

**UNIVERSIDAD CATOLICA DE MANIZALES
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
INGENIERIA AMBIENTAL**

**Luisa María Márquez Cadavid
Briana Valentina Ledesma Chiquito**

**VALORIZACIÓN DE RESIDUOS DE AGUAMIEL DEL CAFÉ
PARA LA OBTENCIÓN DE POLISACÁRIDOS**

**Manizales - Caldas
2020**

**VALORIZACIÓN DE RESIDUOS DE AGUAMIEL DEL CAFÉ
PARA LA OBTENCIÓN DE POLISACÁRIDOS**

**Luisa María Márquez Cadavid
Briana Valentina Ledesma Chiquito**

**Trabajo de investigación presentado como requisito para optar el título de:
Ingeniero Ambiental**

Jhuliana Marcela Gallego Ríos
Docente – Tutor

Wilmar Osorio Viana
Tutor

Línea de Investigación:
Medio Ambiente

Universidad católica de Manizales
Facultad de Ingeniería y Arquitectura
Programa de Ingeniería Ambiental Trabajo de grado
Manizales, Colombia
2020

DEDICATORIA

*A Dios, por ser nuestro guía en cada
Situación difícil que se nos presentó.*

*A nuestros padres, quienes siempre estuvieron
Apoyándonos en los momentos difíciles
Que pasamos al realizar nuestro
Estudio y nunca dieron un paso atrás a pesar
De las dificultades que se presentaron a lo largo del
Proceso de nuestra formación universitaria.*

AGRADECIMIENTOS

A nuestra tutora, Jhuliana Gallego Ríos y al Asesor Wilmar Osorio Viana, por el apoyo y orientación constante, por la disposición a lo largo de la elaboración de nuestro trabajo, a pesar de sus ocupaciones personales, ya que sin sus conocimientos no hubiese sido posible realizar esta investigación.

A Leidy y a Laura por ser parte de este logro que con su amor nos brindaron su apoyo incondicional no solo como personas, sino como profesionales.

A la Universidad Católica de Manizales por su formación Humano Cristiana y por permitir realizar la investigación en las instalaciones del Laboratorio.

RESUMEN

El agua miel es el resultado del lavado del beneficio húmedo del café, esta agua contiene materia orgánica que en muchas ocasiones puede ser utilizada como un abono, sin embargo puede contener características ácidas que pueden afectar la flora y la fauna del entorno donde se depositen. El agua miel contiene tipos de azúcares diferentes, por este motivo se quiso extraer un polisacárido que constituye un 33% al mucilago del café, éste polisacárido es de tipo pectina que está presente en la pared celular de las plantas y algunos frutos. Para extraer este polisacárido (pectina) se tomaron varias muestras de agua miel de café que provienen del desmucilaginado mecánico de la finca EL CONTENIDO en el municipio de San José Caldas. Para llevar a cabo la extracción de las pectinas se realizó una hidrólisis ácida en un equipo digestor de reflujo cerrado del laboratorio de calidad de aguas en la Universidad Católica de Manizales- Colombia.

La recolección y el almacenamiento de las muestras se conservaron por medio de una cadena de frío para así evitar una alteración de las propiedades fisicoquímicas del agua. En la hidrólisis ácida se realizó el montaje de once ensayos en el equipo digestor, esto con el fin de hacer un diseño factorial de 2^3 con tres puntos centrales donde se analizaron las variables independientes que en este caso fueron: pH, Temperatura y tiempo; y las variables de respuesta analizadas fueron las características de la pectina como el contenido de Ácido Anhidro-Galacturónico (%AAG), Peso Equivalente (PE), contenido de Metoxilo (%Metoxilo), Grado de Esterificación (GE) y Acidez Libre (AL). Después de haber realizado el diseño experimental con los once ensayos, se determinó que el ensayo que tuvo mejores condiciones fue el ensayo nueve con un pH de 2.5, tiempo de 45 minutos y un valor de temperatura de 75°C, en cuanto a las características de la pectina el valor del rendimiento de

ésta fue 0.13%, Peso Equivalente de 3666.67 mg/meq, acidez libre de 0.33 meq g carboxilo libre/g, contenido de Metoxilo de 13.78%, Grado de Esterificación de 93.30 % y un porcentaje de Ácido Galacturónico de 293.33 con estos resultados se obtuvo valores similares a referencias encontradas. Por último con el producto obtenido se realizó un test de jarras para evaluar su capacidad como coagulante.

Palabras clave: pectina, mucílago del café, valorización de residuos, desmucilagador, hidrólisis, diseño experimental, coagulación.

