 p.

PETISCA, C., PÉREZ, T., FARAH, A., PINHOA, O. FERREIRA, I. Furans and other volatile compounds in ground roasted and espresso coffee using headspace solid-phase microextraction: Effect of roasting speed. *Food and bioproducts processing*. 2013. Vol 9 (1): 233–241.

PITTIA, P., SACCHETTI, G., MANCINI, L., VOLTOLINI, SODINI, N., TROMBA, G., ZANINI, F. Evaluation of microstructural properties of coffee beans by synchrotron xraymicrotomography: a methodological approach. *J. Food Sci.* 2011. Vol 76: 222-231.

PELLE, E. Topical composition and method for enhancing lipid barrier synthesis. United States Patent N° 5,855,897. US Patent & Trademark Office. 1999.

PUERTA Q., G. I. Calidad en taza de algunas mezclas de variedades de café de la especie *Coffea arabica* L. *Cenicafé*. 2000. Vol 51 (1): 5-19.

RAMALAKSHMI K., RAHATH KUBRA I., JAGAN MOHAN RAO L. Antioxidant potential of low-grade coffee beans. *Food Research International*. 2008. Vol 41: 96–103

RIBEIRO, J.S., AUGUSTO, F. SALVA, T.J.G., THOMAZIELLO, R.A., FERREIRA, M.M.C. Prediction of sensory properties of Brazilian Arabica roasted coffees by headspace solid phase microextraction-gas chromatography and partial least squares. *Analytica Chimica* 2009. *Acta*. 634:172–179.

RAMÍREZ, L. Evaluación del rendimiento de extracción y caracterización del aceite fijo de café tostado tipo genuino antigua obtenido por el proceso de prensado. Tesis de Grado. Ingeniero Químico. Guatemala. Universidad de San Carlos de Guatemala. Facultad de Ingeniería. 2008. 118 p.

REGLERO, G., SANTA MARÍA, G., TABERA, J. Procedimiento para extraer, mediante extracción con fluidos supercríticos, aromas de café libre de la fracción lipídica. Patente ES 2160490. 2003.

ROJAS, G. M. E. Caracterización del aroma del café molido de puerto rico mediante la técnica de microextracción en fase sólida (SPME) y cromatografía de gas acoplada a espectrometría de masas (GC/MS). Tesis Maestría. Ciencia y Tecnología de Alimentos Universidad de Puerto Rico Recinto Universitario de Mayagüez. 2005. 156 p.

RYAN, D. Analysis of roasted coffee bean volatiles by using comprehensive twodimensional gas chromatography–time-of-flight mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*. 2004. Vol 1054: 57–65.

RESTREPO, J., VINASCO, L. Evaluación fisicoquímica de la fracción lipídica de las semillas de Guanábana (*Annona Muricata*) y la Chirimoya (*Annona Cherimolia*). *Revista de Ciencias*. 2010. Vol (14): 117–124

SÁNCHEZ CASAS, J., OSORIO BUENO, E., MONTAÑO GARCÍA, A., & MARTÍNEZ CANO, M. Estudio del contenido en ácidos grasos de aceites monovarietales elaborados a partir de aceitunas producidas en la región extremeña. *Grasas y Aceites*. 2003. Vol 54 (4): 371-377.

SOBRE EL CAFÉ. http://www.cafedecolombia.com/particulares/es/sobre_el_cafe/el_cafe/el_arbol_y_el_entorno/_Visitada (04/06/2012)

SPECIALTY COFFEE ASSOCIATION OF AMERICA (SCAA). SCAA Protocols | Cupping Specialty Coffee. 2009. 7 p.

SPEER, K.; KÖLLING-SPEER I. The lipid fraction of the coffee bean. *Braz. J. Plant Physiol*. 2006. Vol 18: 201-216.

STASHENKO, E.E., JARAMILLO, B.E., MARTÍNEZ, J.R. Comparación de la composición química y de la actividad antioxidante in vitro de los metabolitos secundarios volátiles de plantas de la familia verbenaceae. *Rev. Acad. Colomb. Cienc*. 2003. Vol 27 (105): 579-597.

SUPELCO. Productos cromatográficos para análisis y purificación. Catalogo 2000 p. 510.

TRESSL, R. Formation of Flavor Components in Roasted Coffee. En: Thermal Generation of Aromas; Parliment, T., McGorin, R., Ho, C. Eds.; ACS Symposium Series 409; American Chemical Society: Washington, DC, U.S.A. 1989. 301 p.

TILLY, K. D., CHAPLIN, R. P. & FOSTER, N. R. Supercritical fluid extraction of the triglycerides present in vegetable oils. *Separ. Sci. Technol.* 1990. Vol 25 (4): 357-367.

TRUGO, L. C. Carbohydrates. En: Clarke RJ, Macrae R, Eds. *Coffee*. Vol 1, Chemistry. London: Elsevier. 1985. p. 83-114.

VALENZUELA, B. A., MORGADO, T. N. Las grasas y aceites en la nutrición humana: algo de su historia, *Revista chilena de nutrición* 32(2) 88-94. 2005.

VARGAS, A., SANCHEZ, A., CASTAÑO, J. Microencapsulación de aceite de café. *Cenicafé*. 1996. Vol 47 (1).

VÁZQUEZ, L. Extracción con fluidos supercríticos y síntesis enzimática para la obtención de lípidos funcionales. Tesis Doctoral. Madrid, España: Universidad Autónoma de Madrid. Facultad de Ciencias, 2008. 245 p.


VALCÁRCEL, M. GÓMEZ, A. Técnicas analíticas de separación. *Reverte*. 1988. Vol 800: 615-617


VIANI R. The composition of coffee. In: *caffeine, coffee, and health*. S. Garatini Ed. New York: Raven Press, Ltd. 1991. p. 17-41.

ZAMBONIN, C. G.; BALEST, L.; DE BENEDETTO, G. E.; PALMISANO, F. Solid-phase microextraction-gas chromatography mass spectrometry and multivariate analysis for the characterization of roasted coffees. *Talanta*. 2005. Vol 66: 261-265.

ANEXOS

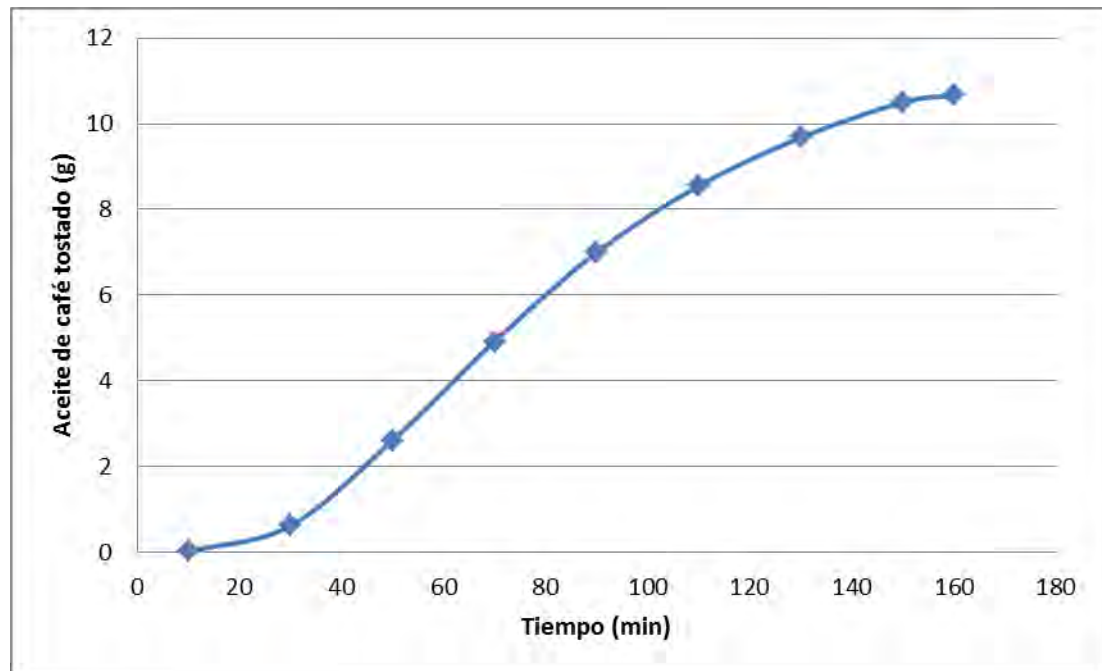
Anexo 1. Análisis Bromatológico del café tostado y molido

| | | | | | |
|---|---|---------------------|---|----------------------------|-------------------------|
|  Universidad de Nariño | SECCIÓN DE LABORATORIOS REPORTE DE RESULTADOS LABORATORIO BROMATOLOGÍA | | Código: LBE-PRS-FR-76 Página: 1 de 1 Versión: 1 Vigente a partir de: 26/04/2010 | | |
| | DATOS USUARIO Solicitante: Grupo Investigación TEA Dirección: Universidad de Nariño Sede Torobajo cc / nit: 800.118.954-1 Teléfono: e-mail: grupotea@udenar.edu.co | | DATOS MUESTRA Muestra: Grano Café verde Reporte No. LB-R-068A-13 Código lab 391 Procedencia: Zona Nor occidente de Nariño Fecha de Muestreo AA 13 MM 04 DD 12 Fecha Recepción Muestra AA 13 MM 05 DD 29 Fecha Reporte AA 13 MM 04 DD 23 | | |
| | ANÁLISIS SOLICITADO Proximal, Minerales | | | | |
| PARÁMETRO | MÉTODO | TÉCNICA | UNIDAD DE MEDIDA | LÍMITE DE DETECCIÓN | Grano Café verde |
| Humedad | Secado estufa | Gravimétrica | g/100g | - | 11,8 |
| Materia seca | Secado estufa | Gravimétrica | g/100g | - | 88,2 |
| Ceniza | Incineración mufla | Gravimétrica | g/100g | - | 4,17 |
| Extracto etéreo | Extracción Soxhlet | Gravimétrica | g/100g | - | 15,1 |
| Fibra cruda | Digestión ácida-básica | Gravimétrica | g/100g | - | 16,3 |
| Proteína | Kjeldahl (N*6,25) | Volumétrica | g/100g | - | 12,3 |
| Extracto No Nitrogenado | Cálculo matemático | Cálculo matemático | g/100g | - | 40,3 |
| Calcio | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica | mg/100g | - | 165 |
| Fósforo | Oxidación húmeda, Colorimetría | Espectrofotométrica | mg/100g | - | 192 |
| Magnesio | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica | mg/100g | - | 175 |
| Potasio | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica | mg/100g | - | 1427 |
| Azufre | Oxidación húmeda, Turbidimetría | Espectrofotométrica | mg/100g | - | 108 |
| Hierro | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica | mg/100g | - | 2,71 |
| Manganeso | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica | mg/100g | - | 2,94 |
| Zinc | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica | mg/100g | - | 0,68 |
| Cobre | Oxidación húmeda, EAA | Espectrofotométrica | mg/100g | - | 1,31 |
| OBSERVACIONES | RESULTADOS VÁLIDOS ÚNICAMENTE PARA LA MUESTRA ANALIZADA Composición por cada 100 g de parte comestible | | | | |
| Aseguramiento de Calidad de Resultados | Certificado Icontec GP-CER 112092 NTCPR 100:2009 Certificado Icontec SG-CER 110449 ISO 9001:2008 - NTC ISO 9001 : 2008 Certificado IQNET CO-SE-CER 110449 | | | | |
| PROHIBIA SU REPRODUCCIÓN PARCIAL O TOTAL SIN PREVIA AUTORIZACIÓN ESCRITA DEL LABORATORIO | | | | | |


 Gloria Sandra Espinosa
 Téc. Laboratorio Bromatología y Alimentos Orgánicos
 Universidad de Nariño

Elaboró: GSE 2013-06-23
 Revisó: GSE 2013-06-23

Anexo 2. Curva de extracción de aceite de café tostado con CO₂-SC




Curva de extracción con CO₂-SC a 225 bar y 50°C de aceite de café tostado.

Datos curva de extracción aceite de café tostado a 225 bar y 50°C

| Tiempo (min) | Extracto (g) |
|--------------|--------------|
| 10 | 0,0124 |
| 30 | 0,6125 |
| 50 | 2,6039 |
| 70 | 4,9146 |
| 90 | 6,9943 |
| 110 | 8,5481 |
| 130 | 9,6773 |
| 150 | 10,5001 |
| 160 | 10,6594 |

Anexo 3. Formulario de catación de la Asociación de Cafés Especiales de América




La Asociación de cafés especiales de América Formulario de catación


Clasificación:


| | | | |
|--------------|------------------|------------------|-----------------------|
| 6.00 - Bueno | 7.00 - Muy Bueno | 8.00 - Excelente | 9.00 - Extraordinario |
| 6.25 | 7.25 | 8.25 | 9.25 |
| 6.50 | 7.50 | 8.50 | 9.50 |
| 6.75 | 7.75 | 8.75 | 9.75 |

Nombre: _____

Fecha: _____

| Muestra # | El nivel de tueste | Fragancia/Aroma | Sabor | Acidez | Cuerpo | Uniformidad | Taza Limpia | Puntaje Catador | Suma |
|---------------------|---|-----------------|------------|----------------|-----------------|-----------------|-------------|-----------------|---------------------|
| |  | Total | Total | Total | Total | Total | Total | Total | |
| | | Seco | Cualidades | Sabor Residual | Intensidad Alto | Intensidad Bajo | Balance | Dulzor | Defectos (sustraer) |
| <p>Notas: _____</p> | | | | | | | | | Puntaje Final |

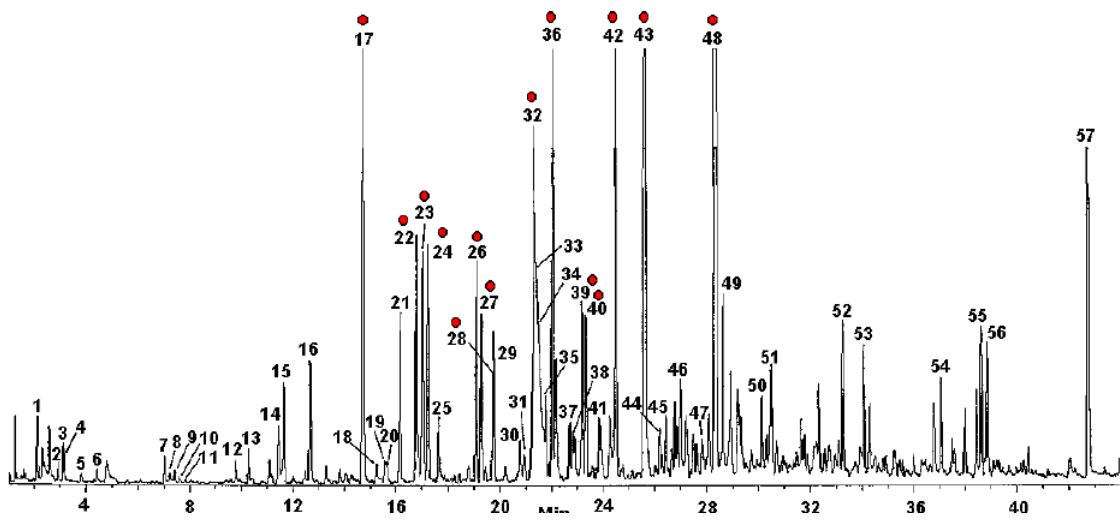
| Muestra # | El nivel de tueste | Fragancia/Aroma | Sabor | Acidez | Cuerpo | Uniformidad | Taza Limpia | Puntaje Catador | Suma |
|---------------------|---|-----------------|------------|----------------|-----------------|-----------------|-------------|-----------------|---------------------|
| |  | Total | Total | Total | Total | Total | Total | Total | |
| | | Seco | Cualidades | Sabor Residual | Intensidad Alto | Intensidad Bajo | Balance | Dulzor | Defectos (sustraer) |
| <p>Notas: _____</p> | | | | | | | | | Puntaje Final |

| Muestra # | El nivel de tueste | Fragancia/Aroma | Sabor | Acidez | Cuerpo | Uniformidad | Taza Limpia | Puntaje Catador | Suma |
|---------------------|---|-----------------|------------|----------------|-----------------|-----------------|-------------|-----------------|---------------------|
| |  | Total | Total | Total | Total | Total | Total | Total | |
| | | Seco | Cualidades | Sabor Residual | Intensidad Alto | Intensidad Bajo | Balance | Dulzor | Defectos (sustraer) |
| <p>Notas: _____</p> | | | | | | | | | Puntaje Final |

Anexo 4. Compuestos orgánicos volátiles identificados por Supelco (GC-MS) en muestra de café tostado.

| Pico N° | Compuesto | Pico N° | Compuesto | Pico N° | Compuesto |
|---------|-------------------------|---------|----------------------------|---------|---------------------------------|
| 1 | 2-Metil Furan | 20 | Dimetil Fenol | 39 | Furfural Formiato |
| 2 | 2- Butanona | 21 | 1,2-Etanodiol Monoacetato | 40 | 2-Furonil Etanona |
| 3 | 2-Pentanona | 22 | 2,5-Dimetilpirazina | 41 | Metil Benzoilformiato |
| 4 | 3-Metil Butanal | 23 | 2,3-Dimetilpirazina | 42 | Furanmetanol Acetato |
| 5 | 2,5-Dimetilfuran | 24 | 2-Etilpirazina | 43 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehído |
| 6 | 2-Acetiloxi-2-Propanona | 25 | 2,6-Dimetilpirazina | 44 | Furanmetanol Propionato |
| 7 | 2-Etil Hexanol | 26 | 2-Etil-6-Metilpirazina | 45 | Furanil Furan |
| 8 | Dimetilsulfoxido | 27 | 2-Etil-5-Metilpirazina | 46 | Piridina Metanol |
| 9 | Fenol | 28 | Trimetilpirazina | 47 | 2-Metil-5-Propinilpirazina |
| 10 | Hexanal | 29 | 2-Etil-3-Metilpirazina | 48 | Furanmetanol |
| 11 | 2-Metil Tiofeno | 30 | 2,6-Dietilpirazina | 49 | 3-Etil-4-Metil-2,5-Furandiona |
| 12 | N-Metil Pirrol | 31 | 2-Etenilpirazina | 50 | Pirazina Carboxamida |
| 13 | 4-Metil Fenol | 32 | 2-Etil-3,5-Dimetilpirazina | 51 | 2-Etil-3-Hidroxi-4h-Piran-4-ona |
| 14 | 2-Etil Pirrol | 33 | Glicerol | 52 | 1-(2-Furanilmetil) Pirrol |
| 15 | Piridina | 34 | 2,3-Dietilpirazina | 53 | 2-Metoxifenol |
| 16 | Pirazina | 35 | 2-Etil-3,6-Dimetilpirazina | 54 | 1-(1H-Pirrol-2-il) Etanona |
| 17 | Metil Pirazina | 36 | 2-Furancarboxaldehído | 55 | 4-Etil-2-Metoxifenol |
| 18 | 4-Metil Tiazol | 37 | 2-Isopropenilpirazina | 56 | 2-Metil Benzofuran |
| 19 | 3-Hidroxi Butanona | 38 | 3,5-Dietil-2-Metilpirazina | 57 | Ácido 3,5-Dimetil Benzoico |

Fuente: SUPELCO. Productos cromatográficos para análisis y purificación. Catalogo 2000 p. 510



Cromatograma de Supelco para COVs de granos de café tostado por SPME-GC-MS.

Anexo 5. Análisis de ácidos grasos por GC-FID de aceite de café tostado extraído bajo diferentes condiciones de extracción con CO₂-SC.



UNIVERSIDAD DE NARIÑO SECCION DE LABORATORIOS ESPECIALIZADOS AREA DE CROMATOGRAFIA

Fecha: 05-12-2011
Proyecto: Extracción Aceite de Café por CO₂ supercrítico
Atn: Dr Andrés Hurtado Benavides
Daniela Dorado
Grupo de Investigación Tecnologías Emergentes en Agroindustria
Ingeniería Agroindustrial- Universidad de Nariño
Tipo de Muestra: Aceite de Café
Número de Muestras: 12
Análisis Realizado: Análisis de Acidos Grasos como derivados de métil esterés.

ANALISIS POR CROMATOGRAFIA DE GASES GC-FID

1. Condiciones de Análisis :

Equipo: Cromatógrafo de Gases SHIMADZU GC-17 A. Detector FID.
Columna: Columna Capilar DB-WAX(J&W Agilent Scientific. 30m x 0,25mm ID 0,25µm)
Detector: Detector FID Temperatura: 280°C. Inyección a 250°C modo Split 1:10

- 2. Análisis de las Muestras:** las muestras de aceite de café se derivatizaron empleando una mezcla de Metanol:Ácido Clorhídrico en baño de agua a 50°C; los esterés metílicos de ácidos grasos se separaron con n-Hexano grado HPLC para su análisis por cromatografía de gases. La identificación de los compuestos se realizó por comparación de tiempos de retención de Estandares de ácidos grasos metil esterés analizados a las mismas condiciones.
- 3. Resultados:** El resultado de los análisis por GC-FID de las muestras se consigna en las tablas 1 a 13 anexas.

Tabla No 1
Muestra 1- 1ECT1 Cod LC364-11
150 Bar-40°C

| Tiempo de Retención | Cantidad Relativa %* | Identificación |
|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 13,132 | 46,027 | Acido Palmitico ME |
| 13,332 | 0,13 | Acido Palmitoleico ME |
| 14,874 | 6,269 | Acido Esteárico ME |
| 15,174 | 8,66 | Acido Oleico ME |
| 15,841 | 33,499 | Acido Linoleico ME |
| 16,674 | 1,187 | Acido Linolénico ME |
| 17,549 | 2,13 | Acido Araquídico ME |

Tabla No 2
Muestra 2 - 2ECT1 Cod LC365-11
300 Bar-40°C

| Tiempo de Retención | Cantidad Relativa %* | Identificación |
|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 12,941 | 44,59 | Acido Palmitico ME |
| 14,649 | 6,52 | Acido Esteárico ME |
| 14,941 | 7,81 | Acido Oleico ME |
| 15,574 | 35,74 | Acido Linolénico ME |
| 16,4 | 1,09 | Acido Linolénico ME |
| 17,241 | 2,38 | Acido Araquidico ME |

ME: Metil Esteres
NI: No Identificado

* Porcentaje relativo al total de compuestos integrados en el GC-FID.

Tabla No 3
Muestra 3 - 3ECT1 Cod LC366-11
150 Bar-60°C

| Tiempo de Retención | Cantidad Relativa %* | Identificación |
|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 13,257 | 43,37 | Acido Palmítico ME |
| 14,9 | 8,31 | NI |
| 15,1 | 9,85 | Acido Esteárico ME |
| 15,41 | 9,015 | Acido Oleico ME |
| 16,041 | 29,45 | Acido Linoleico ME |

Tabla No 4
Muestra 4 - 6ECT1 Cod LC367-11
300 Bar-60°C

| Tiempo de Retención | Cantidad Relativa %* | Identificación |
|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 13,091 | 44,92 | Acido Palmitico ME |
| 14,566 | 0,95 | NI |
| 14,832 | 7,02 | Acido Esteárico ME |
| 15,116 | 8,3 | Acido Oleico ME |
| 15,8 | 34,95 | Acido Linoléico ME |
| 16,582 | 1,3 | Acido Linolénico ME |
| 17,457 | 2,22 | Acido Araquidico ME |

ME: Metil Esteres
 NI: No Identificado

* Porcentaje relativo al total de compuestos integrados en el GC-FID.



**UNIVERSIDAD DE NARIÑO
LABORATORIOS ESPECIALIZADOS
AREA DE CROMATOGRAFÍA**

**Tabla No 5
Muestra 5 - 5ECT1 Cod LC368-11
119 Bar-50°C**

| Tiempo de Retención | Cantidad Relativa %* | Identificación |
|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 13,266 | 46,22 | Acido Palmitico ME |
| 14,724 | 1,27 | NI |
| 15,05 | 6,67 | Acido Esteárico ME |
| 15,332 | 9,28 | Acido Oleico ME |
| 16,05 | 33,17 | Acido Linoleico ME |
| 16,816 | 1,2 | Acido Linolénico ME |
| 17,716 | 1,8 | Acido Araquidico ME |

**Tabla No 6
Muestra 6- 7ECT1 Cod LC373-11
331Bar-50°C**

| Tiempo de Retención | Cantidad Relativa %* | Identificación |
|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 13,224 | 40,2 | Acido Palmitico ME |
| 14,741 | 3,49 | NI |
| 15,01 | 7,06 | Acido Esteárico ME |
| 15,307 | 7,65 | Acido Oleico ME |
| 16,016 | 37,75 | Acido Linoleico ME |
| 16,807 | 1,43 | Acido Linolénico ME |
| 17,7 | 2,09 | Acido Araquidico ME |

ME: Metil Esteres

NI: No Identificado

* Porcentaje relativo al total de compuestos integrados en el GC-FID.



UNIVERSIDAD DE NARIÑO
LABORATORIOS ESPECIALIZADOS
AREA DE CROMATOGRAFÍA

Tabla No 7
Muestra 7 - 8ECT1 Cod LC374-11
225 Bar-36°C

| Tiempo de Retención | Cantidad Relativa %* | Identificación |
|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 13,224 | 50,42 | Acido Palmitico ME |
| 15,016 | 6,65 | Acido Esteárico ME |
| 15,316 | 4,3 | Acido Oleico ME |
| 16,01 | 34,6 | Acido Linoléico ME |
| 16,857 | 1,07 | Acido Linolénico ME |
| 17,757 | 2,1 | Acido Araquidico ME |

Tabla No 8
Muestra 8 - 9ECT1 Cod LC375-11
225 Bar-64°C

| Tiempo de Retención | Cantidad Relativa %* | Identificación |
|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 13,224 | 46,39 | Acido Palmitico ME |
| 14,732 | 3 | NI |
| 14,991 | 6,72 | Acido Esteárico ME |
| 15,282 | 6,44 | Acido Oleico ME |
| 15,982 | 32,11 | Acido Linoleico ME |
| 16,791 | 1,22 | Acido Linolénico ME |
| 17,691 | 1,96 | Acido Araquidico ME |

ME: Metil Esteres

NI: No Identificado

* Porcentaje relativo al total de compuestos integrados en el GC-FID.

Tabla No 9
Muestra 9 - 10ECT1 Cod LC376-11
225 Bar-50°C

| Tiempo de Retención | Cantidad Relativa %* | Identificación |
|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 13,2 | 44,39 | Acido Palmitico ME |
| 14,666 | 3,84 | NI |
| 14,957 | 6,61 | Acido Esteárico ME |
| 15,241 | 7,95 | Acido Oleico ME |
| 15,95 | 33,91 | Acido Linoléico ME |
| 16,716 | 0,98 | Acido Linolénico ME |
| 17,607 | 2,03 | Acido Araquidico ME |

Tabla No 10
Muestra 10 - 11ECT1 Cod LC377-11
225 Bar-50°C

| Tiempo de Retención | Cantidad Relativa %* | Identificación |
|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 13,157 | 45,39 | Acido Palmitico ME |
| 14,632 | 2,45 | NI |
| 14,916 | 6,49 | Acido Esteárico ME |
| 15,207 | 9,69 | Acido Oleico ME |
| 15,9 | 33 | Acido Linoleico ME |
| 16,682 | 1,06 | Acido Linolénico ME |
| 17,566 | 1,89 | Acido Araquidico ME |

ME: Metil Esteres
 NI: No Identificado

* Porcentaje relativo al total de compuestos integrados en el GC-FID.

Tabla No 11
Muestra 11 - 12ECT1 Cod LC378-11
225 Bar-50°C

| Tiempo de Retención | Cantidad Relativa %* | Identificación |
|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 13,107 | 48,12 | Acido Palmitico ME |
| 14,557 | 1,13 | NI |
| 14,85 | 6,62 | Acido Esteárico ME |
| 15,132 | 8 | Acido Oleico ME |
| 15,8 | 32,55 | Acido Linoléico ME |
| 16,607 | 1,65 | Acido Linolénico ME |
| 17,474 | 1,7 | Acido Araquidico ME |

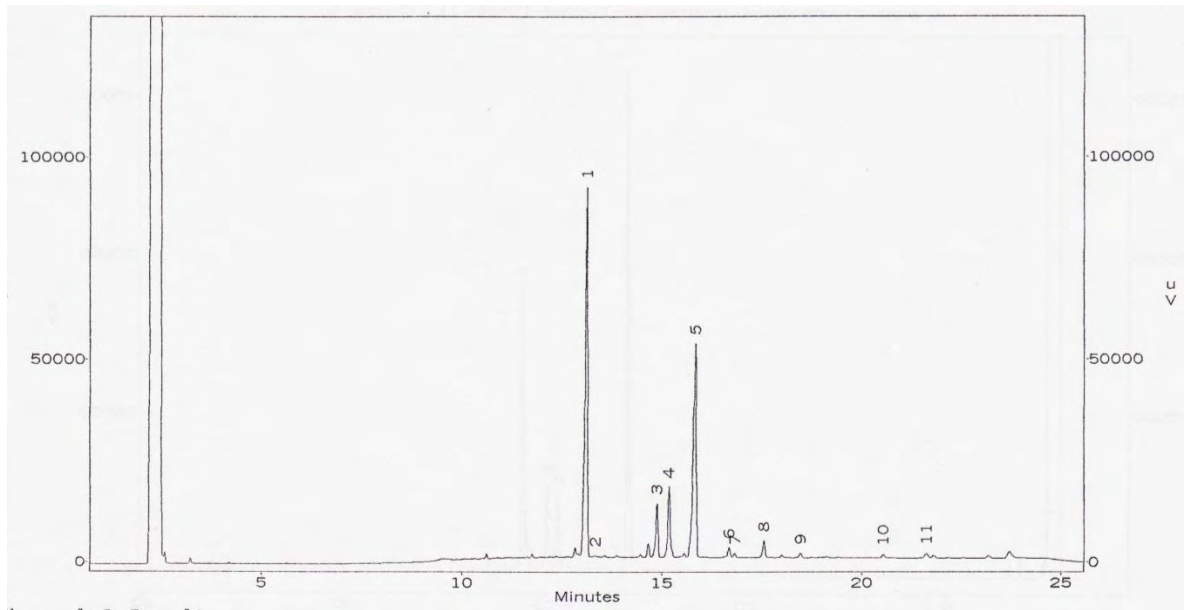
Tabla No 12
Muestra 12- 4ECT2 Cod LC379-11
225 Bar-50°C

| Tiempo de Retención | Cantidad Relativa %* | Identificación |
|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 13,091 | 47,51 | Acido Palmitico ME |
| 14,824 | 6,4 | Acido Esteárico ME |
| 15,1 | 7,99 | Acido Oleico ME |
| 15,791 | 33,81 | Acido Linoléico ME |
| 16,541 | 1,29 | Acido Linolénico ME |
| 17,424 | 2,13 | Acido Araquidico ME |

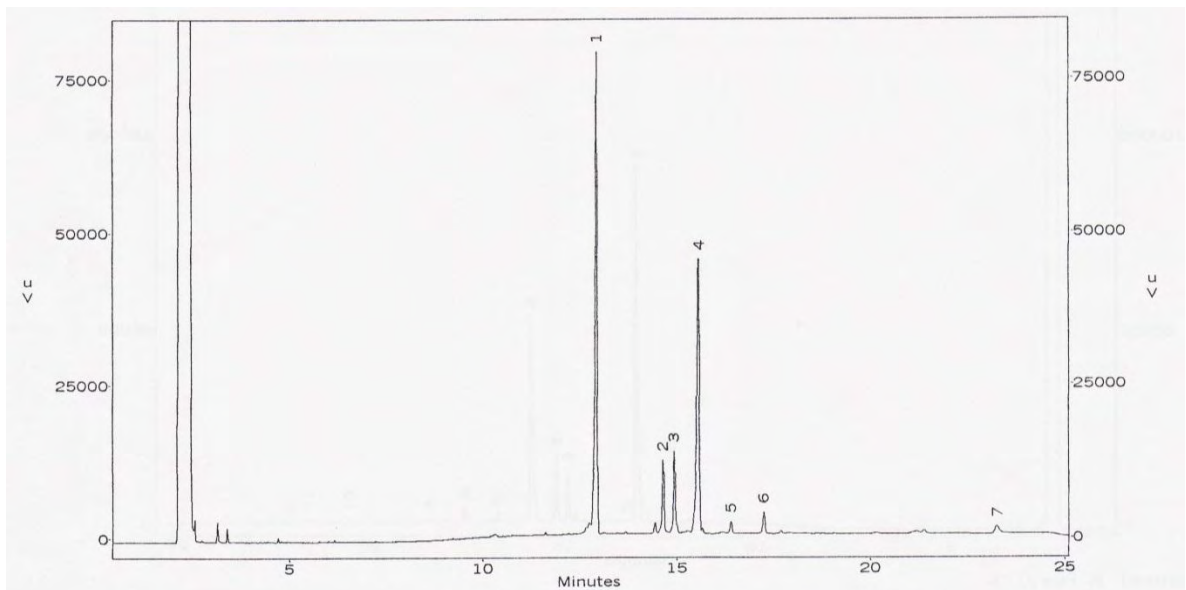
ME: Metil Esteres
 NI: No Identificado

* Porcentaje relativo al total de compuestos integrados en el GC-FID.

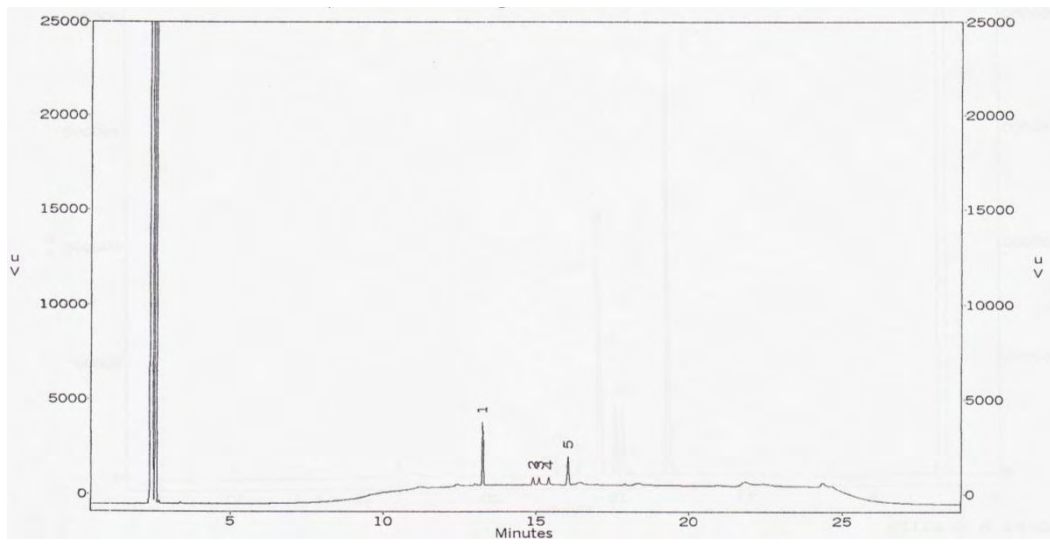
Anexo 6. Cromatogramas (GC-FID) del perfil de ácidos grasos en muestras de aceite de café tostado extraído con CO₂-SC.



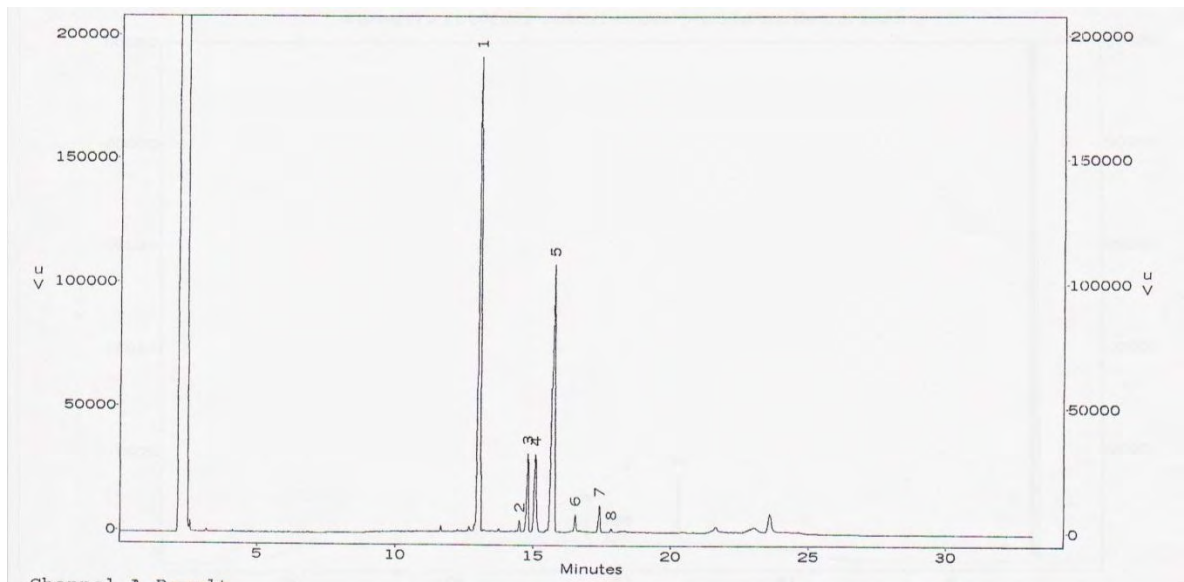
Cromatograma perfil de ácidos grasos en aceite de café extraído con CO₂-SC a 150 bar y 40°C



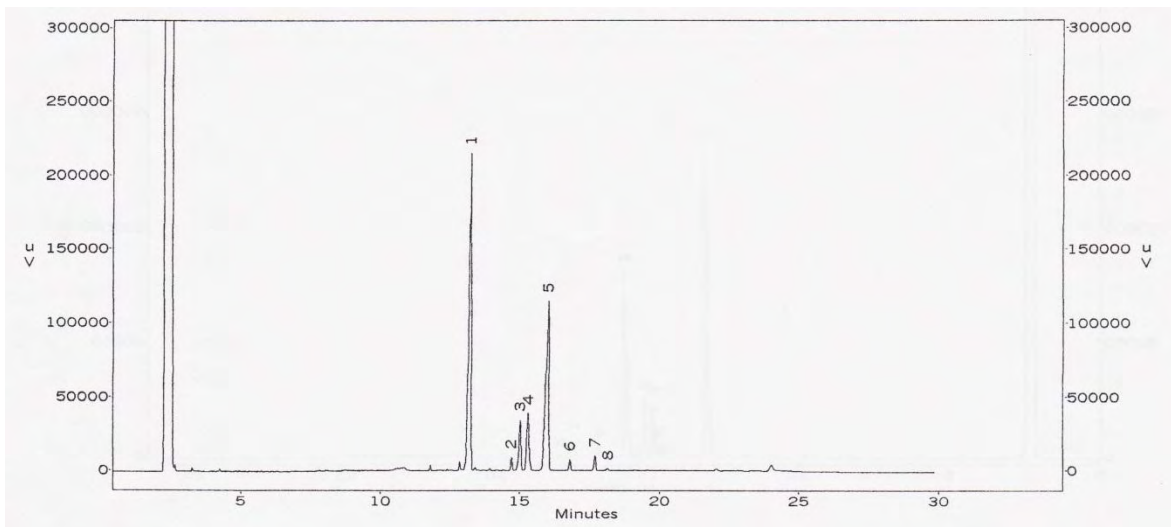
Cromatograma perfil de ácidos grasos en aceite de café extraído con CO₂-SC a 300 bar y 40°C



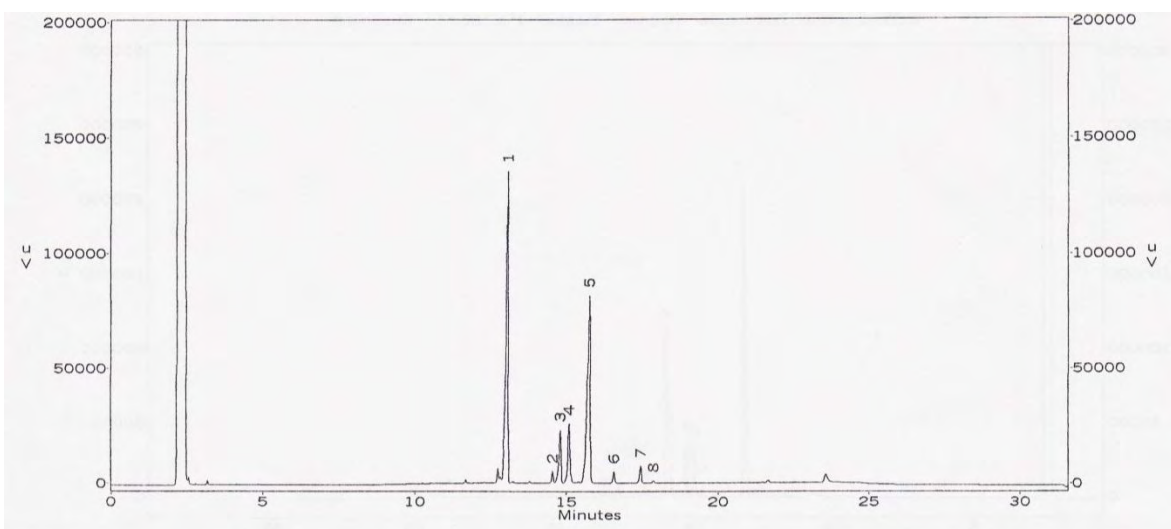
Cromatograma perfil de ácidos grasos en aceite de café extraído con CO₂-SC a 150 bar y 60°C



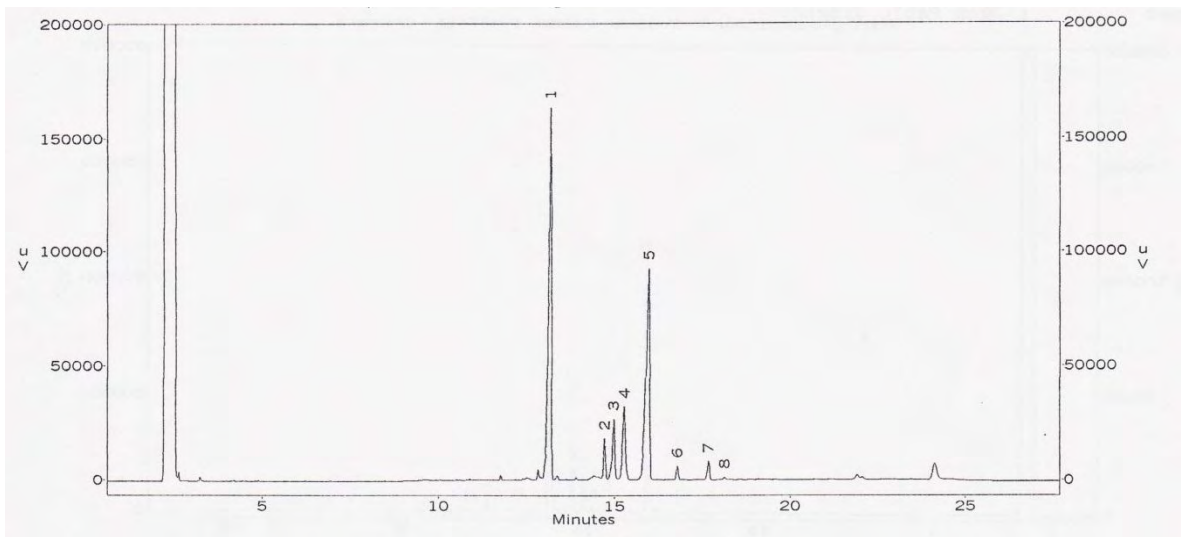
Cromatograma perfil de ácidos grasos en aceite de café extraído con CO₂-SC a 300 bar y 60°C