SUMMARY

Honey water is the result of washing the moist benefit of coffee, this water contains organic matter that can be used as a fertilizer, however it may contain acid characteristics that can affect the flora and fauna of the environment where they are deposited. Honey water contains different types of sugars, for this reason we wanted to extract a polysaccharide that constitutes 33% of the coffee mucilage, this polysaccharide is a pectin type that is presented in the cellular wall of plants and some fruits. To extract this polysaccharide (pectin), several samples of honey coffee water were taken from the mechanical demucilaginate of the EL CONTENTO farm in the municipality of San José Caldas. To carry out the extraction of the pectins, an acid hydrolysis was performed in a closed reflux digester of the water quality laboratory at the Catholic University of Manizales - Colombia.

The collection and storage of the samples were preserved by means of a cold chain in order to avoid an alteration of the physicochemical properties of the water. In the acid hydrolysis, eleven trials were assembled in the digestive equipment, this, in order to make a factorial design of 2^3 , with three central points where the independent variables that were analyzed in this case are: pH, Temperature and time; and the response of the analyzed variables were the characteristics of pectin such as the content of Anhydro-Galacturonic Acid (% AAG), Equivalent Weight (PE), Methoxyl content (% Methoxyl), Degree of Esterification (GE) and Free Acidity (AL). After having carried out the experimental design with the eleven tests, it was determined that the test that had the best conditions was test nine with a pH of 2.5, time of 45 minutes and a temperature value of 75 ° C, in terms of the characteristics of the pectin, the yield value of this item was 0.13%, Equivalent Weight of 3666.67 mg / meq,

free acidity of 0.33 meq g free carboxyl / g, Methoxyl content of 13.78%, Esterification Degree of 93.30% and a percentage of Acid Galacturonic of 293.33, with these results obtained similar values to the references that were found. Finally, with the product obtained, a jug test was carried out to evaluate its capacity as a coagulant.

Keywords: pectin, coffee mucilage, waste recovery, demucilage, hydrolysis, experimental design, coagulation.

Contenido

1. INTRODUCCIÓN.....	1
1.OBJETIVOS	5
2.1 Objetivo general.....	5
2.2 Objetivos específicos.....	5
2. MARCO REFERENCIAL.....	5
2.1 ANTECEDENTES.....	5
3. MARCO TEÓRICO.....	8
4.1 CARACTERÍSTICAS DE LA PRODUCCIÓN DEL CAFE.....	9
4.1.1 EVOLUCIÓN DE VARIABLES CAFETERAS.....	12
4.1.2 ESTADÍSTICAS DE LA INDUSTRIA CAFETERA A NIVEL MUNDIAL	13
4.2 ESTRUCTURA DEL FRUTO DEL CAFE	14
4.3 BENEFICIO ECOLÓGICO DEL CAFÉ	17
4.3.1 FERMENTACIÓN DEL GRANO.....	18
4.3.2 LAVADO DEL CAFÉ FERMENTADO	19
4.3.3 SECADO.....	19
4.4. AGUAMIEL	20
4.6 MUCÍLAGO.....	21
5. PROCESOS ALTERNATIVOS PARA TRATAR AGUAS MIELES.....	23
5.1 TRATAMIENTOS BIOLÓGICOS.....	23
5.2 PLANTAS ACUÁTICAS	24
5.3 SISTEMAS FILTRO.....	24
6. LOS POLISACARIDOS.....	25

7.La Pectina	25
7.1 Pectinas de alto metoxilo	27
7.2 Pectinas de bajo metoxilo	28
8. Propiedades físicas	29
9. Propiedades Químicas	30
9.1 Viscosidad	30
9.2. Acidez	30
9.3 Peso Molecular	31
9.4 Acción de los ácidos	31
9.5 Acción de las bases	31
9.6 Contenido de Humedad	32
9.7 Peso Equivalente	32
9.8 Acidez Libre (AL)	33
9.9 Acido D-galacturónico	34
9.10 Porcentaje de Metoxilo	34
9.11 Grado de esterificación (GE)	34
10. Aplicación Industrial de la Pectina	35
11. METODOS DE EXTRACCIÓN DE PECTINA	37
11 .1 EXTRACCIÓN POR MEDIO DE HIDRÓLISIS ÁCIDA	37
11.2 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS (EAM)	39
12. COAGULANTES A PATIR DE POLISACARIDOS	40
13. JUSTIFICACIÓN	42
14. METODOLOGÍA	43