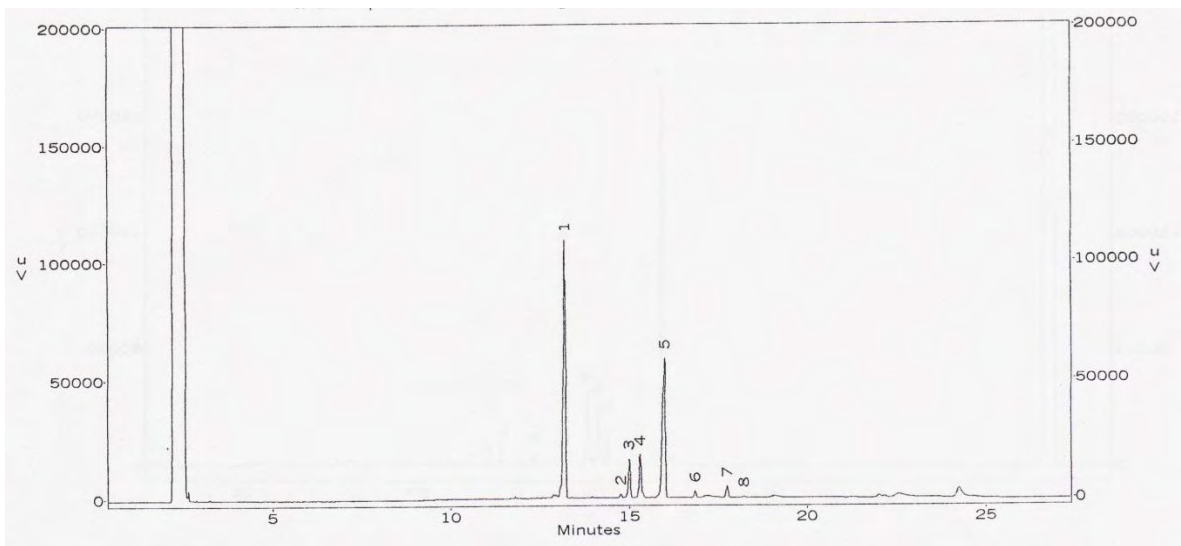
Cromatograma perfil de ácidos grasos en aceite de café extraído con CO₂-SC a 119 bar y 50°C



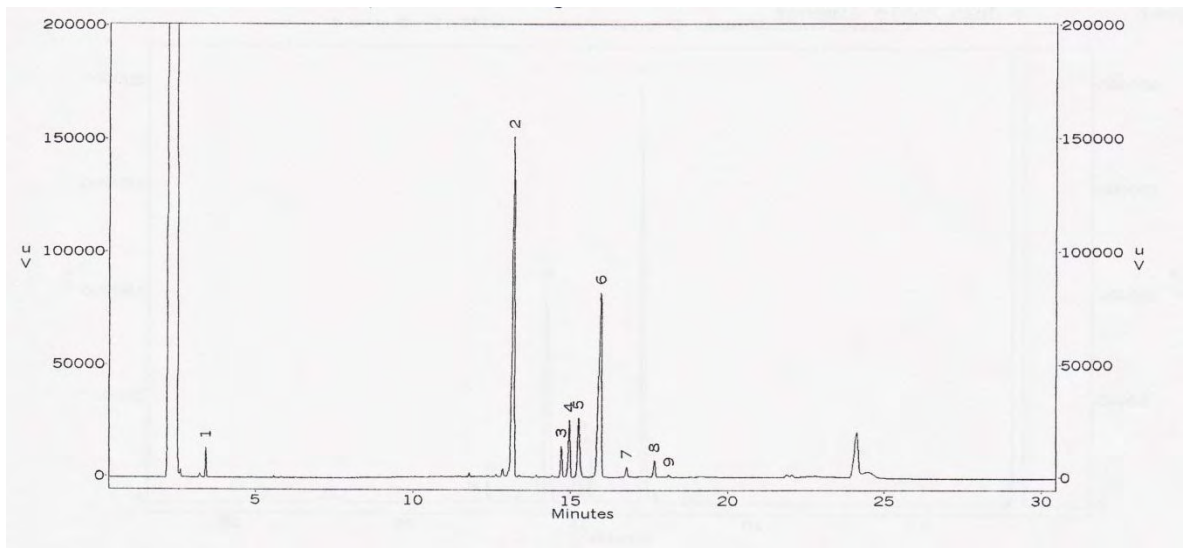
Cromatograma perfil de ácidos grasos en aceite de café extraído con CO₂-SC a 331 bar y 50°C



Cromatograma perfil de ácidos grasos en aceite de café extraído con CO₂-SC a 225 bar y 36°C



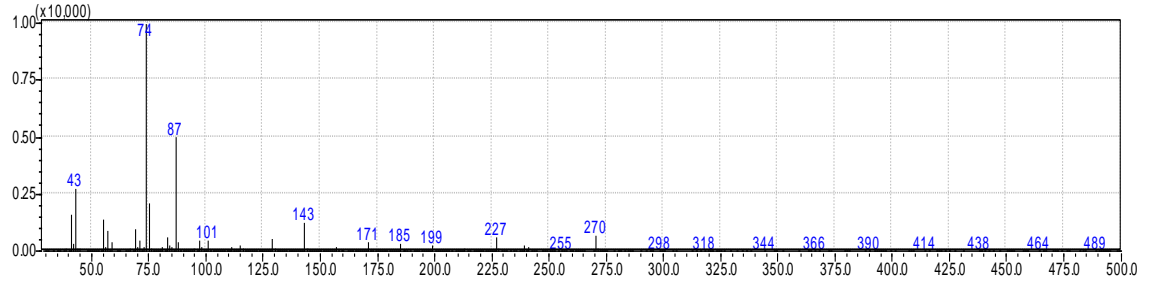
Cromatograma perfil de ácidos grasos en aceite de café extraído con CO₂-SC a 225 bar y 64°C



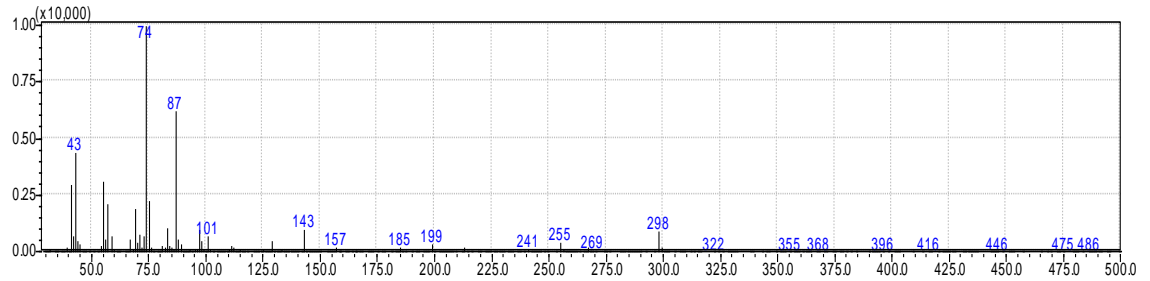
Cromatograma perfil de ácidos grasos en aceite de café extraído con CO₂- SC a 225 bar y 50°C

Anexo 7. Espectros de masas de los ácidos grasos por GC-MS de aceite de café tostado extraído con CO₂-SC (225 bar, 36°C)

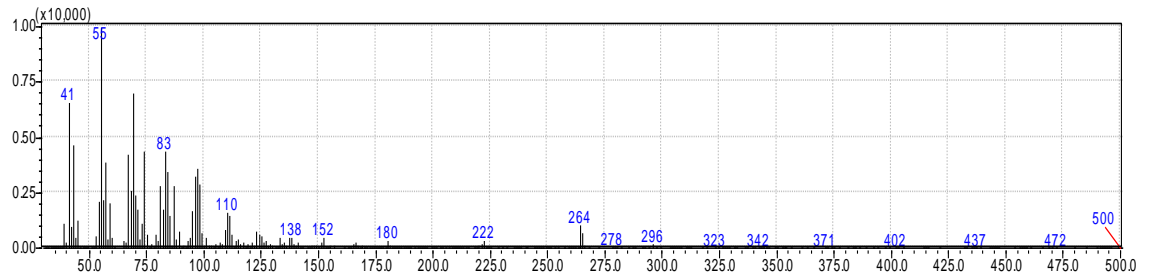
ACIDO PALMITICO ME



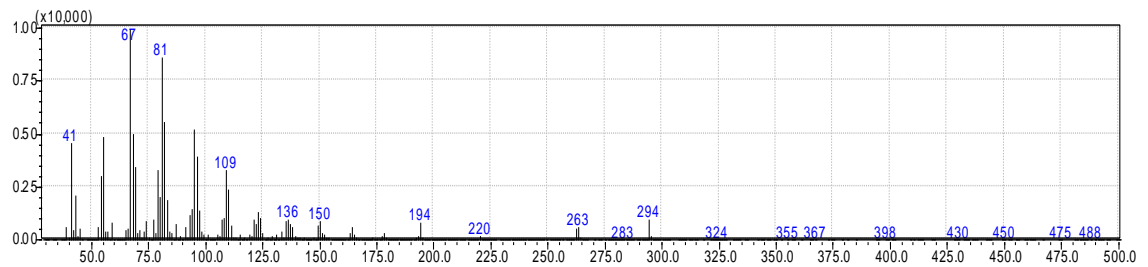
ACIDO ESTEARICO ME




ACIDO OLEICO ME



ACIDO LINOLEICO



Anexo 8. Análisis de ácidos grasos por GC-FID de aceite de café tostado extraído con Soxhlet y CO₂-SC (331 bar 36°C)

| | | |
|---|--|-------------------------------------|
|  Universidad de Nariño | SECCION DE LABORATORIOS INFORME DE RESULTADOS CROMATOGRAFIA | Código: LBE-PR 3-FR-165 |
| | | Página 1 de 6 |
| | | Versión: 01 |
| | | Vigente a partir de : 2013/01/11 |

FECHA: 24/06/2013

REPORTE No: LCR013-13

1. DATOS DEL USUARIO

SOLICITANTE: Dr. Andrés Hurtado Benavides - Daniela Dorado
Identificación: Grupo de Investigación Tecnologías Emergentes en Agroindustria
Dirección: Calle 18 Cra 50 Ciudad Universitaria Torobajo
Teléfono:
Correo Electrónico: dadojazz@hotmail.com

2. DATOS DE LAS MUESTRAS

Número de Muestras Solicitadas: 13
Tipo de Muestra: Aceite de Café
Descripción de la(s) Muestra(s): Muestras de aceite de Café
Fecha de Recepción de la (s) Muestra(s): 29/04/2013
Análisis Solicitado: Ácidos grasos derivatizados
Código Muestras: LC039-044-13; LC049-055-13
Fecha de Análisis: 02-07/05/2013

3. DESCRIPCION DEL ANÁLISIS

3.1 **Equipo:** Cromatógrafo de gases Shimadzu GC17A
3.2 **Columna:** Columna Capilar DB-WAX (J&W Agilent Scientific. 30m x 0,25mm ID x 0,25µm)
3.3 **Detector:** FID a 280°C
3.4 **Inyector:** Inyección a 250°C modo *split* 1:10

La identificación de los compuestos se realizó por comparación de tiempos de retención de una mezcla de estándares de metil ésteres de ácidos grasos (Alltech, USA) analizados bajo las mismas condiciones.

4. RESULTADOS

Las tablas N° 1 a 13 consignan los resultados obtenidos durante los análisis de las muestras.

Tabla N° 1. Aceite de Café Extraído con Soxhlet

| Muestra N° 1 LC052-13 | | | |
|------------------------------|--------------------------------|----------------------------|-----------------------|
| N° | Tiempo de Retención min | Cantidad relativa % | Identificación |
| 1 | 13,89 | 42,10 | Ácido Palmítico |
| 2 | 15,88 | 7,14 | Ácido Estearico |
| 3 | 16,19 | 8,28 | Ácido Oleico |
| 4 | 16,92 | 39,33 | Ácido Linoleico |
| 5 | 17,78 | 1,05 | Ácido |
| 6 | 18,94 | 2,10 | Ácido |

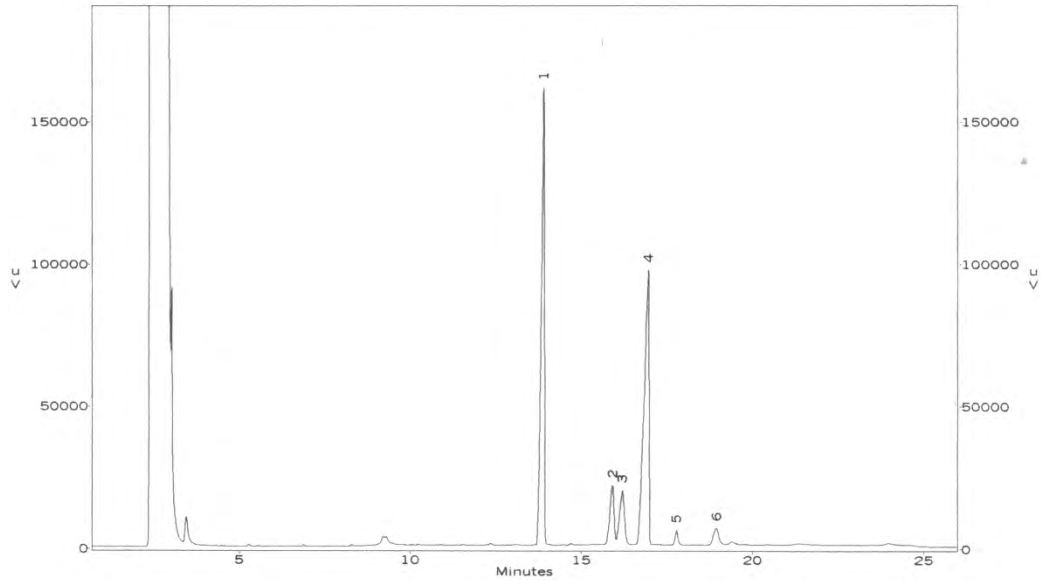
Tabla N° 2 Aceite de café excelso (331 bar, 36°C)

| Muestra N° 2 LC053-13 | | | |
|------------------------------|--------------------------------|----------------------------|-----------------------|
| N° | Tiempo de Retención min | Cantidad relativa % | Identificación |
| 1 | 13,92 | 42,64 | Ácido |
| 2 | 15,92 | 7,35 | Ácido |
| 3 | 16,21 | 7,72 | Ácido Oleico |
| 4 | 16,97 | 38,66 | Ácido |
| 5 | 17,79 | 1,07 | Ácido |
| 6 | 18,96 | 2,56 | Ácido |

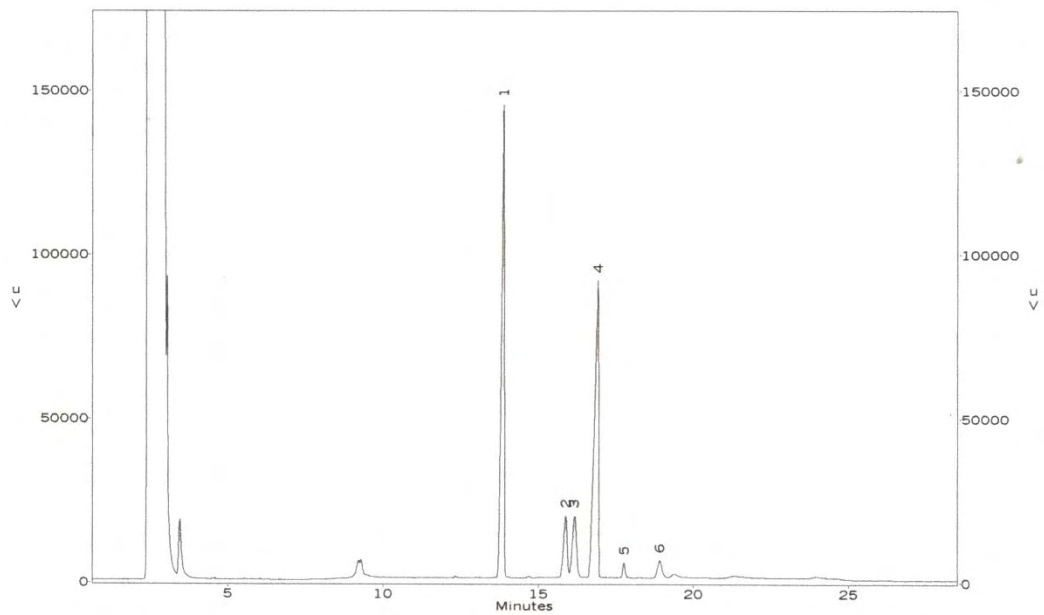
Tabla N° 3 Aceite de café consumo local (331 bar, 36°C)

| Muestra N° 3 LC054-13 | | | |
|------------------------------|--------------------------------|----------------------------|-----------------------|
| N° | Tiempo de Retención min | Cantidad relativa % | Identificación |
| 1 | 13,90 | 41,79 | Ácido |
| 2 | 15,89 | 7,17 | Ácido |
| 3 | 16,18 | 8,38 | Ácido Oleico |
| 4 | 16,94 | 39,01 | Ácido |
| 5 | 17,77 | 1,23 | Ácido |
| 6 | 18,93 | 2,43 | Ácido |

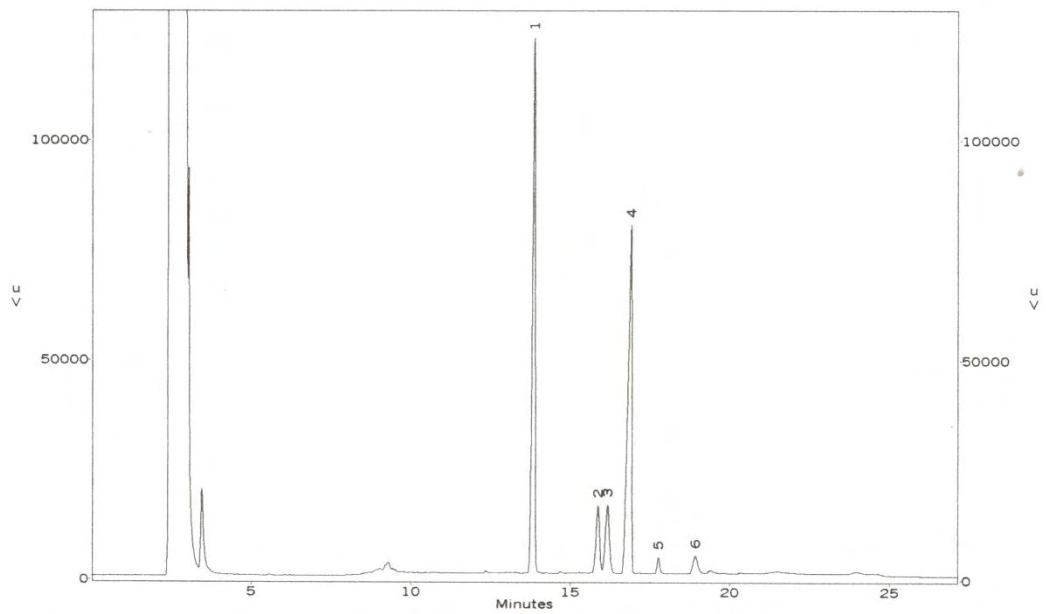
Anexo 9. Cromatogramas (GC-FID) del perfil de ácidos grasos en muestras de aceite de café tostado extraído con Soxhlet y CO₂-SC (331 bar 36°C).



Cromatograma perfil de ácidos grasos en aceite de café extraído con CO₂-SC a 331 bar y 36°C a partir de café excelso

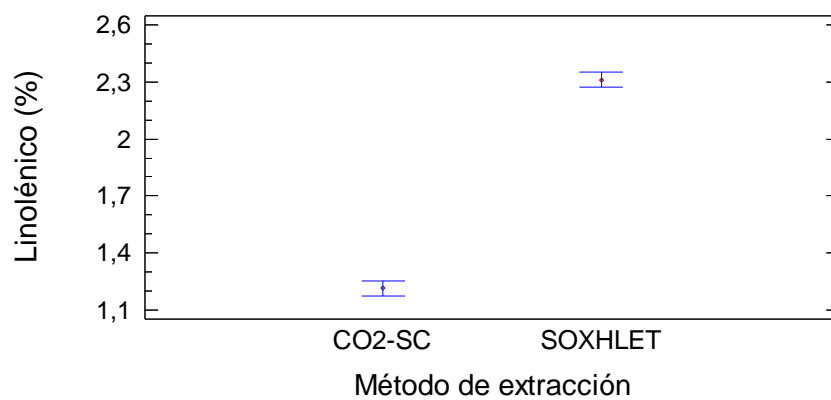
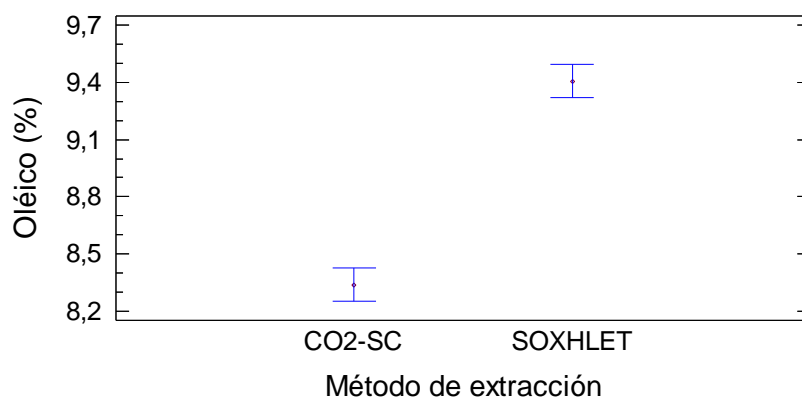
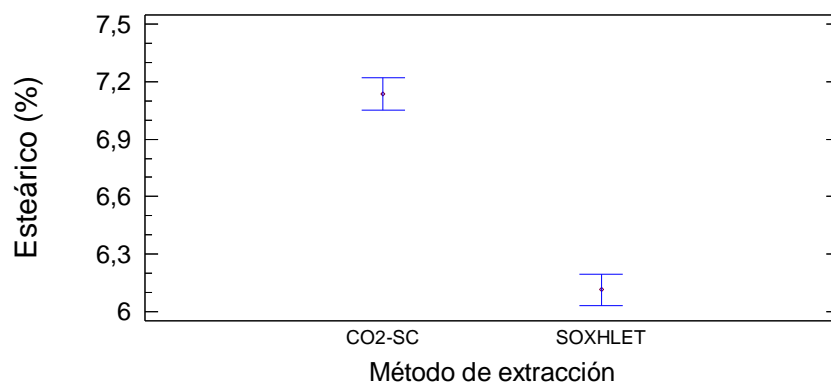


Cromatograma perfil de ácidos grasos en aceite de café extraído con CO₂-SC a 331 bar y 36°C a partir de café consumo local



Cromatograma perfil de ácidos grasos en aceite de café extraído con Soxhlet

Anexo 10. Graficas de Medias de LSD de Fisher del contenido relativo los ácidos grasos: esteárico, oleico y linolénico en relación al método de extracción.



Anexo 11. Análisis de la fracción volátil por HS-SPME y GC-FID de muestras de aceite de café extraído con CO₂-SC.



UNIVERSIDAD DE NARIÑO
SECCION DE LABORATORIOS
LABORATORIO DE CROMATOGRAFÍA

Fecha: 12-10-2012

Proyecto: Extracción y Caracterización de Aceite de Café de Grano Verde y tostado utilizando la Tecnología con Fluidos Supercríticos.

Atn: Dr. Andrés Hurtado Benavides

Grupo de Investigación Tecnologías Emergentes en Agroindustria

Ingeniería Agroindustrial- Universidad de Nariño

Tipo de Muestra: Aceite de Café

Código de las muestras: LC056-12 a LC067-12

Número de Muestras: 12

Análisis Realizado: Análisis de la fracción volátil por HS-SPME

ANALISIS POR CROMATOGRAFIA DE GASES GC-FID

1. Condiciones de Análisis :

Equipo: Cromatógrafo de Gases SHIMADZU GC-17 A. Detector FID.

Columna: Columna Capilar DB-WAX(J&W Agilent Scientific. 30m x 0,25mm ID 0,25µm)

Detector: Detector FID Temperatura: 280°C. Inyección a 270°C modo Splitless

2. Análisis de las Muestras: 200 µL de las muestras de aceite de café se llevaron a viales de 7 mL vidrio ámbar sellados herméticamente. La extracción de los compuestos volátiles de las muestras se realizó con la metodología estandarizada por el Laboratorio de Cromatografía de la Universidad de Nariño, empleando microextracción en fase sólida en espacio de cabeza. Para el análisis se empleó una fibra SPME (PDMS/DVB/Carboxen, Supelco, Bellefonte, USA.) y un tiempo de desorción de 5 minutos a 270°C. La identificación preliminar de los compuestos se realizó calculando el índice de retención relativo empleando una serie de n-alcenos (Restek, C₆-C₃₂) analizados a las mismas condiciones, empleando los índices de retención relativa reportados por la base de datos NIST-Webbook, y las referencias (Bastidas A. 2011, Gonzales-Ríos O. 2006, López-G.I. 2006.)

3. Resultados: los resultados de los análisis por GC-FID de las muestras (Muestras 1a 12, Códigos LC056-12 a LC067-12) entregadas por el Grupo de Investigación TEA se consignan en las tablas anexas.

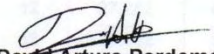


UNIVERSIDAD DE NARIÑO
SECCION DE LABORATORIOS
LABORATORIO DE CROMATOGRAFIA

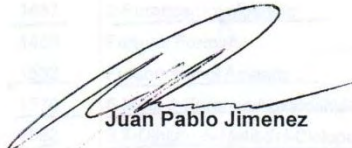
Observaciones:

- Los resultados del presente informe aplican únicamente para las muestras entregadas al Laboratorio.
- Los resultados descritos en este informe son confidenciales y de propiedad del solicitante

Cordialmente


David Arturo Perdomo

Químico, Laboratorio Cromatografía
Universidad de Nariño


Juan Pablo Jimenez

Químico, Laboratorio Cromatografía
Universidad de Nariño

Muestra 1. 150 bar-40°C

| No | Tiempo de Retención (Min) | Area (Cuentas) | Cantidad Relativa % Area | IRR | Posible Compuesto |
|----|---------------------------|----------------|--------------------------|------|---|
| 1 | 10,058 | 27559 | 0,2 | | NI |
| 2 | 14,457 | 157801 | 1,1 | 1182 | 1-Etilpirrol |
| 3 | 14,666 | 81664 | 0,6 | 1187 | Piridina |
| 4 | 17,574 | 141704 | 1,0 | 1263 | Metilpirazina |
| 5 | 18,84 | 131557 | 1,0 | 1296 | 1-Hidroxi-2-propanona |
| 6 | 19,699 | 86210 | 0,6 | 1318 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 7 | 19,865 | 90314 | 0,7 | 1323 | 2,6-Dimetilpirazina |
| 8 | 20,099 | 93625 | 0,7 | 1329 | 2-Etilpirazina |
| 9 | 23,415 | 1143931 | 8,3 | 1418 | 2-Etil-3-Metilpirazina |
| 10 | 24,748 | 448484 | 3,3 | 1457 | 2-Furancarboxaldehido |
| 11 | 26,19 | 149192 | 1,1 | 1489 | Furfural Formiato |
| 12 | 27,282 | 481287 | 3,5 | 1532 | Furanmetanol Acetato |
| 13 | 28,582 | 502019 | 3,7 | 1570 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido |
| 14 | 29,381 | 369984 | 2,7 | 1593 | 6,7-Dihidro-5-Metil-5H-Ciclopentapirazina |
| 15 | 29,59 | 137663 | 1,0 | 1600 | Hexadecano |
| 16 | 30,081 | 89516 | 0,7 | 1616 | 2-Acetilpirazina |
| 17 | 30,615 | 569683 | 4,1 | 1634 | 2-Furfurilfurano |
| 18 | 31,556 | 3908801 | 28,5 | 1665 | Furanmetanol |
| 19 | 32,273 | 131222 | 1,0 | 1689 | 1-(6-Metil-2-Pirazinil)-1-Etanona |
| 20 | 33,056 | 99799 | 0,7 | 1715 | 2-Etil-4-Metil-2,5-Furanodiona |
| 21 | 34,273 | 75250 | 0,5 | 1755 | Metil-Silicilato |
| 22 | 35,373 | 234748 | 1,7 | 1792 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 23 | 36,281 | 94828 | 0,7 | 1825 | β-Damascenona |
| 24 | 36,456 | 155659 | 1,1 | 1831 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 25 | 37,214 | 155794 | 1,1 | 1859 | Guaiacol |
| 26 | 38,306 | 124534 | 0,9 | 1899 | 3-Etil-2-hidroxi-2-ciclopenten-1-ona |
| 27 | 39,547 | 117249 | 0,9 | 1945 | 3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona |
| 28 | 40,522 | 736591 | 5,4 | 1980 | Difurfuril eter |
| 29 | 41,856 | 298238 | 2,2 | 2033 | 4-etil-2-metoxifenol |
| 30 | 42,631 | 118719 | 0,9 | 2065 | Eicosanol |
| 31 | 43,672 | 70282 | 0,5 | 2107 | 4-metilfenol |
| 32 | 43,856 | 93391 | 0,7 | 2115 | γ-Decalactona |
| 33 | 45,639 | 93017 | 0,7 | 2188 | 4-Vinilguaiacol |
| 34 | 46,122 | 257068 | 1,9 | 2207 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 35 | 46,864 | 147416 | 1,1 | 2238 | 1-furfuril-2-formilpirrol |

Muestra 2. 300 Bar -40°C

| No | Tiempo de Retención (Min) | Area (Cuentas) | Cantidad Relativa % Area | IRR | Posible Compuesto |
|----|---------------------------|----------------|--------------------------|------|---|
| 1 | 14,32 | 88296 | 1,6 | 1179 | 1-Etilpirrol |
| 2 | 17,52 | 70329 | 1,3 | 1261 | Metilpirazina |
| 3 | 18,75 | 41633 | 0,7 | 1294 | 1-Hidroxi-2-propanona |
| 4 | 19,75 | 44318 | 0,8 | 1320 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 5 | 19,99 | 44640 | 0,8 | 1326 | 2,6-Dimetilpirazina |
| 6 | 23,74 | 462671 | 8,3 | 1427 | 2-Etil-3-Metilpirazina |
| 7 | 24,72 | 243106 | 4,4 | 1456 | 2-Furancarboxaldehido |
| 8 | 26,16 | 61491 | 1,1 | 1498 | Furfural Formiato |
| 9 | 27,23 | 192537 | 3,5 | 1530 | Furanmetanol Acetato |
| 10 | 28,52 | 249218 | 4,5 | 1568 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido |
| 11 | 29,13 | 205054 | 3,7 | 1586 | 6,7-Dihidro-5-Metil-5H-Ciclopentapirazina |
| 12 | 30,45 | 246544 | 4,4 | 1628 | 2-Furfurilfurano |
| 13 | 31,44 | 1721720 | 31,0 | 1661 | Furanmetanol |
| 14 | 31,58 | 99211 | 1,8 | 1666 | Furfuril Alcohol |
| 15 | 32,17 | 39467 | 0,7 | 1685 | 1-(6-Metil-2-Pirazinil)-1-Etanona |
| 16 | 34,21 | 49235 | 0,9 | 1753 | Metil-Silicilato |
| 17 | 35,36 | 65334 | 1,2 | 1791 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 18 | 36,41 | 98940 | 1,8 | 1829 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 19 | 40,44 | 352140 | 6,3 | 1977 | Difurfuril eter |
| 20 | 41,82 | 186948 | 3,4 | 2031 | 4-etil-2-metoxifenol |
| 21 | 42,52 | 60753 | 1,1 | 2060 | Eicosanol |
| 22 | 43,65 | 54805 | 1,0 | 2106 | 4-metilfenol |
| 23 | 43,85 | 43520 | 0,8 | 2114 | γ-Decalactona |
| 24 | 45,61 | 42397 | 0,8 | 2187 | 4-Vinilguaiacol |
| 25 | 46,11 | 142901 | 2,6 | 2207 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 26 | 46,86 | 44294 | 0,8 | 2238 | 1-furfuril-2-formilpirrol |
| 27 | 51,62 | 154367 | 2,8 | 2433 | Acido Benzoico |

Muestra 3. 150 Bar-60°C

| No | Tiempo de Retención (Min) | Area (Cuentas) | Cantidad Relativa % Area | IRR | Posible Compuesto |
|----|---------------------------|----------------|--------------------------|------|---|
| 1 | 14,599 | 148319 | 1,00 | 1186 | 1-Etilpirrol |
| 2 | 14,899 | 50514 | 0,34 | 1193 | Piridina |
| 3 | 17,541 | 31884 | 0,22 | 1262 | Metilpirazina |
| 4 | 17,766 | 122105 | 0,82 | 1268 | Tiazol |
| 5 | 18,965 | 57131 | 0,39 | 1299 | 1-Hidroxi-2-propanona |
| 6 | 20,032 | 85286 | 0,58 | 1327 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 7 | 20,265 | 94087 | 0,64 | 1333 | 2,6-Dimetilpirazina |
| 8 | 23,773 | 792345 | 5,35 | 1428 | 2-Etil-3-Metilpirazina |
| 9 | 24,948 | 403328 | 2,72 | 1463 | 2-Furancarboxaldehido |
| 10 | 26,032 | 83612 | 0,56 | 1495 | Furfural Formiato |
| 11 | 26,39 | 136175 | 0,92 | 1505 | 2-metil-3,5-dietilpirazina |
| 12 | 27,498 | 469698 | 3,17 | 1538 | Furanmetanol Acetato |
| 13 | 28,798 | 485041 | 3,27 | 1576 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido |
| 14 | 29,098 | 56240 | 0,38 | 1585 | 6,7-Dihidro-5-Metil-5H-Ciclopentapirazina |
| 15 | 29,606 | 189267 | 1,28 | 1600 | Hexadecano |
| 16 | 29,781 | 133295 | 0,90 | 1606 | Furfuril Propionato |
| 17 | 30,306 | 76373 | 0,52 | 1623 | 2-formil-1-metilpirrol |
| 18 | 30,865 | 589312 | 3,98 | 1642 | 2-Furfurilfurano |
| 19 | 31,748 | 3965064 | 26,76 | 1671 | Furanmetanol |
| 20 | 32,106 | 46009 | 0,31 | 1683 | 1-(6-Metil-2-Pirazinil)-1-Etanona |
| 21 | 32,515 | 134698 | 0,91 | 1697 | Furfuril Alcohol |
| 22 | 33,265 | 95298 | 0,64 | 1722 | 2-etil-4-metil-2,5-furanediona |
| 23 | 34,023 | 121671 | 0,82 | 1747 | Metil-Silicilato |
| 24 | 34,856 | 130225 | 0,88 | 1775 | Acido 3-metil-2-butenoico |
| 25 | 35,589 | 200608 | 1,35 | 1799 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 26 | 36,173 | 59880 | 0,40 | 1821 | β-Damascenona |
| 27 | 36,681 | 285348 | 1,93 | 1839 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 28 | 37,223 | 33242 | 0,22 | 1859 | Guaiacol |
| 29 | 37,448 | 121252 | 0,82 | 1867 | 2-metoxifenol |
| 30 | 38,548 | 160007 | 1,08 | 1908 | 3-Etil-2-hidroxi-2-ciclopenten-1-ona |
| 31 | 39,797 | 93153 | 0,63 | 1954 | 3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona |
| 32 | 40,814 | 1051935 | 7,10 | 1991 | Difurfuril eter |
| 33 | 41,414 | 149050 | 1,01 | 2015 | 2-formilpirrol |
| 34 | 42,097 | 379596 | 2,56 | 2043 | 4-etil-2-metoxifenol |

Continuación Muestra 3.

| | | | | | |
|----|--------|--------|------|------|---------------------------|
| 35 | 42,889 | 170108 | 1,15 | 2075 | Eicosanol |
| 36 | 43,414 | 75917 | 0,51 | 2097 | 4-metilfenol |
| 37 | 43,939 | 87679 | 0,59 | 2118 | γ -Decalactona |
| 39 | 45,905 | 139807 | 0,94 | 2199 | 4-Vinilguaiacol |
| 40 | 46,389 | 524373 | 3,54 | 2218 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 41 | 47,114 | 301854 | 2,04 | 2248 | 1-furfuril-2-formilpirrol |
| 42 | 51,813 | 146247 | 0,99 | 2441 | Acido Benzoico |

Muestra 4. 300 Bar-60°C

| No | Tiempo de Retención (Min) | Area (Cuentas) | Cantidad Relativa % Area | IRR | Posible Compuesto |
|----|---------------------------|----------------|--------------------------|------|---|
| 1 | 14,516 | 81358 | 0,57 | 1184 | 1-Etilpirrol |
| 2 | 14,882 | 49835 | 0,35 | 1193 | Piridina |
| 3 | 17,724 | 78147 | 0,55 | 1267 | Tiazol |
| 4 | 18,924 | 30406 | 0,21 | 1298 | 1-Hidroxi-2-propanona |
| 5 | 19,982 | 71672 | 0,50 | 1326 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 6 | 20,215 | 71679 | 0,50 | 1332 | 2,6-Dimetilpirazina |
| 7 | 23,957 | 454451 | 3,20 | 1434 | 2-Etil-3-Metilpirazina |
| 8 | 24,923 | 303730 | 2,14 | 1462 | 2-Furancarboxaldehido |
| 9 | 26,015 | 28918 | 0,20 | 1494 | Furfural Formiato |
| 10 | 26,373 | 108640 | 0,76 | 1505 | 2-metil-3,5-dietilpirazina |
| 11 | 27,473 | 453586 | 3,19 | 1537 | Furanmetanol Acetato |
| 12 | 28,781 | 447044 | 3,14 | 1576 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido |
| 13 | 29,081 | 60709 | 0,43 | 1585 | 6,7-Dihidro-5-Metil-5H-Ciclopentapirazina |
| 14 | 29,765 | 213743 | 1,50 | 1605 | Furfuril Propionato |
| 15 | 30,281 | 71556 | 0,50 | 1622 | 2-formil-1-metilpirrol |
| 16 | 30,856 | 562791 | 3,96 | 1642 | 2-Furfurilfurano |
| 17 | 31,74 | 3995653 | 28,11 | 1671 | Furanmetanol |
| 18 | 32,106 | 49998 | 0,35 | 1683 | 1-(6-Metil-2-Pirazinil)-1-Etanona |
| 19 | 32,515 | 143787 | 1,01 | 1697 | Furfuril Alcohol |
| 20 | 33,265 | 159877 | 1,12 | 1722 | 2-etil-4-metil-2,5-furanediona |
| 21 | 34,014 | 118813 | 0,84 | 1747 | Metil-Silicilato |
| 22 | 34,848 | 150282 | 1,06 | 1775 | Acido 3-metil-2-butenoico |
| 23 | 35,581 | 229889 | 1,62 | 1799 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 24 | 36,173 | 100792 | 0,71 | 1821 | .β-Damascenona |
| 25 | 36,673 | 319971 | 2,25 | 1839 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 26 | 37,439 | 167393 | 1,18 | 1867 | 2-metoxifenol |
| 27 | 38,531 | 156316 | 1,10 | 1907 | 3-Etil-2-hidroxi-2-ciclopenten-1-ona |
| 28 | 39,781 | 110115 | 0,77 | 1953 | 3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona |
| 29 | 40,806 | 1046385 | 7,36 | 1991 | Difurfuril eter |
| 30 | 41,406 | 181305 | 1,28 | 2014 | 2-formilpirrol |
| 31 | 41,622 | 85317 | 0,60 | 2023 | 4-Etilguaiacol |
| 32 | 42,089 | 423289 | 2,98 | 2042 | 4-etil-2-metoxifenol |
| 33 | 42,856 | 228463 | 1,61 | 2074 | Eicosanol |
| 34 | 43,414 | 69543 | 0,49 | 2097 | 4-metilfenol |

Continuación Muestra 4

| | | | | | |
|----|--------|--------|------|------|---------------------------|
| 35 | 43,931 | 120403 | 0,85 | 2118 | γ -Decalactona |
| 36 | 44,114 | 156200 | 1,10 | 2125 | NI |
| 37 | 45,097 | 114216 | 0,80 | 2166 | 4-etilfenol |
| 38 | 45,905 | 168422 | 1,18 | 2199 | 4-Vinilguaiacol |
| 39 | 46,364 | 448000 | 3,15 | 2217 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 40 | 46,68 | 72044 | 0,51 | 2230 | NI |
| 41 | 47,097 | 214861 | 1,51 | 2247 | 1-furfuril-2-formilpirrol |
| 42 | 47,797 | 73734 | 0,52 | 2276 | NI |
| 43 | 48,247 | 91491 | 0,64 | 2295 | NI |
| 44 | 48,922 | 100982 | 0,71 | 2322 | NI |
| 45 | 50,93 | 100196 | 0,70 | 2404 | NI |
| 46 | 51,882 | 159446 | 1,12 | 2443 | Acido Benzoico |

Muestra 5. 119 Bar-50°C

| No | Tiempo de Retención (Min) | Area (Cuentas) | Cantidad Relativa % Area | IRR | Posible Compuesto |
|----|---------------------------|----------------|--------------------------|------|---|
| 1 | 14,549 | 134096 | 0,80 | 1185 | 1-Etilpirrol |
| 2 | 14,907 | 79116 | 0,47 | 1193 | Piridina |
| 3 | 17,774 | 137877 | 0,83 | 1268 | Tiazol |
| 4 | 18,957 | 36443 | 0,22 | 1299 | 1-Hidroxi-2-propanona |
| 5 | 20,024 | 130329 | 0,78 | 1327 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 6 | 20,257 | 135266 | 0,81 | 1333 | 2,6-Dimetilpirazina |
| 7 | 23,823 | 692399 | 4,15 | 1430 | 2-Etil-3-Metilpirazina |
| 8 | 24,94 | 236541 | 1,42 | 1463 | 2-Furancarboxaldehido |
| 9 | 26,04 | 82015 | 0,49 | 1495 | Furfural Formiato |
| 10 | 26,415 | 188205 | 1,13 | 1506 | 2-metil-3,5-dietilpirazina |
| 11 | 27,49 | 863099 | 5,17 | 1538 | Furanmetanol Acetato |
| 12 | 28,84 | 656460 | 3,93 | 1577 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido |
| 13 | 29,115 | 56761 | 0,34 | 1586 | 6,7-Dihidro-5-Metil-5H-Ciclopentapirazina |
| 14 | 29,798 | 195057 | 1,17 | 1606 | Furfuril Propionato |
| 15 | 30,34 | 142298 | 0,85 | 1624 | 2-formil-1-metilpirrol |
| 16 | 30,906 | 721754 | 4,33 | 1643 | 2-Furfurilfurano |
| 17 | 31,781 | 4642888 | 27,83 | 1672 | Furanmetanol |
| 18 | 32,165 | 88401 | 0,53 | 1685 | 1-(6-Metil-2-Pirazinil)-1-Etanona |
| 19 | 32,548 | 243396 | 1,46 | 1698 | Furfuril Alcohol |
| 20 | 33,298 | 144733 | 0,87 | 1723 | 2-etil-4-metil-2,5-furanediona |
| 21 | 33,781 | 152909 | 0,92 | 1739 | NI |
| 22 | 33,973 | 182559 | 1,09 | 1745 | Metil-Silicilato |
| 23 | 34,856 | 96094 | 0,58 | 1775 | Acido 3-metil-2-butenoico |
| 24 | 35,598 | 225896 | 1,35 | 1799 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 25 | 36,214 | 92344 | 0,55 | 1822 | β-Damascenona |
| 26 | 36,523 | 154983 | 0,93 | 1833 | N-furfurilpirrol |
| 27 | 36,698 | 229297 | 1,37 | 1840 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 28 | 37,698 | 87670 | 0,53 | 1877 | 2-metoxifenol |
| 29 | 38,564 | 165286 | 0,99 | 1908 | 3-Etil-2-hidroxi-2-ciclopenten-1-ona |
| 30 | 39,781 | 87337 | 0,52 | 1953 | 3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona |
| 31 | 40,831 | 1108842 | 6,65 | 1992 | Difurfuril eter |
| 32 | 41,397 | 153898 | 0,92 | 2014 | 2-formilpirrol |
| 33 | 41,597 | 50054 | 0,30 | 2022 | 4-Etilguaiacol |
| 34 | 42,122 | 411939 | 2,47 | 2044 | 4-etil-2-metoxifenol |