14.1 OBTENCIÓN Y PREPARO DE LA MUESTRA	43
14.2 Caracterizar fisicoquímicamente el residuo de aguamiel del café.	44
14.2.1 Determinación del pH	45
14.2.2 Determinación de Turbiedad	45
14.2.3 Determinación de la Conductividad	45
14.2.4 Determinación de Sólidos Totales SST	46
15. Proponer y probar experimentalmente un protocolo para la valorización del residuo. 46	
15.1 Precipitación	48
16. Caracterizar fisicoquímicamente el producto obtenido.	49
16.1 Contenido de Humedad:	49
16.2 Contenido de Cenizas	
16.3 Determinación del peso equivalente (PE) y acidez libre (AL)	49
16.4 Determinación del porcentaje de metoxilo y grado de esterificación	50
16.5 Determinación Porcentaje de ácido anhídrido galacturónico (AAG):	51
16.6 Determinación del rendimiento de pectina:	52
16.7 Almacenamiento:	52
17. Evaluación del producto como coagulante:	52
18. Diseño Experimental	53
19. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	58
19.1 CARACTERIZACIÓN AGUA MIEL	58
19.2 EXTRACCIÓN DE PECTINAS- DISEÑO EXPERIMENTAL	59
19.3 PRUEBA DE JARRAS	69
20. CONCLUSIONES	74

21. RECOMENDACIONES	75
BIBLIOGRAFIA	76

1. INTRODUCCIÓN

Actualmente, la valorización de residuos resulta un elemento relevante en el ciclo económico para la obtención de productos, de acuerdo con esto se ha dado un giro en los sistemas productivos de países como Colombia, donde la economía lineal tradicional busca una transición a la economía circular. En el departamento de Caldas, considerado uno de los mayores territorios agrícolas y agroindustriales del país, se ha enfocado en los últimos años se ha en maximizar la producción de sus productos más tradicionales, entre ellos, café, aguacate, caña de azúcar, plátano, cacao, maíz y frutales de clima frío; esto, mediante nuevos procesos mecanizados que además han permitido mejorar su eficiencia. La alta producción, igualmente, ha generado mayor volumen de residuos, los cuales en su mayoría son ricos en compuestos de alto valor químico y bioquímico.

La industria ha planteado la búsqueda de nuevos procesos de producción, con mayor eficiencia y bajo impacto en el medio ambiente. En este sentido, se ha creado la necesidad de disminuir la explotación de los recursos naturales aprovechando los residuos generados en la industria misma (Salamanca, 2012). Motato, Mejía y León (2006) plantean que el aprovechamiento de los residuos o subproductos no solo contribuye a disminuir la explotación de recursos, sino que genera un enorme impacto en la disminución de la contaminación y degradación del ecosistema, lo que evita una disposición final inadecuada, como en los casos de las quemadas, el uso en rellenos sanitarios o el vertimiento a fuentes hídricas.

Se han encontrado estudios que demuestran que los residuos de café pueden ser valorizados en la industria. Los subproductos que se derivan son la pulpa de café, que ha sido aprovechada para la fabricación de abono que es utilizado en los mismos cultivos de éste, en la industria alimenticia se ha utilizado en la preparación de conservas alimenticias. (Gómez, 2019). La miel o mucilago, basados en estudios realizados sobre el aprovechamiento de los residuos del café, solo se utiliza el 9,5% del peso total del fruto en la preparación de bebidas y el 90,5% de estos residuos son vertidos a las fuentes de agua. (Suarez, 2012)

El mucilago, se caracteriza por tener azúcares y ácido clororogénico, el cual es utilizado en la industria de alimentos y bebidas energéticas. (Gómez, 2019). En esta investigación el mucilago y todos los componentes que contiene el agua miel del café fueron utilizados para extraer un polisacárido llamado pectina el cual se clasifica como Homopolisacárido lo que hace que la extracción de los polisacáridos sea muy escasa y competitiva por los altos costos que este tiene para su obtención.

En consecuencia, por cada tonelada de café cereza que se procesa en la finca pueden obtenerse entre 80 y 140 Kilogramos de mucílago, según la madurez y la cantidad de agua usada en el desmucilaginado mecánico (Puerta G; Ríos S. 2011) Por esto se utilizó agua miel con alto contenido de mucilago ya que de este se obtiene gran cantidad de pectinas.

La obtención de estos subproductos puede realizarse por diferentes rutas de aprovechamiento, entre las que se encuentran procesos mecánicos, físicos, químicos, termoquímicos y bioquímicos, de los cuales se puede obtener, con opciones de tecnologías avanzadas de valorización de estos residuos, nuevos materiales, desde biocombustibles hasta moléculas de alto interés químico como las macromoléculas confirmadas por los

polisacáridos. Estos polisacáridos comprenden moléculas como las pectinas, celulosa, hemicelulosa, ligninas, inulinas, entre otras cuyos usos industriales son de amplio uso.