Continuación Muestra 5

| | | | | | |
|----|--------|--------|------|------|---------------------------|
| 35 | 42,914 | 170667 | 1,02 | 2076 | Eicosanol |
| 36 | 43,431 | 53385 | 0,32 | 2097 | 4-metilfenol |
| 37 | 43,947 | 67581 | 0,41 | 2118 | γ -Decalactona |
| 38 | 44,139 | 131130 | 0,79 | 2126 | NI |
| 39 | 45,88 | 89026 | 0,53 | 2198 | 4-Vinilguaiacol |
| 40 | 46,389 | 518569 | 3,11 | 2218 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 41 | 47,147 | 251486 | 1,51 | 2249 | 1-furfuril-2-formilpirrol |
| 42 | 47,822 | 87040 | 0,52 | | NI |
| 43 | 48,247 | 91491 | 0,64 | 2295 | NI |
| 44 | 48,922 | 100982 | 0,71 | 2322 | NI |
| 45 | 50,93 | 100196 | 0,70 | 2404 | NI |

Muestra 6. 331Bar-50°C

| No | Tiempo de Retención (Min) | Area (Cuentas) | Cantidad Relativa % Area | IRR | Posible Compuesto |
|----|---------------------------|----------------|--------------------------|------|---|
| 1 | 14,532 | 67295 | 1,14 | 1184 | 1-Etilpirrol |
| 2 | 17,716 | 52851 | 0,90 | 1267 | Tiazol |
| 3 | 18,94 | 35256 | 0,60 | 1299 | 1-Hidroxi-2-propanona |
| 4 | 19,965 | 35289 | 0,60 | 1325 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 5 | 20,207 | 38807 | 0,66 | 1332 | 2,6-Dimetilpirazina |
| 6 | 23,982 | 416539 | 7,08 | 1434 | 2-Etil-3-Metilpirazina |
| 7 | 24,915 | 213868 | 3,63 | 1462 | 2-Furancarboxaldehido |
| 8 | 26,382 | 57419 | 0,98 | 1505 | 2-metil-3,5-dietilpirazina |
| 9 | 27,457 | 184125 | 3,13 | 1537 | Furanmetanol Acetato |
| 10 | 28,731 | 238736 | 4,06 | 1574 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido |
| 11 | 29,373 | 88073 | 1,50 | 1593 | 6,7-Dihidro-5-Metil-5H-Ciclopentapirazina |
| 12 | 30,698 | 254246 | 4,32 | 1636 | 2-Furfurilfurano |
| 13 | 31,656 | 1711985 | 29,08 | 1668 | Furanmetanol |
| 14 | 31,789 | 98801 | 1,68 | 1673 | Acido 3-metilvalerico |
| 15 | 32,04 | 25034 | 0,43 | 1681 | 1-(6-Metil-2-Pirazinil)-1-Etanona |
| 16 | 32,406 | 56880 | 0,97 | 1693 | Furfuril Alcohol |
| 17 | 33,24 | 84649 | 1,44 | 1721 | 2-etil-4-metil-2,5-furanediona |
| 18 | 33,939 | 44610 | 0,76 | 1744 | Metil-Silicilato |
| 19 | 34,448 | 42793 | 0,73 | 1761 | NI |
| 20 | 34,848 | 52241 | 0,89 | 1775 | Acido 3-metil-2-butenico |
| 21 | 35,573 | 34701 | 0,59 | 1799 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 22 | 36,656 | 99847 | 1,70 | 1838 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 23 | 37,423 | 59754 | 1,01 | 1866 | 2-metoxifenol |
| 24 | 38,531 | 62321 | 1,06 | 1907 | 3-Etil-2-hidroxi-2-ciclopenten-1-ona |
| 25 | 39,781 | 87337 | 0,52 | 1953 | 3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona |
| 26 | 40,664 | 396919 | 6,74 | 1986 | Difurfuril eter |
| 27 | 41,414 | 77732 | 1,32 | 2015 | 2-formilpirrol |
| 28 | 41,606 | 26969 | 0,46 | 2023 | 4-Etilguaiacol |
| 29 | 42,064 | 154182 | 2,62 | 2041 | 4-etil-2-metoxifenol |
| 30 | 42,764 | 118196 | 2,01 | 2070 | Eicosanol |
| 31 | 43,056 | 72134 | 1,23 | 2082 | NI |
| 32 | 43,422 | 45038 | 0,76 | 2097 | 4-metilfenol |
| 33 | 43,889 | 38438 | 0,65 | 2116 | γ-Decalactona |
| 34 | 44,081 | 55839 | 0,95 | 2124 | NI |
| 35 | 45,839 | 74333 | 1,26 | 2196 | 4-Vinilguaiacol |
| 36 | 46,372 | 200391 | 3,40 | 2218 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 37 | 47,114 | 81356 | 1,38 | 2248 | 1-furfuril-2-formilpirrol |
| 38 | 48,922 | 61284 | 1,04 | 2322 | NI |
| 39 | 51,855 | 170511 | 2,90 | 2442 | Acido Benzoico |

Muestra 7. 225 Bar-36°C

| No | Tiempo de Retención (Min) | Area (Cuentas) | Cantidad Relativa % Area | IRR | Posible Compuesto |
|----|---------------------------|----------------|--------------------------|------|---|
| 1 | 14,674 | 199292 | 1,60 | 1188 | 1-Etilpirrol |
| 2 | 14,932 | 113218 | 0,91 | 1194 | Piridina |
| 3 | 17,824 | 146677 | 1,18 | 1269 | Tiazol |
| 4 | 19,074 | 128726 | 1,03 | 1302 | 1-Hidroxi-2-propanona |
| 5 | 20,115 | 83949 | 0,67 | 1329 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 6 | 20,34 | 94145 | 0,76 | 1335 | 2,6-Dimetilpirazina |
| 7 | 23,682 | 1086159 | 8,73 | 1426 | 2-Etil-3-Metilpirazina |
| 8 | 25,007 | 436202 | 3,51 | 1465 | 2-Furancarboxaldehido |
| 9 | 26,082 | 45273 | 0,36 | 1496 | Furfural Formiato |
| 10 | 26,44 | 125224 | 1,01 | 1507 | 2-metil-3,5-dietilpirazina |
| 11 | 27,532 | 482502 | 3,88 | 1539 | Furanmetanol Acetato |
| 12 | 28,84 | 427189 | 3,43 | 1577 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido |
| 13 | 29,14 | 51417 | 0,41 | 1586 | 6,7-Dihidro-5-Metil-5H-Ciclopentapirazina |
| 14 | 29,681 | 285805 | 2,30 | 1602 | Furfuril Propionato |
| 15 | 30,34 | 61592 | 0,50 | 1624 | 2-formil-1-metilpirrol |
| 16 | 30,931 | 627193 | 5,04 | 1644 | 2-Furfurilfurano |
| 17 | 31,798 | 4013944 | 32,27 | 1673 | Furanmetanol |
| 18 | 32,148 | 32533 | 0,26 | 1685 | 1-(6-Metil-2-Pirazinil)-1-Etanona |
| 19 | 32,565 | 105265 | 0,85 | 1699 | Furfuril Alcohol |
| 20 | 33,315 | 88809 | 0,71 | 1723 | 2-etil-4-metil-2,5-furanediona |
| 21 | 34,048 | 74516 | 0,60 | 1748 | Metil-Silicilato |
| 22 | 34,914 | 92021 | 0,74 | 1777 | Acido 3-metil-2-butenoico |
| 23 | 35,623 | 138885 | 1,12 | 1800 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 24 | 36,206 | 59693 | 0,48 | 1822 | β-Damascenona |
| 25 | 36,723 | 194769 | 1,57 | 1841 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 26 | 37,481 | 91993 | 0,74 | 1869 | Guaiacol |
| 27 | 37,698 | 26722 | 0,21 | 1877 | 2-metoxifenol |
| 28 | 38,573 | 85822 | 0,69 | 1909 | 3-Etil-2-hidroxi-2-ciclopenten-1-ona |
| 29 | 39,839 | 35581 | 0,29 | 1955 | 3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona |
| 30 | 40,764 | 624080 | 5,02 | 1989 | Difurfuril eter |
| 31 | 41,464 | 91708 | 0,74 | 2017 | 2-formilpirrol |
| 32 | 41,639 | 32598 | 0,26 | 2024 | 4-Etilguaiacol |
| 33 | 42,122 | 228751 | 1,84 | 2044 | 4-etil-2-metoxifenol |
| 34 | 42,839 | 120032 | 0,97 | 2073 | Eicosanol |

| Continuación Muestra 7 | | | | | |
|------------------------|--------|--------|------|------|---------------------------|
| 35 | 43,464 | 35580 | 0,29 | 2099 | 4-metilfenol |
| 36 | 43,947 | 66495 | 0,53 | 2118 | γ -Decalactona |
| 37 | 44,131 | 86781 | 0,70 | 2126 | NI |
| 38 | 45,897 | 124366 | 1,00 | 2198 | 4-Vinilguaiacol |
| 39 | 46,405 | 285930 | 2,30 | 2219 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 40 | 47,13 | 127576 | 1,03 | 2249 | 1-furfuril-2-formilpirrol |
| 41 | 51,88 | 130574 | 1,05 | 2443 | Acido Benzoico |

Muestra 8. 225 Bar-64°C

| No | Tiempo de Retención (Min) | Area (Cuentas) | Cantidad Relativa % Area | IRR | Posible Compuesto |
|----|---------------------------|----------------|--------------------------|------|---|
| 1 | 14,574 | 90279 | 1,08 | 1185 | 1-Etilpirrol |
| 2 | 14,957 | 49058 | 0,59 | 1195 | Piridina |
| 3 | 17,766 | 78614 | 0,94 | 1268 | Tiazol |
| 4 | 19,015 | 36651 | 0,44 | 1301 | 1-Hidroxi-2-propanona |
| 5 | 20,007 | 48789 | 0,58 | 1327 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 6 | 20,257 | 54970 | 0,66 | 1333 | 2,6-Dimetilpirazina |
| 7 | 23,998 | 457331 | 5,48 | 1435 | 2-Etil-3-Metilpirazina |
| 8 | 24,998 | 268106 | 3,21 | 1464 | 2-Furancarboxaldehido |
| 9 | 26,082 | 25097 | 0,30 | 1496 | Furfural Formiato |
| 10 | 26,457 | 80337 | 0,96 | 1507 | 2-metil-3,5-dietilpirazina |
| 11 | 27,498 | 259771 | 3,11 | 1538 | Furanmetanol Acetato |
| 12 | 28,815 | 329960 | 3,96 | 1577 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido |
| 13 | 29,073 | 32827 | 0,39 | 1584 | 6,7-Dihidro-5-Metil-5H-Ciclopentapirazina |
| 14 | 29,848 | 68323 | 0,82 | 1608 | Furfuril Propionato |
| 15 | 30,348 | 52172 | 0,63 | 1625 | 2-formil-1-metilpirrol |
| 16 | 30,789 | 362540 | 4,35 | 1639 | 2-Furfurilfurano |
| 17 | 31,74 | 2450042 | 29,38 | 1671 | Furanmetanol |
| 18 | 31,873 | 140171 | 1,68 | 1675 | 2-Formiltiofeno |
| 19 | 32,506 | 62341 | 0,75 | 1697 | Furfuril Alcohol |
| 20 | 33,281 | 32301 | 0,39 | 1722 | 2-etil-4-metil-2,5-furanediona |
| 21 | 34,031 | 47605 | 0,57 | 1747 | Metil-Silicilato |
| 22 | 34,889 | 72623 | 0,87 | 1776 | Acido 3-metil-2-butenoico |
| 23 | 35,648 | 73208 | 0,88 | 1801 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 24 | 36,189 | 73441 | 0,88 | 1821 | .β-Damascenona |
| 25 | 36,698 | 164567 | 1,97 | 1840 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 26 | 37,498 | 84305 | 1,01 | 1869 | Guaiacol |
| 27 | 39,564 | 64016 | 0,77 | 1945 | 2-acetilpirrol |
| 28 | 39,822 | 39816 | 0,48 | 1955 | 3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona |
| 29 | 40,756 | 565386 | 6,78 | 1989 | Difurfuril eter |
| 30 | 41,456 | 101224 | 1,21 | 2016 | 2-formilpirrol |
| 31 | 41,631 | 34039 | 0,41 | 2024 | 4-Etilguaiacol |
| 32 | 42,114 | 209322 | 2,51 | 2043 | 4-etil-2-metoxifenol |
| 33 | 42,856 | 106230 | 1,27 | 2074 | Eicosanol |
| 34 | 43,106 | 75751 | 0,91 | 2084 | NI |
| 35 | 43,447 | 36993 | 0,44 | 2098 | 4-metilfenol |
| 36 | 43,947 | 46218 | 0,55 | 2118 | γ-Decalactona |

| | | | | | |
|----|--------|--------|------|------|---------------------------|
| 37 | 44,147 | 91580 | 1,10 | 2127 | NI |
| 38 | 45,93 | 92764 | 1,11 | 2200 | 4-Vinilguaiacol |
| 39 | 46,439 | 301497 | 3,61 | 2220 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 40 | 46,722 | 78582 | 0,94 | 2232 | NI |
| 41 | 47,155 | 125579 | 1,51 | 2250 | 1-furfuril-2-formilpirrol |
| 42 | 51,972 | 308962 | 3,70 | 2447 | Acido Benzoico |

Muestra 9. 225 Bar-50°C

| No | Tiempo de Retención (Min) | Area (Cuentas) | Cantidad Relativa % Area | IRR | Posible Compuesto |
|----|---------------------------|----------------|--------------------------|------|---|
| 1 | 14,516 | 35277 | 0,43 | 1184 | 1-Etilpirrol |
| 2 | 14,949 | 34685 | 0,42 | 1194 | Piridina |
| 3 | 17,741 | 45049 | 0,55 | 1267 | Tiazol |
| 4 | 19,974 | 36809 | 0,45 | 1326 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 5 | 20,215 | 37643 | 0,46 | 1332 | 2,6-Dimetilpirazina |
| 6 | 24,19 | 184667 | 2,26 | 1440 | 2-Etil-3-Metilpirazina |
| 7 | 24,982 | 166745 | 2,04 | 1464 | 2-Furancarboxaldehido |
| 8 | 26,432 | 63345 | 0,78 | 1507 | 2-metil-3,5-dietilpirazina |
| 9 | 27,498 | 201131 | 2,46 | 1538 | Furanmetanol Acetato |
| 10 | 28,823 | 291220 | 3,57 | 1577 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido |
| 11 | 29,056 | 25871 | 0,32 | 1584 | 6,7-Dihidro-5-Metil-5H-Ciclopentapirazina |
| 12 | 30,365 | 49676 | 0,61 | 1625 | 2-formil-1-metilpirrol |
| 13 | 30,781 | 293959 | 3,60 | 1639 | 2-Furfurilfurano |
| 14 | 31,715 | 1943864 | 23,81 | 1670 | Furanmetanol |
| 15 | 31,856 | 135944 | 1,66 | 1675 | 2-Formiltiofeno |
| 16 | 32,506 | 76737 | 0,94 | 1697 | Furfuril Alcohol |
| 17 | 33,29 | 44929 | 0,55 | 1723 | 2-etil-4-metil-2,5-furanediona |
| 18 | 34,048 | 67698 | 0,83 | 1748 | Metil-Silicilato |
| 19 | 34,906 | 73650 | 0,90 | 1776 | Acido 3-metil-2-butenoico |
| 20 | 35,648 | 55100 | 0,67 | 1801 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 21 | 36,731 | 198441 | 2,43 | 1841 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 22 | 37,731 | 42472 | 0,52 | 1878 | Guaiaacol |
| 23 | 38,598 | 111415 | 1,36 | 1910 | 3-Etil-2-hidroxi-2-ciclopenten-1-ona |
| 24 | 39,847 | 82435 | 1,01 | 1956 | 3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona |
| 25 | 40,806 | 730008 | 8,94 | 1991 | Difurfuril eter |
| 26 | 41,481 | 117942 | 1,44 | 2017 | 2-formilpirrol |
| 27 | 41,656 | 56206 | 0,69 | 2025 | 4-Etilguaiaacol |
| 28 | 42,147 | 273531 | 3,35 | 2045 | 4-etil-2-metoxifenol |
| 29 | 42,889 | 144374 | 1,77 | 2075 | Eicosanol |
| 30 | 43,147 | 112972 | 1,38 | 2086 | NI |
| 31 | 43,506 | 58794 | 0,72 | 2100 | 4-metilfenol |
| 32 | 43,981 | 74861 | 0,92 | 2120 | γ-Decalactona |
| 33 | 44,172 | 128353 | 1,57 | 2128 | NI |
| 34 | 44,489 | 59924 | 0,73 | 2141 | NI |

| Continuación Muestra 9 | | | | | |
|------------------------|--------|--------|------|------|---------------------------|
| 35 | 45,93 | 108422 | 1,33 | 2200 | 4-Vinilguaiacol |
| 36 | 46,455 | 425461 | 5,21 | 2221 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 37 | 46,772 | 72859 | 0,89 | 2234 | NI |
| 38 | 47,205 | 195466 | 2,39 | 2252 | 1-furfuril-2-formilpirrol |
| 39 | 49,005 | 79898 | 0,98 | 2326 | NI |
| 40 | 51,955 | 205395 | 2,52 | 2446 | Acido Benzoico |

Muestra 10. 225 Bar-50°C

| No | Tiempo de Retención (Min) | Area (Cuentas) | Cantidad Relativa % Area | IRR | Posible Compuesto |
|----|---------------------------|----------------|--------------------------|------|--|
| 1 | 14,674 | 40011 | 0,42 | 1188 | 1-Etilpirrol |
| 2 | 19,715 | 42377 | 0,44 | 1319 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 3 | 22,315 | 26280 | 0,28 | 1387 | 2,3-Dimetilpirazina |
| 4 | 23,848 | 251026 | 2,63 | 1430 | 2-Etil-3-Metilpirazina |
| 5 | 24,657 | 186462 | 1,95 | 1454 | 2-Furancarboxaldehido |
| 6 | 26,107 | 75901 | 0,80 | 1497 | Furfural Formiato |
| 7 | 26,948 | 66827 | 0,70 | 1522 | 2-metil-3,5-dietilpirazina |
| 8 | 27,198 | 262156 | 2,75 | 1529 | Furanmetanol Acetato |
| 9 | 28,473 | 337997 | 3,54 | 1567 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido |
| 10 | 28,756 | 36429 | 0,38 | 1575 | 6,7-Dihidro-5-Metil-5H-Ciclopentapirazina |
| 11 | 29,981 | 59057 | 0,62 | 1612 | 2-formil-1-metilpirrol |
| 12 | 30,44 | 387996 | 4,07 | 1628 | 2-Furfurilfurano |
| 13 | 31,398 | 2732209 | 28,63 | 1660 | Furanmetanol |
| 14 | 31,781 | 36544 | 0,38 | 1672 | 2-Formiltiofeno |
| 15 | 32,14 | 107992 | 1,13 | 1684 | 1-(6-Metil-2-Pirazinil)-1-Etanona |
| 16 | 32,365 | 44419 | 0,47 | 1692 | Furfuril Alcohol |
| 17 | 32,931 | 115591 | 1,21 | 1711 | 2-etil-4-metil-2,5-furanediona |
| 18 | 33,365 | 73406 | 0,77 | 1725 | NI |
| 19 | 33,648 | 103459 | 1,08 | 1735 | NI |
| 20 | 34,123 | 74762 | 0,78 | 1750 | Metil-Silicilato |
| 21 | 34,523 | 104243 | 1,09 | 1764 | Acido 3-metil-2-butenoico |
| 22 | 35,256 | 167258 | 1,75 | 1788 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 23 | 35,806 | 71919 | 0,75 | 1807 | ,β-Damascenona |
| 24 | 36,331 | 287743 | 3,01 | 1826 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 25 | 37,089 | 132325 | 1,39 | 1854 | 2,3-Dihidro-5-hidroxi-6-metil-4(H)-piran-4-ona |
| 26 | 37,539 | 25867 | 0,27 | 1871 | Guaiacol |
| 27 | 38,181 | 131774 | 1,38 | 1894 | 3-Etil-2-hidroxi-2-ciclopenten-1-ona |
| 28 | 39,414 | 79626 | 0,83 | 1940 | 3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona |
| 29 | 40,372 | 783141 | 8,21 | 1975 | Difurfuril eter |
| 30 | 41,039 | 134681 | 1,41 | 1999 | 2-formilpirrol |
| 31 | 41,697 | 289647 | 3,03 | 2026 | 4-etil-2-metoxifenol |
| 32 | 42,481 | 132629 | 1,39 | 2058 | Eicosanol |
| 33 | 43,489 | 60560 | 0,63 | 2100 | 4-metilfenol |
| 34 | 43,697 | 107892 | 1,13 | 2108 | γ-Decalactona |
| 35 | 45,422 | 76331 | 0,80 | 2179 | 4-Vinilguaiacol |

Continuación Muestra 10

| | | | | | |
|----|--------|--------|------|------|-----------------------|
| 36 | 45,947 | 370013 | 3,88 | 2200 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 37 | 46,672 | 159451 | 1,67 | 2230 | NI |
| 38 | 49,005 | 79898 | 0,98 | 2326 | NI |
| 39 | 51,363 | 152013 | 1,59 | 2422 | Acido Benzoico |

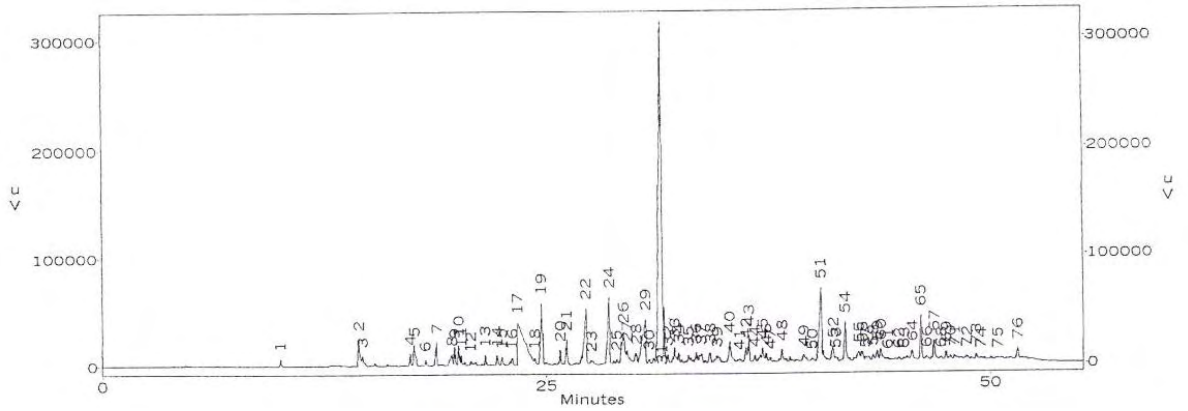
Muestra 11. 225 Bar-50°C

| No | Tiempo de Retención (Min) | Area (Cuentas) | Cantidad Relativa % Area | IRR | Posible Compuesto |
|----|---------------------------|----------------|--------------------------|------|--|
| 1 | 14,432 | 180542 | 1,62 | 1182 | 1-Etilpirrol |
| 2 | 14,724 | 143404 | 1,29 | 1189 | Piridina |
| 3 | 17,557 | 144239 | 1,29 | 1262 | Metilpirazina |
| 4 | 18,824 | 143043 | 1,28 | 1296 | 1-Hidroxi-2-propanona |
| 5 | 19,832 | 74972 | 0,67 | 1322 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 6 | 20,065 | 79645 | 0,71 | 1328 | 2,6-Dimetilpirazina |
| 7 | 22,224 | 49356 | 0,44 | 1385 | 2,3-Dimetilpirazina |
| 8 | 23,399 | 1075588 | 9,64 | 1417 | 2-Etil-3-Metilpirazina |
| 9 | 24,723 | 504336 | 4,52 | 1456 | 2-Furancarboxaldehido |
| 10 | 26,157 | 120904 | 1,08 | 1498 | Furfural Formiato |
| 11 | 27,24 | 499579 | 4,48 | 1530 | Furanmetanol Acetato |
| 12 | 28,523 | 433294 | 3,88 | 1568 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido |
| 13 | 28,831 | 46737 | 0,42 | 1577 | 6,7-Dihidro-5-Metil-5H-Ciclopentapirazina |
| 14 | 30,565 | 564454 | 5,06 | 1632 | 2-Furfurilfurano |
| 15 | 31,481 | 3760535 | 33,71 | 1662 | Furanmetanol |
| 16 | 31,823 | 37183 | 0,33 | 1674 | 2-Formiltiofeno |
| 17 | 32,19 | 105142 | 0,94 | 1686 | 1-(6-Metil-2-Pirazinil)-1-Etanona |
| 18 | 32,406 | 38490 | 0,34 | 1693 | Furfuril Alcohol |
| 19 | 32,965 | 74777 | 0,67 | 1712 | 2-etil-4-metil-2,5-furanediona |
| 20 | 34,181 | 70967 | 0,64 | 1752 | Metil-Silicilato |
| 21 | 34,539 | 87581 | 0,79 | 1764 | Acido 3-metil-2-butenoico |
| 22 | 35,273 | 128535 | 1,15 | 1789 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 23 | 35,823 | 37654 | 0,34 | 1808 | .β-Damascenona |
| 24 | 36,339 | 182427 | 1,64 | 1827 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 25 | 37,106 | 104640 | 0,94 | 1855 | 2,3-Dihidro-5-hidroxi-6-metil-4(H)-piran-4-ona |
| 26 | 37,314 | 37640 | 0,34 | 1862 | Guaiacol |
| 27 | 38,189 | 84682 | 0,76 | 1895 | 3-Etil-2-hidroxi-2-ciclopenten-1-ona |
| 28 | 39,439 | 27539 | 0,25 | 1941 | 3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona |
| 29 | 40,356 | 517643 | 4,64 | 1974 | Difurfuril eter |
| 30 | 41,056 | 139983 | 1,25 | 2000 | 2-formilpirrol |
| 31 | 41,706 | 235625 | 2,11 | 2027 | 4-etil-2-metoxifenol |
| 32 | 42,656 | 136417 | 1,22 | 2066 | NI |
| 33 | 43,706 | 80013 | 0,72 | 2109 | .γ-Decalactona |
| 34 | 45,955 | 239255 | 2,14 | 2201 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 35 | 46,608 | 87987 | 0,79 | 2227 | NI |
| 36 | 51,313 | 54132 | 0,49 | 2420 | Acido Benzoico |

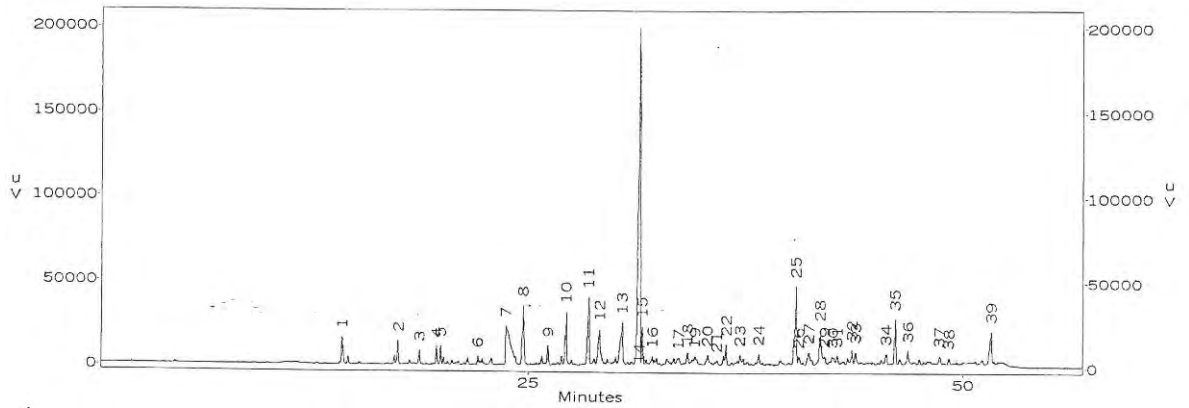
Muestra 12. 225 Bar-50°C

| No | Tiempo de Retención (Min) | Area (Cuentas) | Cantidad Relativa % Area | IRR | Posible Compuesto |
|----|---------------------------|----------------|--------------------------|------|--|
| 1 | 14,457 | 156338 | 1,46 | 1182 | 1-Etilpirrol |
| 2 | 14,707 | 191905 | 1,79 | 1189 | Piridina |
| 3 | 17,566 | 140770 | 1,31 | 1262 | Metilpirazina |
| 4 | 18,832 | 160172 | 1,49 | 1296 | 1-Hidroxi-2-propanona |
| 5 | 19,84 | 65212 | 0,61 | 1322 | 2,5-Dimetilpirazina |
| 6 | 20,074 | 69858 | 0,65 | 1328 | 2,6-Dimetilpirazina |
| 7 | 22,232 | 43050 | 0,40 | 1385 | 2,3-Dimetilpirazina |
| 8 | 23,324 | 1215453 | 11,33 | 1417 | 2-Etil-3-Metilpirazina |
| 9 | 24,732 | 485921 | 4,53 | 1456 | 2-Furancarboxaldehido |
| 10 | 26,148 | 111911 | 1,04 | 1498 | Furfural Formiato |
| 11 | 27,232 | 413754 | 3,86 | 1530 | Furanmetanol Acetato |
| 12 | 28,507 | 395430 | 3,69 | 1568 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido |
| 13 | 30,531 | 495747 | 4,62 | 1632 | 2-Furfurilfurano |
| 14 | 31,456 | 3275475 | 30,54 | 1662 | Furanmetanol |
| 15 | 31,806 | 31244 | 0,29 | 1674 | 2-Formiltiofeno |
| 16 | 32,173 | 88651 | 0,83 | 1686 | 1-(6-Metil-2-Pirazinil)-1-Etanona |
| 17 | 32,398 | 32851 | 0,31 | 1693 | Furfuril Alcohol |
| 18 | 32,956 | 71110 | 0,66 | 1712 | 2-etil-4-metil-2,5-furanediona |
| 19 | 34,156 | 63727 | 0,59 | 1752 | Metil-Silicilato |
| 20 | 35,264 | 110423 | 1,03 | 1789 | 2-Metil-1H-Pirrol |
| 21 | 36,339 | 157392 | 1,47 | 1827 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona |
| 22 | 37,123 | 98753 | 0,92 | 1855 | 2,3-Dihidro-5-hidroxi-6-metil-4(H)-piran-4-ona |
| 23 | 38,214 | 75185 | 0,70 | 1895 | 3-Etil-2-hidroxi-2-ciclopenten-1-ona |
| 24 | 39,472 | 29897 | 0,28 | 1941 | 3-Hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona |
| 25 | 40,389 | 499704 | 4,66 | 1974 | Difurfuril eter |
| 26 | 41,089 | 129616 | 1,21 | 2000 | 2-formilpirrol |
| 27 | 41,747 | 230412 | 2,15 | 2027 | 4-etil-2-metoxifenol |
| 28 | 42,714 | 65343 | 0,61 | 2066 | NI |
| 29 | 43,772 | 97624 | 0,91 | 2109 | γ-Decalactona |
| 33 | 46,039 | 311126 | 2,90 | 2200 | 2-Metoxi-4-Vinilfenol |
| 34 | 46,772 | 133471 | 1,24 | 2227 | NI |
| 35 | 51,438 | 74925 | 0,70 | 2420 | Acido Benzoico |

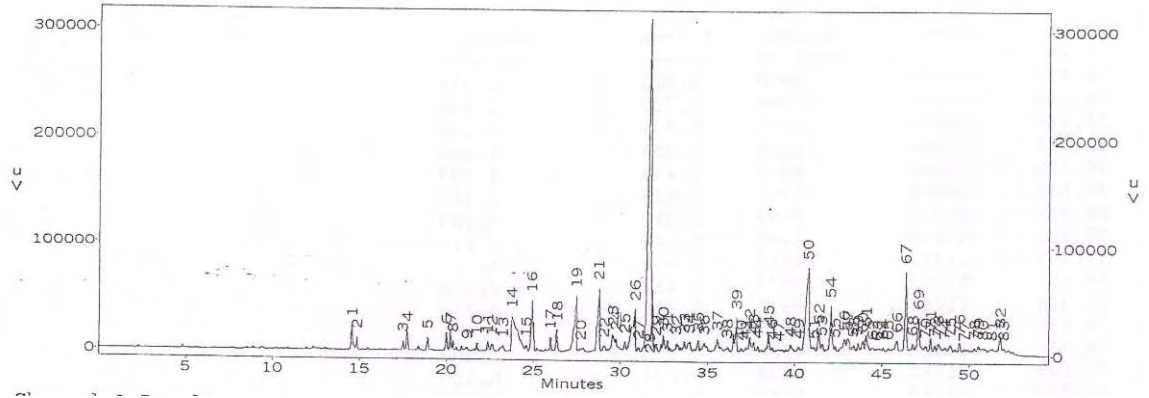
Anexo 12. Cromatogramas de la fracción volátil por HS-SPME y GC-FID de muestras de aceite de café extraído con CO₂-SC.



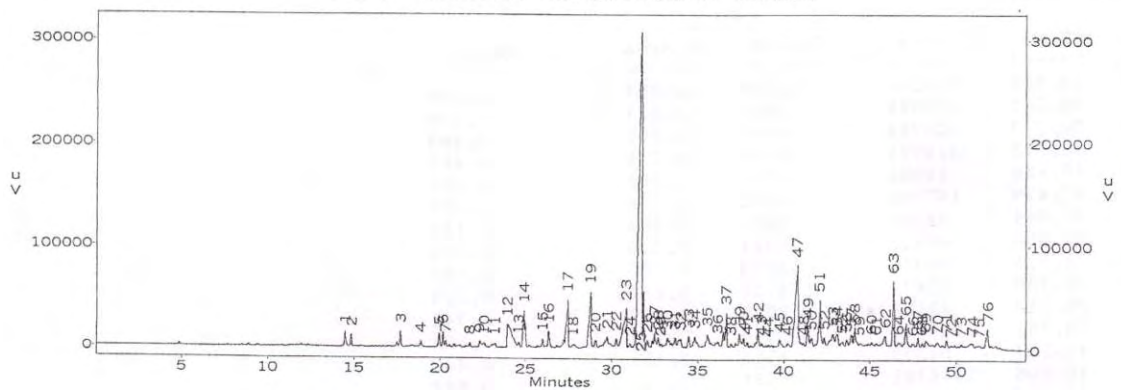
Cromatograma perfil aromático de aceite de café extraído con CO₂- SC a 150 bar y 40°C



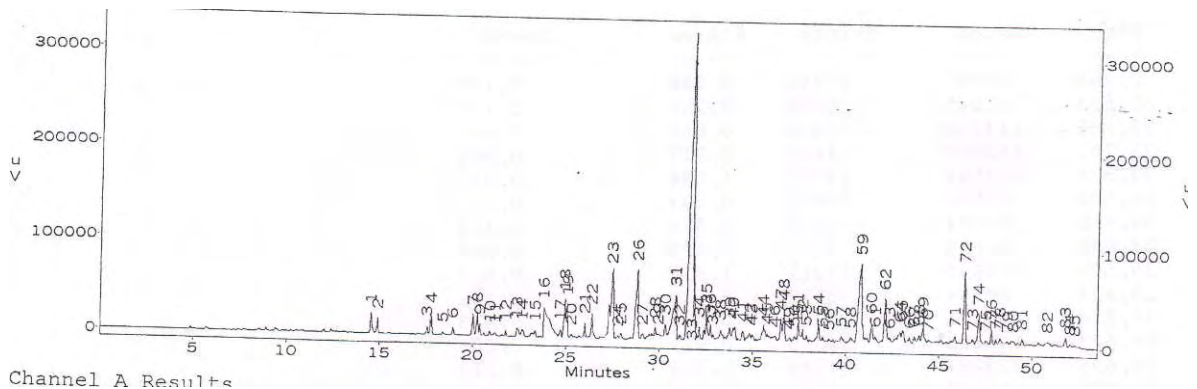
Cromatograma perfil aromático de aceite de café extraído con CO₂- SC a 300 bar y 40°C



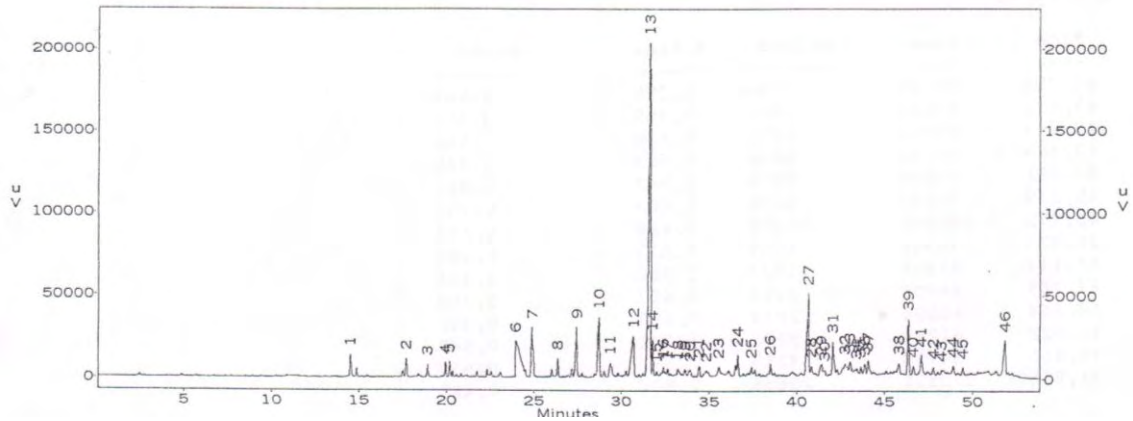
Cromatograma perfil aromático de aceite de café extraído con CO₂- SC a 150 bar y 60°C



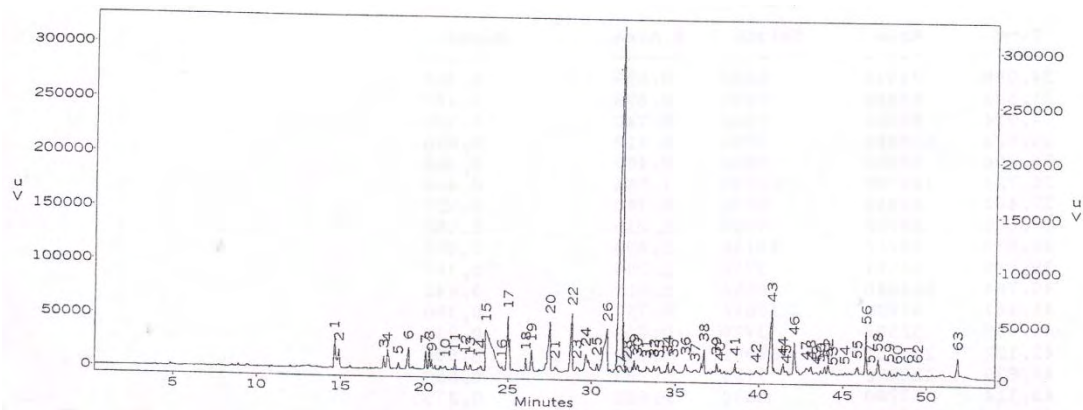
Cromatograma perfil aromático de aceite de café extraído con CO₂- SC a 300 bar y 60°C



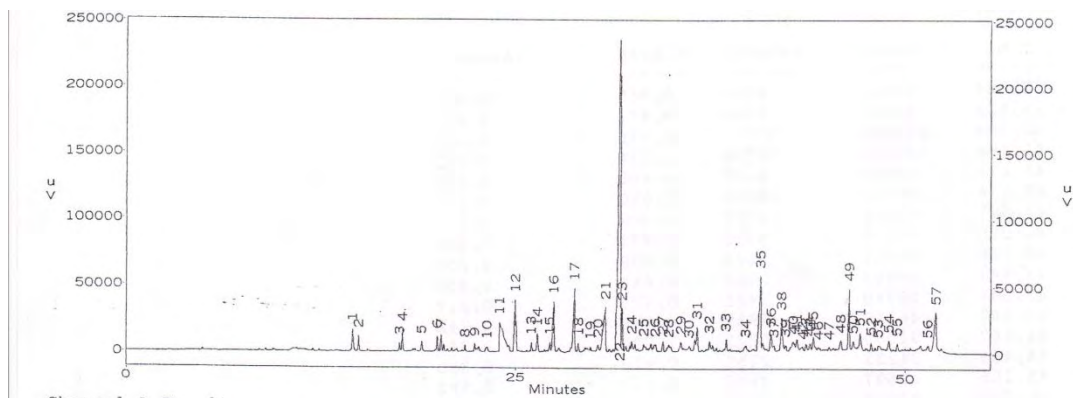
Cromatograma perfil aromático de aceite de café extraído con CO₂- SC a 119 bar y 50°C



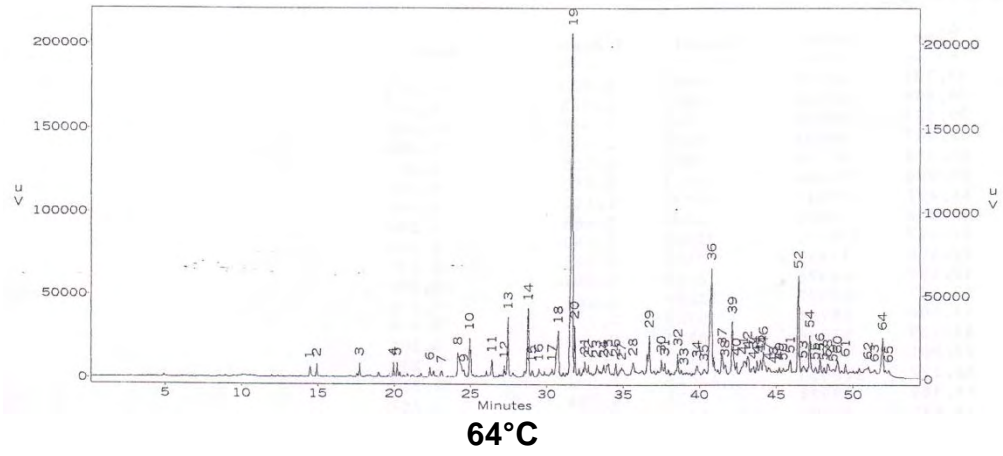
Cromatograma perfil aromático de aceite de café extraído con CO₂- SC a 331 bar y 50°C



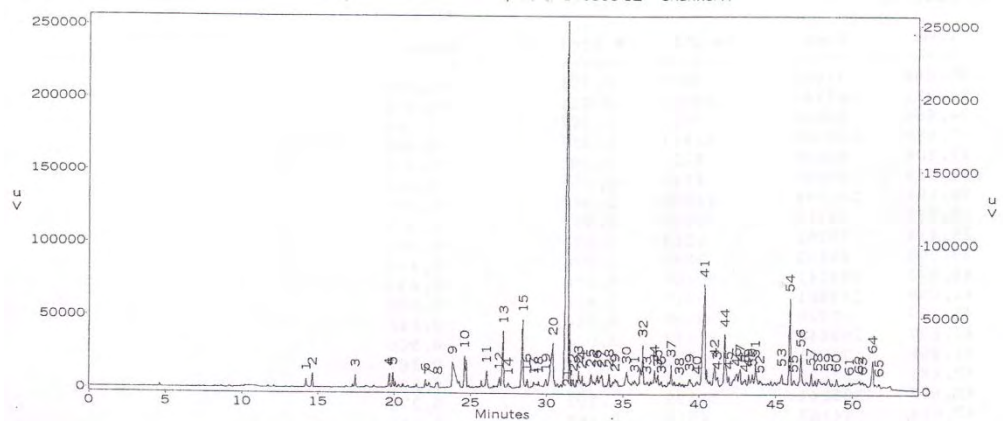
Cromatograma perfil aromático de aceite de café extraído con CO₂- SC a 225 bar y 36°C



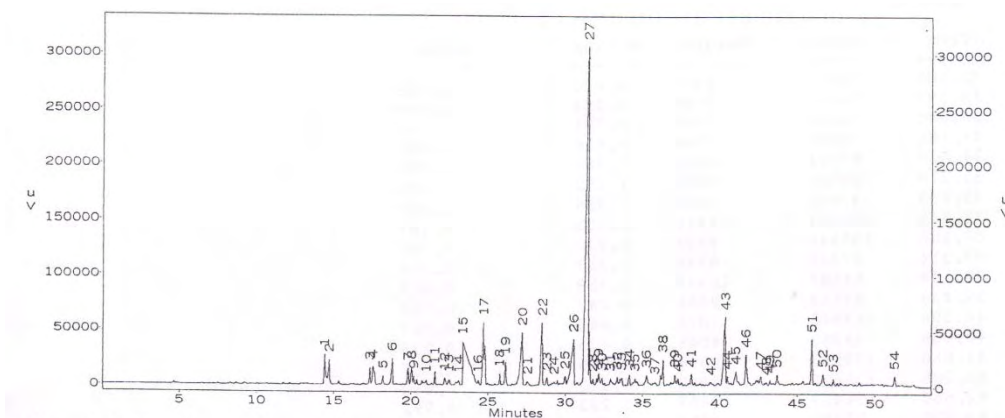
Cromatograma perfil aromático de aceite de café extraído con CO₂- SC a 225 bar y



Cromatograma perfil aromático de aceite de café extraído con CO₂- SC a 225 bar y 50°C



Cromatograma perfil aromático de aceite de café extraído con CO₂- SC a 225 bar y 50°C



Anexo 13. Análisis compuestos volátiles por HS-SPME y GC-MS de aceite de café extraído con CO₂-SC (225, 36°C)



LABORATORIO DE CROMATOGRFIA
UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER



Bucaramanga, 23 de abril de 2013

Doctor
ANDRÉS MAURICIO HURTADO BENAVIDES
Decano
Facultad de Ingeniería Agroindustrial
UNIVERSIDAD DE NARIÑO
Calle 18 con Carrera 50, Torobajo
PASTO – NARIÑO

Estimado doctor Hurtado:

Atentamente me permito enviarle los resultados de la determinación de la composición química volátil (cantidad relativa, % e identificación tentativa) empleando cromatografía de gases con detector selectivo de masas (GC-MS), operado en modo de barrido completo de radiofrecuencia (*full scan*), de la(s) muestra(s) identificada(s) como:

| Identificación UIS | Identificación de la muestra |
|---------------------------|-------------------------------------|
| 983881-01-AI | Muestra. Aceite de café |

Estimado cliente, muy amablemente me permito solicitarle el favor de confirmar la recepción de éste informe de resultados al email labcromauis@yahoo.com, elenastashenko@gmail.com.

Muy cordialmente.

Elena E. Stashenko, Química Ph.D.,
Directora Laboratorio de Cromatografía,
Universidad Industrial de Santander



Certificado
SC 6737-1

| | | |
|---|---|--|
|   | LABORATORIO DE CROMATOGRFÍA UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER | CÓDIGO: 983881-A1 VERSIÓN: 04 |
| | INFORME DE RESULTADOS | Página 1 de 4  |

INFORME DE RESULTADOS DEL ANÁLISIS DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA DE MUESTRAS LÍQUIDAS POR GC-MS

1. DATOS GENERALES

ENTIDAD SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE NARIÑO (Calle 10 con Carrera 11, Torobajo, Pasto-Nariño)

CÓDIGO DE LA(S) MUESTRA(S): Véase Tabla 1

NOMBRE DE LA(S) MUESTRA(S): Véase Tabla 1

FECHA DE RECEPCIÓN DE LA(S) MUESTRA(S): 2013-04-08

ANÁLISIS SOLICITADO(S): Determinación de la composición química (cantidad relativa, % e identificación tentativa) en muestras líquidas

FECHA DE REALIZACIÓN DEL ANÁLISIS: 2013-04-22

2. DESCRIPCIÓN DEL ANÁLISIS

La extracción-concentración simultánea de los compuestos de la fase vapor de las muestras de café se llevó a cabo usando la técnica de microextracción en fase sólida (HS-SPME)¹, monitoreando la fase vapor (*headspace*) con una fibra de sílice fundida recubierta con PDMS/DVB de 65 μm de espesor. La separación y la detección de las sustancias aisladas se realizaron en un cromatógrafo de gases *AT 6890 Series Plus* (Agilent Technologies, Palo Alto, California, EE.UU.), acoplado a un detector selectivo de masas (Agilent Technologies 5975 *Inert XL*), operado en el modo de barrido completo de radiofrecuencia (*full scan*). La columna empleada en el análisis fue DB-5MS (*J & W Scientific*, Folsom, CA, EE.UU.) [5%-fenil-poli(dimetilsiloxano), 60m x 0,25 mm x 0,25 μm]. La inyección se realizó en modo *split* (30:1), con el dispositivo de SPME.

¹ PAWLISZYN JANUSZ, Solid Phase Microextraction. Theory and Practice. Wiley-VCH, Inc. N.Y. 1997.

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL DE LOS DATOS REPORTADOS EN ESTE INFORME DE ANÁLISIS
 LOS DATOS REPORTADOS EN ESTE INFORME DE ANÁLISIS SON VÁLIDOS ÚNICAMENTE PARA LA MUESTRA RECIBIDA.

Carrera 27 - Calle 9, Ciudad Universitaria, Edificio 45, Bloque A Entrada 2A, Piso 2. Teléfono: +7 624 4000 Ext. 1140.
 Línea directa: +7 845 8737. Fax +7 6358210. Celular (315) 879 3885. Bucaramanga, Colombia.
 e-mail: ciencia@ucan.un.edu.co info@ucan.un.edu.co

| | | |
|---|---|--|
|   | LABORATORIO DE CROMATOGRFÍA UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER | CÓDIGO: 983881-AI VERSIÓN: 04 |
| | INFORME DE RESULTADOS | Página 3 de 4  |

Tabla 1. Identificación tentativa y cantidad relativa (%) de los componentes presentes en las muestras enviada(s) por la **UNIVERSIDAD DE NARIÑO**.

| Nº pico | t _r , min | Identificación tentativa | Cantidad relativa, % |
|---------|----------------------|---|---|
| | | | 983881-01-AI Muestra. Aceite de café |
| 1 | 6,14 | Ácido acético | 13,0 |
| 2 | 7,51 | 1-Hidroxi-2-propanona | 1,6 |
| 3 | 8,17 | Ácido propanoico | 0,5 |
| 4 | 8,79 | 3-Hidroxi-2-butanona | 0,4 |
| 5 | 9,81 | 1,3-Diazina | 0,1 |
| 6 | 10,06 | Piridina | 2,7 |
| 7 | 12,55 | Dihidro-2-metil-3(2H)-furanona | 0,7 |
| 8 | 13,33 | Metilpirazina | 1,7 |
| 9 | 13,66 | Furfural | 2,4 |
| 10 | 14,62 | Furfuranol | 29,7 |
| 11 | 15,08 | 1-(Acetiloxi)-2-propanona | 3,2 |
| 12 | 16,90 | Formiato de furfurilo | 0,8 |
| 13 | 17,18 | 1-(2-Furanil)-etanona + Butirolactona | 4,1 |
| 14 | 17,29 | 2,6-Dimetilpirazina | 2,8 |
| 15 | 17,46 | 2-Etilpirazina | 0,4 |
| 16 | 17,55 | 2,3-Dimetilpirazina | 0,2 |
| 17 | 19,34 | C ₉ H ₁₆ O (M ⁺ 130) | 0,7 |
| 18 | 19,50 | 5-Metilfurfural | 5,1 |
| 19 | 20,79 | Acetato de furfurilo | 3,9 |
| 20 | 21,11 | 2,5-Dihidro-3,5-dimetil-2-furanona + 2-Etil-5-metilpirazina | 0,8 |
| 21 | 21,28 | 2,3,5-Trimetilpirazina + 2-Etil-3-metilpirazina | 0,9 |
| 22 | 21,46 | 2-Formil-1-metilpirrol | 0,6 |
| 23 | 21,76 | Pirrol-2-carboxaldehído | 0,9 |
| 24 | 22,24 | Corilona | 1,3 |
| 25 | 22,59 | Limoneno | 0,9 |
| 26 | 23,91 | 2-Acetilpirrol | 1,6 |

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL DE LOS DATOS REPORTADOS EN ESTE INFORME DE ANÁLISIS
 LOS DATOS REPORTADOS EN ESTE INFORME DE ANÁLISIS SON VÁLIDOS ÚNICAMENTE PARA LA MUESTRA RECIBIDA.

Carrera 27 - Calle 9, Ciudad Universitaria, Edificio 45, Bloque A Entrada 2A, Piso 2. Teléfono: +7 854 4000 Ext. 1140.
 Línea directa: +7 845 8737. Fax: +7 8586210. Celular (316) 879 3885. Bucaramanga, Colombia.
 e-mail: gisela@ucsn.us.edu.co, rone@ucsn.us.edu.co



LABORATORIO DE CROMATOGRFIA
UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

CÓDIGO: 983881-AI

VERSIÓN: 04

Página 4 de 4

INFORME DE RESULTADOS

| N° pico | t _R min | Identificación tentativa | Cantidad relativa, % |
|------------|-----------------------|--|---|
| | | | 983881-01-AI Muestra. Aceite de café |
| 27 | 24,46 | 2,6-Dietilpirazina | 1,3 |
| 28 | 24,95 | Guaiacol | 0,9 |
| 29 | 25,17 | C ₇ H ₁₀ O ₂ (M ⁺ 126) | 0,5 |
| 30 | 25,89 | Maltol | 5,5 |
| 31 | 28,48 | 2-(2-Furanilmetil)-5-metil-furano | 0,5 |
| 32 | 28,64 | 1-(2-Furanilmetil)-1H-pirrol | 0,4 |
| 33 | 32,25 | 4-Etil-2-metoxifenol | 0,9 |
| 34 | 32,83 | N.I. (M ⁺ 341) | 0,7 |
| 35 | 33,76 | p-Vinilguaiacol | 5,0 |
| 36 | 38,93 | N.I. (M ⁺ 341) | 0,8 |
| 37 | 49,65 | Cafeína | 2,4 |

N.I.: No identificado.

En el **Anexo** se adjuntan las respectivas corrientes iónicas totales reconstruidas (cromatogramas) obtenidas de la fase vapor monitoreada por HS-SPME de la(s) muestra(s) analizada(s) por GC-MS operado en el modo *full scan*.

Analista a cargo:

Preys Julio Serrano, Químico M.Sc.
Analista

Elaboró:

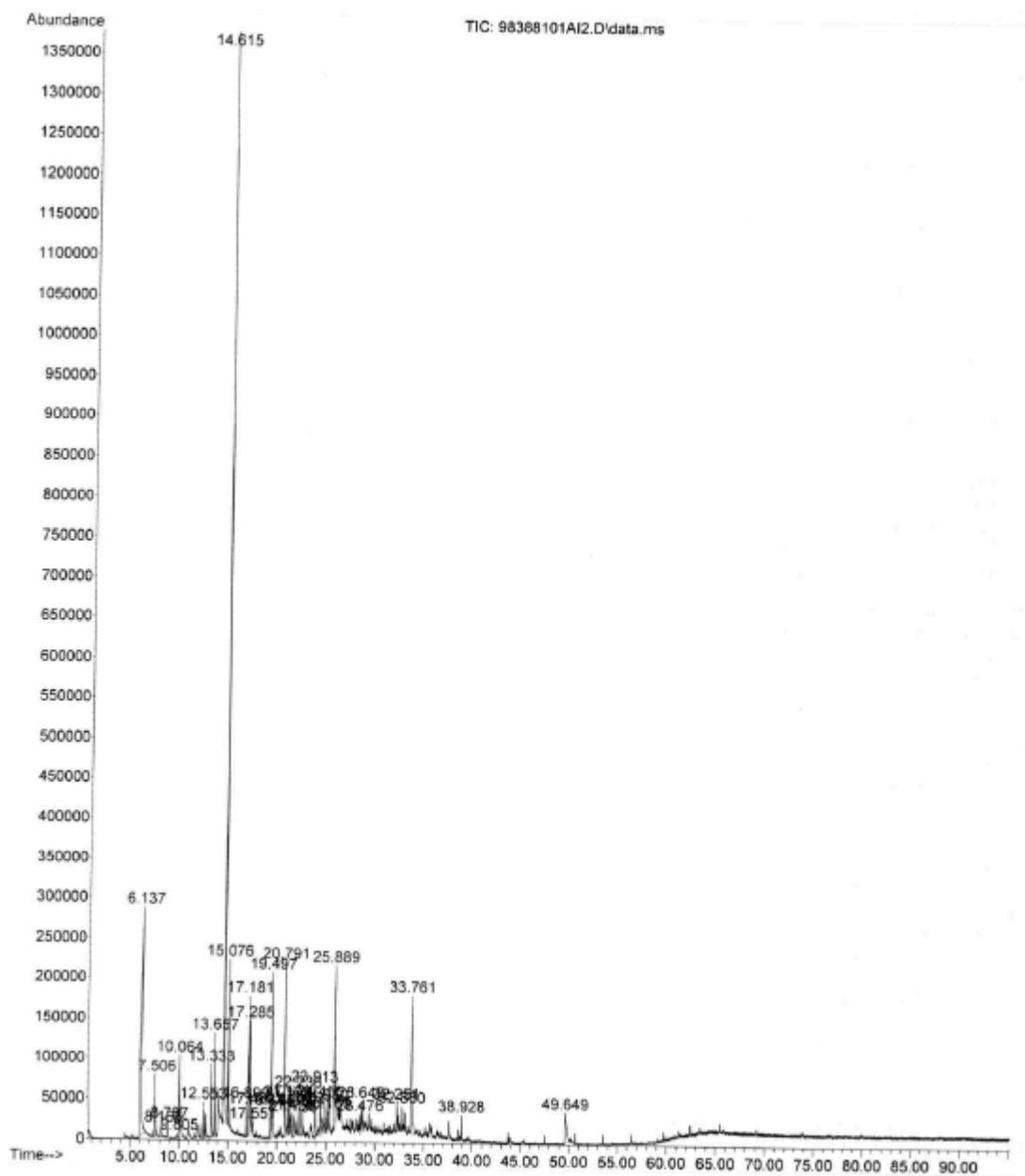
William Salgar Rangel, Químico M.Sc.
Subdirector Técnico

Revisó y autorizó:

Elena E. Stashenko, Química Ph.D.,
Directora Laboratorio de Cromatografía,
Universidad Industrial de Santander

PROHIBIDA LA REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL DE LOS DATOS REPORTADOS EN ESTE INFORME DE ANÁLISIS
LOS DATOS REPORTADOS EN ESTE INFORME DE ANÁLISIS SON VÁLIDOS ÚNICAMENTE PARA LA MUESTRA RECIBIDA.

Carrera 27 - Calle 9, Ciudad Universitaria, Edificio 45, Bloque A Entrada 2A, Piso 2. Teléfono: +57 834 4000 Ext. 1140.
Línea directa: +57 845 6737. Fax: +57 8358210. Celular: (315) 879 3885. Bucaramanga, Colombia.
e-mail: elena@ucian UIS.edu.co, lena@ucian UIS.edu.co



Cromatograma compuestos volátiles por HS-SPME y GC-MS de aceite de café extraído con CO₂-SC (225, 36°C).

Anexo 14. Análisis de la fracción volátil por HS-SPME y GC-MS de muestras de aceite de café extraído por Soxhlet y CO₂-SC (331 bar 36°C).

| | |
|--|--|
| SECCION DE LABORATORIOS INFORME DE RESULTADOS CROMATOGRAFIA | Código: LBE-PRS-FR-165 |
| | Página 1 de 6 |
| | Versión: 01 |
| | Vigente a partir de : 2013/01/11 |

FECHA: 18/09/2013

REPORTE No LC-R-021-13

1. DATOS DEL USUARIO

Solicitante (s): Dr. Andrés Hurtado Benavides
Identificación: Grupo de Investigación Tecnologías Emergentes en Agroindustria (TEA)
Facultad de Ingeniería Agroindustrial- Universidad de Nariño.
Proyecto: Extracción y caracterización de aceite de café de grano verde y tostado utilizando la tecnología con fluidos supercríticos.
Dirección: Universidad de Nariño – Ciudad Universitaria Torobajo
Teléfono: 7314481-7317015
Correo Electrónico: ahurtadob@hotmail.com

2. DATOS DE LAS MUESTRAS

Número de Muestras Solicitadas: Cuatro (3) Tipo de Muestra: Aceite de Café
Descripción de la(s) Muestra(s): Referenciadas en las tablas de resultados
Análisis Solicitado: Análisis de la fracción volátil por HS-SPME Código Muestras: LC-031-13-EM a LC-034-13-EM
Fecha Recepción de las muestras: 15/08/2013
Fecha del Análisis: 16/08/2013

3. DESCRIPCION DEL ANÁLISIS

- 3.1 Equipo: Cromatógrafo de Gases/Espectrómetro de Masas Shimadzu QP2010S
- 3.2 Columna: DB-WAX (J&W Agilent Scientific. 30m x 0,25mm x 0,25µm)
- 3.3 Detector: Selectivo de masas QP2010S (full scan). EI a 70eV
- 3.4 Inyector: Modo de inyección splitless. Inyector a 270°C. Holder SPME (Supelco)

3.5 Análisis de las Muestras: 200 μ L de las muestras de aceite de café se llevaron a viales de 7 mL vidrio ámbar sellados herméticamente. La extracción de los compuestos volátiles de las muestras se realizó con la metodología estandarizada por el Laboratorio de Cromatografía de la Universidad de Nariño, empleando microextracción en fase sólida del espacio de cabeza (HS-SPME). Para el análisis se empleó una fibra SPME de 65 μ m (PDMS/DVB/CARBOXEN, Supelco, Bellefonte, USA.). La identificación tentativa de los compuestos de las muestras de aceite de café se realizó por comparación de los espectros de masas, empleando la base de datos NIST y Adams (2004).

4. RESULTADOS

Los resultados del análisis de las muestras de aceite de café por HS-SPME se registran en las tablas 1 a 3



Universidad de
Nariño

SECCION DE LABORATORIOS
INFORME DE RESULTADOS CROMATOGRAFIA

Código: LBE-PRS-FR-165


Página 2 de 6

Versión: 01

Vigente a partir de :
2013/01/11

Tabla N° 1. Análisis de la composición volátil aceite de café extraído con CO₂-SC mediante HS-SPME y GC-MS. Muestras No 1. Aceite de a partir de café tipo consumo (225 bar, 36 °C) y No 2. Aceite de café tipo excelso (331 bar, 36 °C).

| No | Tiempo de Retención (min) | Identificación Tentativa | Cantidad relativa % de área M1 | Cantidad relativa % de área M2 |
|----|---------------------------|------------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| 1 | 13,233 | Piridina | 2,8 | 3,3 |
| 2 | 16,119 | Dihidro-2-metil-3(2H)- | 0,6 | 0,6 |
| 3 | 16.347 | Metilpirazina | 1,9 | 2,4 |
| 4 | 16.909 | 3-Hidroxi-2-butanona | 0,3 | 0,5 |
| 5 | 17.424 | 1-Hidroxi-2-propanona | 2,1 | 3,1 |
| 6 | 18.643 | 2,5-Dimetilpirazina | 1,0 | 1,1 |
| 7 | 18.870 | 2,6-Dimetilpirazina | 1,8 | 0,9 |
| 8 | 22.374 | Ácido Acético | 19,8 | 21,7 |
| 9 | 23.317 | Furfural | 3,9 | 2,3 |
| 10 | 23.473 | 1-(Acetiloxi)-2- | 3,7 | ND |
| 11 | 24.468 | Furfuril Formiato | 0,7 | 0,8 |
| 12 | 24.762 | 2-Acetilfurano | 1,5 | 1,6 |
| 13 | 25.885 | Furanmetanol Acetato | 4,6 | 4,8 |
| 14 | 27.058 | 5-Metil-2- | 3,9 | 3,8 |
| 15 | 27,618 | Dimetilsulfoxido | 5,1 | 1,3 |
| 16 | 28.213 | 2-furfurilfurano | 0,2 | 0,5 |
| 17 | 28,6 | 2-Formil-1-metilpirrol | 0,4 | 0,5 |
| 18 | 28.848 | NI | 4,0 | 4,3 |
| 19 | 29.945 | Furanmetanol | 12,1 | 14,2 |
| 20 | 30.124 | Acido 3- | 2,5 | 3,4 |
| 21 | 30.891 | 2-Acetil-3- | 0,3 | 0,3 |
| 22 | 31.945 | Ácido Butanoico | 1,4 | 0,6 |
| 23 | 32.180 | 2,5-Dihidro-3,5-dimetil-2- | 0,5 | 0,4 |
| 24 | 33.158 | 2-Propionilfurano | 0,2 | 0,6 |
| 25 | 34.800 | 2-Hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1- | 1,7 | 2,0 |
| 26 | 35.583 | Guaiacol | 0,6 | 0,7 |
| 27 | 38.640 | Maltol | 5,6 | 6,4 |
| 28 | 38.987 | Difurfuril éter | 0,3 | 0,4 |
| 29 | 39.480 | 2-Acetilpirrol | 0,6 | 0,8 |
| 30 | 40.035 | Pirrol-2- | 1,8 | 2,0 |

| | | |
|---|---|-------------------------------------|
|  Universidad de Nariño | SECCION DE LABORATORIOS INFORME DE RESULTADOS CROMATOGRAFIA | Código: LBE-PRS-FR- |
| | | Página 3 de 6 |
| | | Versión: 01 |
| | | Vigente a partir de : 2013/01/11 |

Continuación Tabla No 1.


| No. | Tiempo de Retención (min) | Identificación Tentativa | Cantidad relativa % de área M1 | Cantidad relativa % de área M2 |
|-----|---------------------------|---------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| 31 | 40.900 - 40.983 | γ-decalactona + impurezas | 1,3 | 0,8 |
| 32 | 42.060 | 2-Formil-1-metilpirrol | 0,3 | 0,4 |
| 33 | 44.302 | 4-Vinilguaiacol | 1,2 | 2,5 |
| 34 | 45,895 | Octadecano | 1,0 | ND |
| 35 | 49.517 | Pirrol-2-aldehido | 0,9 | 1,0 |
| 36 | 51,184 | 5-Hidroximetil-furfural | 0,7 | 0,4 |

N.I = No Identificado

ND = No detectado

Tabla N° 2. Análisis de la composición volátil aceite de café HS-SPME por GC-MS Muestra N° 3. Aceite de café de grano tostado y molido extraído por soxhlet

| No | Tiempo de Retención (min) | Identificación tentativa | Cantidad relativa % de área |
|----|---------------------------|-------------------------------|-----------------------------|
| 1 | 13,074 | Piridina | 0,2 |
| 2 | 15.189 | 3-Metil-3-buten-1-ol | 0,6 |
| 3 | 16.347 | Metilpirazina | 0,8 |
| 4 | 18.562 | 2,5-Dimetilpirazina | 0,6 |
| 5 | 18,804 | 2,6-Dimetilpirazina | 0,4 |
| 6 | 20.942 | 2-Etil-5-metilpirazina | 0,4 |
| 7 | 21,16 | 2-Etil-6-metilpirazina | 0,2 |
| 8 | 21.650 | 2,3,5-Trimetilpirazina | 0,5 |
| 9 | 22.892 | Ácido Acético | 0,5 |
| 10 | 23.315 | Furfural | 3,1 |
| 11 | 23.435 | 1-(Acetiloxi)-2-propanona | 1,1 |
| 12 | 24.757 | 2-Acetilfurano | 1,4 |
| 13 | 25.893 | Furanmetanol Acetato | 4,6 |
| 14 | 27.061 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido | 5,3 |
| 15 | 27,881 | 2-Furanmetanol propanoato | 0,7 |
| 16 | 28.214 | 2-furfurilfurano | 0,5 |
| 17 | 28,551 | 2-Formil-1-metilpirrol | 0,7 |
| 18 | 28,73 | N.I | 1,0 |
| 19 | 29.841 | Furanmetanol | 7,5 |

| | | |
|--|---|-------------------------------------|
|  Universidad de Nariño | SECCION DE LABORATORIOS INFORME DE RESULTADOS CROMATOGRAFIA | Código: LBE-PRS-FR- |
| | | Página 4 de 6 |
| | | Versión: 01 |
| | | Vigente a partir de : 2013/01/11 |

Continuación **Tabla No 2.**

| No | Tiempo de Retención (min) | Identificación tentativa | Cantidad relativa % de área |
|-----------|----------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| 20 | 30.092 | Ácido 3-metilbutanoico | 2,3 |
| 21 | 30,57 | N.I | 0,9 |
| 22 | 30.897 | 2-Acetil-3-metilpirazina | 0,5 |
| 23 | 32.197 | 2,5-Dihidro-3,5-dimetil-2-furanona | 1,0 |
| 24 | 33.174 | 2-Propionilfuranol | 0.3 |
| 25 | 33,787 | N.I | 1,1 |
| 26 | 34,761 | N-furfurilpirrol | 1,9 |
| 27 | 35.592 | Guaiacol | 1,3 |
| 28 | 38.590 | Maltol | 1,7 |
| 29 | 38,683 | N.I | 2,6 |
| 30 | 39 | Difurfuril éter | 1,2 |
| 31 | 39.485 | 2-Acetilpirrol | 0,9 |
| 32 | 40.030 | Pirrol-2-carboxialdehido | 1,5 |
| 33 | 40,229 | 4-Etil-2-metoxifenol | 0,6 |
| 34 | 42.066 | 2-Formil-1-metilpirrol | 0,8 |
| 35 | 44.318 | 4-Vinilguaiacol | 4,2 |
| 36 | 48,809 | Ácido Palmítico | 37,6 |

N.I = No Identificado



| | | |
|---|--|--|
|  Universidad de Nariño | SECCION DE LABORATORIOS INFORME DE RESULTADOS CROMATOGRAFIA | Código: LBE-PRS- |
| | | Página 5 de 6 |
| | | Versión: 01 |
| | | Vigente a partir de : 2013/01/11 |

Tabla N° 3. Análisis de la composición volátil aceite de café extraído con CO₂-SC mediante HS-SPME por GC-MS Muestra N° 4. Aceite a partir de café excelso

| No | Tiempo de Retención (min) | Identificación tentativa | Cantidad relativa % de área |
|----|---------------------------|------------------------------------|-----------------------------|
| 1 | 13,144 | Piridina | 0,8 |
| 2 | 16.300 | Metilpirazina | 0,5 |
| 3 | 18.548 | 2,5-Dimetilpirazina | 0,5 |
| 4 | 18,772 | 2,6-Dimetilpirazina | 0,3 |
| 5 | 20.926 | 2-Etil-5-metilpirazina | 0,3 |
| 6 | 22.714 | Ácido Acético | 14,0 |
| 7 | 23.284 | Furfural | 1,7 |
| 8 | 23.416 | 1-(Acetiloxi)-2-propanona | 1,4 |
| 9 | 24.738 | 2-Acetilfurano | 0,8 |
| 10 | 25.855 | Furanmetanol Acetato | 3,3 |
| 11 | 26,996 | 5-Metil-2-Furancarboxaldehido | 2,3 |
| 12 | 28,725 | N.I | 3,3 |
| 13 | 29.840 | Furanmetanol | 20,4 |
| 14 | 30.087 | Ácido 3-metilbutanoico | 1,7 |
| 15 | 32.197 | 2,5-Dihidro-3,5-dimetil-2-furanona | 1,0 |
| 16 | 33.020 | 2-Propionilfurano | 1,5 |
| 17 | 33,796 | N.I | 0,9 |
| 18 | 34,77 | N-furfurilpirrol | 1,9 |
| 19 | 35.579 | Guaiacol | 0,6 |
| 20 | 38.574 | Maltol | 6,1 |
| 21 | 38,65 | N.I | 3,0 |
| 22 | 39.480 | 2-Acetilpirrol | 2,6 |
| 23 | 40.020 | Pirrol-2-carboxialdehido | 2,9 |
| 24 | 40,331 | 4-Etil-2-metoxifenol | 0,8 |
| 25 | 40,987 | γ-decalactona | 0,9 |
| 26 | 42.047 | 2-Formil-1-metilpirrol | 0,5 |
| 27 | 44.296 | 4-Vinilguaiacol | 1,0 |
| 28 | 48,85 | Ácido Palmítico | 4,7 |

N.I = No Identificado

| | | |
|---|--|--|
|  Universidad de Nariño | SECCION DE LABORATORIOS INFORME DE RESULTADOS CROMATOGRAFIA | Código: LBE-PRS- |
| | | Página 6 de 6 |
| | | Versión: 01 |
| | | Vigente a partir de : 2013/01/11 |

Anexos:

Corrientes iónicas totales de las muestras 1 a 4 de aceite de café.

5. OBSERVACIONES

- Los resultados del presente informe aplican únicamente para las muestras entregadas al Laboratorio.
- Los resultados descritos en este informe son confidenciales y de propiedad del solicitante

Cordialmente.

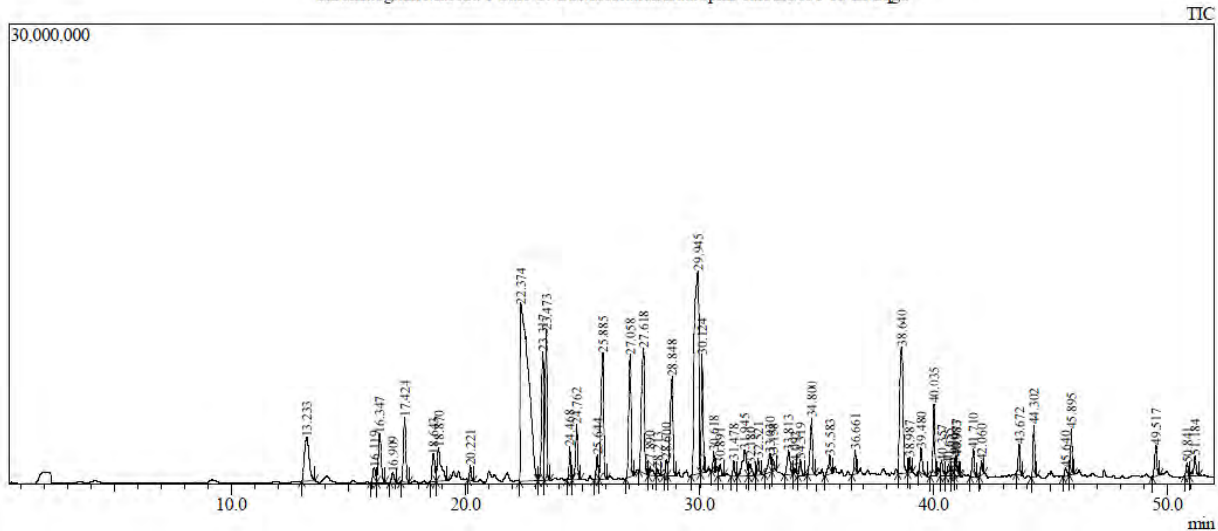
Original Firmado
 Qco. David Arturo Perdomo
 Laboratorio de Cromatografía Universidad de Nariño

Elaboró: David Arturo Perdomo-
 Laboratorio de Cromatografía
 Revisó: Juan Pablo Jiménez-
 Laboratorio de Cromatografía
FIN DEL REPORTE

UNIVERSIDAD DE NARIÑO
SECCION DE LABORATORIOS
LABORATORIO DE CROMATOGRAFIA

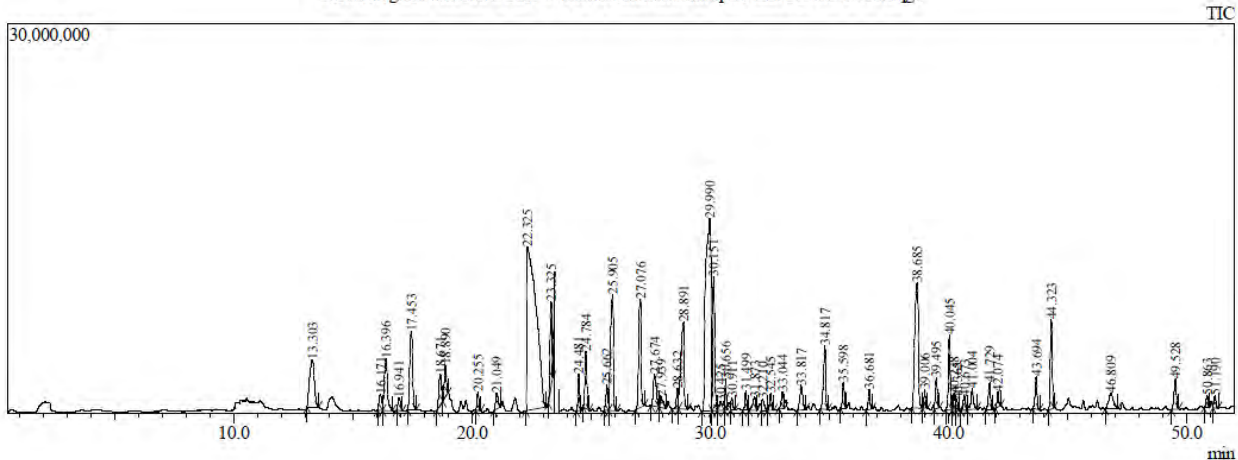
ANALISIS SPME ACEITE DE CAFE MUESTRA 1

Chromatogram Muestra 1 Cafe C:\GCMsolution\Data\spme cafe\LC031-13-EM.ggd



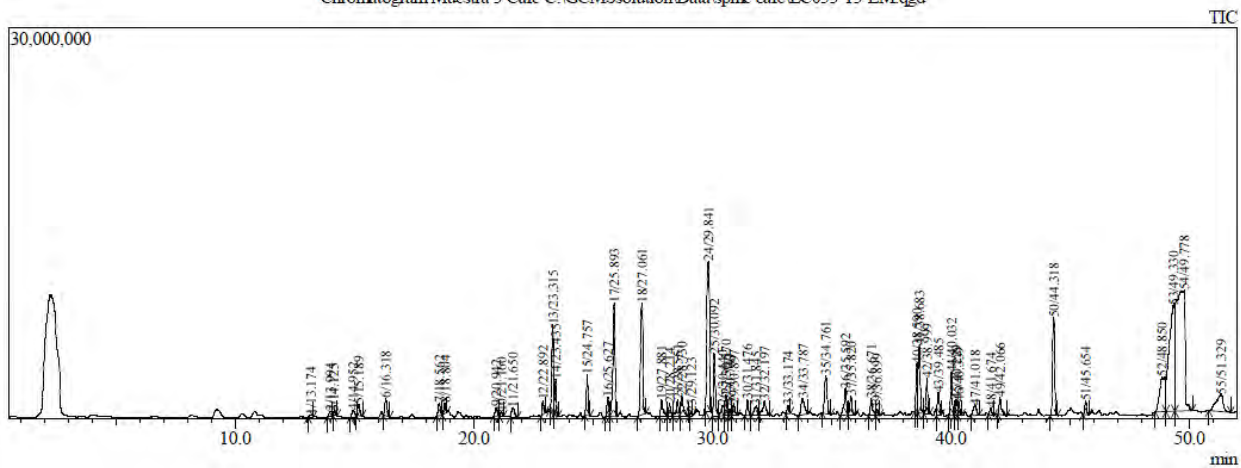
ANALISIS SPME ACEITE DE CAFE MUESTRA 2

Chromatogram Muestra 2 Cafe C:\GCMsolution\Data\spme cafe\LC032-13-EM.ggd



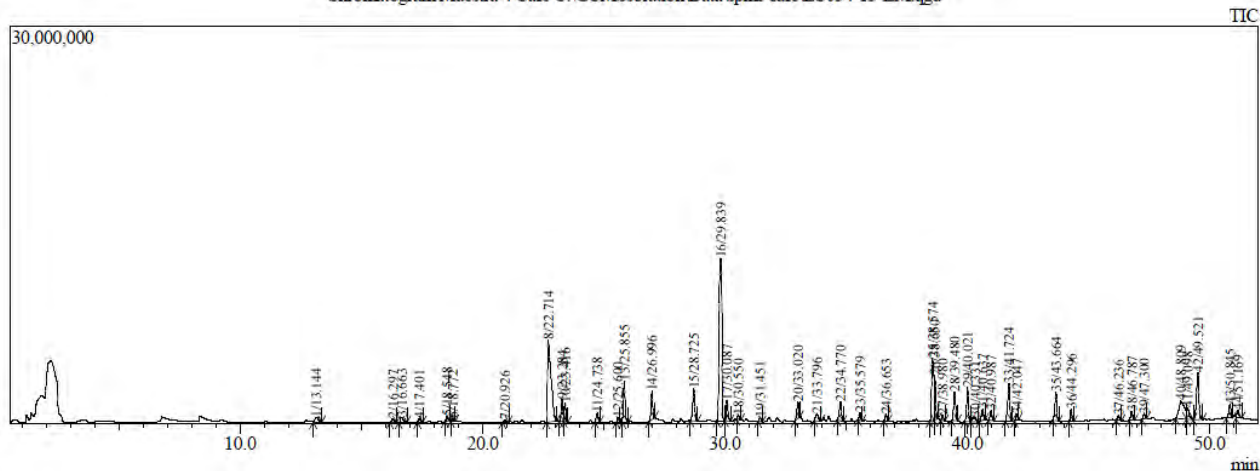
ANALISIS SPME ACEITE DE CAFE MUESTRA 3

Chromatogram Muestra 3 Café C:\GCMSsolution\Data\spme cafe\LC033-13-EM.qgd



ANALISIS SPME ACEITE DE CAFE MUESTRA 4

Chromatogram Muestra 4 Café C:\GCMSsolution\Data\spme cafe\LC034-13-EM.qgd



Anexo 15. Resultados promedio de análisis sensorial de los aceites de café extraídos bajo diferentes condiciones de extracción con CO₂-SC

| P (Bar) | T (°C) | Fragancia | Sabor | sabor residual | Acidez | Cuerpo | Balance | Uniformidad | Dulzor | Taza limpia | Puntaje catador | Puntaje total | Notas |
|---------|--------|-----------|-------|----------------|--------|--------|---------|-------------|--------|-------------|-----------------|---------------|--|
| 150 | 40 | 7 | 6.5 | 6.5 | 6 | 6.5 | 6.5 | 10 | 0 | 0 | 6 | 55 | Chocolate caramelo, amargo, |
| 300 | 40 | 7.5 | 6.5 | 7.25 | 7 | 8.75 | 6 | 10 | 0 | 10 | 7 | 70 | Panela, malta, ácido a cítrico |
| 150 | 60 | 8 | 7.5 | 7.5 | 8 | 7.5 | 7 | 10 | 10 | 10 | 7 | 83 | Caramelo, cereza, frutos rojos, dulce, ácido, sabor residual, astringente vino |
| 300 | 60 | 8.5 | 8 | 7 | 8 | 8 | 7 | 10 | 10 | 10 | 7.75 | 84 | Miel, floral, cítrico, almendras, prevalece el sabor a cítrico, cremoso, falta dulzor. |
| 119 | 50 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 0 | 6 | 6 | 54 | Cedro, pino, |

| | | | | | | | | | | | | | |
|-----|----|---|-----|------|-----|-----|---|----|----|----|-----|----|---|
| | | | | | | | | | | | | | maderoso |
| 331 | 50 | 9 | 7.5 | 8 | 7.5 | 8 | 7 | 10 | 10 | 10 | 8.5 | 86 | Mantequilla, vainilla, avellanas, dulce, meloso, amargo intenso, acido |
| 225 | 36 | 7 | 7 | 6.75 | 7 | 7.5 | 6 | 10 | 10 | 0 | 7 | 68 | Chocolate intenso, caramelo, |
| 225 | 64 | 9 | 8 | 8 | 8 | 8 | 7 | 10 | 10 | 10 | 8 | 86 | Mantequilla, caramelo, durazno, dulce agradable (perdura), cítrico perdurable |
| 225 | 50 | 8 | 7 | 7.5 | 7 | 6.5 | 6 | 10 | 10 | 10 | 6 | 79 | Caramelo, floral, delicado, clavo de olor, picante, bajo dulzor |

Anexo 16. Resultados promedio de análisis sensorial de los aceites de café extraídos a partir de café excelso y tipo consumo local con CO₂-SC (331bar, 36°C)

| P (Bar) | T (°C) | Tipos de café | Fragancia | Sabor | sabor residual | Acidez | Cuerpo | Balance | Uniformidad | Dulzor | Taza limpia | Puntaje catador | Total | Notas |
|---------|--------|---------------|-----------|-------|----------------|--------|--------|---------|-------------|--------|-------------|-----------------|-------|--|
| 36 | 331 | Excelso | 9 | 7,5 | 8 | 7,5 | 8,75 | 7 | 10 | 10 | 10 | 8,5 | 86 | Chocolate caramelo, mantequilla avellanas, dulce, meloso |
| 36 | 331 | Consumo local | 7 | 6,5 | 6,5 | 6 | 6,5 | 6,5 | 10 | 0 | 0 | 6 | 55 | chocolate caramelo, amargo, moho, tierra, bajo aroma |

Anexo 17. Resultados promedio de análisis sensorial de café excelso y consumo local después de la extracción con CO₂-SC (331bar, 36°C)

| P (Bar) | T (°C) | Tipos de café | Fragancia | Sabor | sabor residual | Acidez | Cuerpo | Balance | Uniformidad | Dulzor | Taza limpia | Puntaje catador | Total | Notas |
|----------------|---------------|----------------------|------------------|--------------|-----------------------|---------------|---------------|----------------|--------------------|---------------|--------------------|------------------------|--------------|--|
| 36 | 331 | Excelso | 7,75 | 6 | 6 | 6 | 6,7 | 6 | 10 | 10 | 0 | 6,7 | 65 | Chocolate, dulce, cereal, envejecido |
| 36 | 331 | Consumo local | 7,5 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 10 | 0 | 0 | 6 | 54 | Mantequilla, amargo, cereal, a pan tostado |