Entre estos usos uno de los estudiados es la utilización de polisacáridos naturales para procesos de coagulación en aguas residuales, con lo cual se busca dar un tratamiento de menor impacto ambiental a las aguas que resultan como fuentes residuales. Por tanto, como objetivo de este trabajo, se pretende realizar la valorización de las aguas del lavado de café, también llamado beneficio del café; estas aguas son ricas en mucilago (textura viscosa), sustancia del cual se pueden extraer las macromoléculas (polisacáridos), que finalmente serán analizadas para ser utilizadas en el tratamiento de las aguas del lavado del mismo proceso.

La economía circular es una concepción económica que se interrelaciona con la sostenibilidad, su objetivo esencial es que el valor de los productos, los materiales y los recursos (agua, energía) se prolongue económicamente el mayor tiempo posible, para que se reduzca al mínimo la generación de residuos. Por consiguiente, se trata de implementar una nueva economía (circular -no lineal-) establecida en el principio de “cerrar el ciclo de vida” de los productos, los servicios, los residuos, los materiales, el agua y la energía, pues hoy en día no se le está dando el aprovechamiento a los residuos y lo que se quiere lograr con esta economía; por tanto, es darles un valor a estos. Yepes, Montoya y Orozco (2008) infieren que el desarrollo industrial conlleva al incremento en generación de residuos, los que se han convertido en una problemática tanto ambiental como económica para las empresas, porque son ellas las que se deben responsabilizar de los altos costos que genera la disposición final de estos.

En términos prácticos, el problema se centra en desarrollar un protocolo experimental, técnica viable para la extracción de un material polisacárido de buena calidad y alto valor agregado del residuo, en este caso el agua miel del café residuo que tiene alta capacidad de coagular, que al mismo tiempo pueda ser económicamente viable para su implementación a escala industrial, así como encontrar las condiciones óptimas de un test de jarras para el tratamiento del agua, del proceso y del beneficio usando este polisacárido como coagulante natural.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo general

Evaluar las posibilidades de valorización de residuos de aguamiel del café para la obtención de polisacáridos.

2.2 Objetivos específicos

- Caracterizar fisicoquímicamente el residuo de aguamiel del café.
- Proponer y probar experimentalmente un protocolo para la valorización del residuo.
- Caracterizar fisicoquímicamente el producto obtenido.
- Evaluar la eficiencia del producto como coagulante en el tratamiento de aguas residuales del beneficio del café.

3. MARCO REFERENCIAL

3.1 ANTECEDENTES

A continuación se describen referencias de trabajos y artículos que se tuvieron en cuenta para dar a conocer el proceso del beneficiado del café, allí se describen las operaciones que se realizan en este proceso húmedo, desde que es recolectado el café, hasta llegar a su secado.

García (2009) precisa que “el beneficiado de café genera tanto residuos sólidos como líquidos, con un alto uso del agua para el despulpado, transporte, fermentación, lavado y clasificación del grano de café” (p.10). El estudio de García (2009) enfatiza en el

aprovechamiento de los residuos que pese a su potencial económico son material de desecho, pero también causantes de problemas ambientales. Uno de esos residuos es el mucílago, que forma parte de las aguas mieles, como fuente para la obtención de pectinas. Físicamente, el mucílago es un sistema coloidal líquido, liofílico, es, por lo tanto, un hidrogel.

“Químicamente, el mucílago contiene agua, pectinas, azúcares y ácidos orgánicos. Durante la maduración del grano de café, el pectato de calcio, localizado en la laminilla media y la protopectina de la pared celular son convertidos en pectinas” (García, 2009, p.1).

García (2009) cuenta como las pectinas evolucionan en el tiempo en la medida que evolucionan los tejidos vegetales, desde las protopectinas o pectinogénicos, productos altamente metilados, hasta los ácidos pépticos, sustancias amorfas prácticamente desprovistas de grupos metilo. Las pectinas con más del 50% de grupos metil éster se clasifican como de alto metoxilo y las de menos del 50% como de bajo metoxilo. Las pectinas obtenidas de distintas fuentes revelan diferencias sustanciales en sus estructuras y propiedades tecnológicas.” Generalmente, las pectinas se extraen de residuos cítricos y de manzanas mediante un proceso fisicoquímico en múltiples etapas, caracterizado por una extracción con ácido mineral en caliente y se recupera con una precipitación con alcohol”.

Cabarcas, E. Guerra, A & Henao C. (2012) quienes realizaron “Extracción y caracterización de pectina a partir de cáscaras de plátano para desarrollar un diseño general del proceso de producción”. La investigación tuvo como objetivo la extracción y caracterización de pectinas mediante las cáscaras de plátano donde cuya materia prima es de alta disponibilidad en el caribe colombiano. La extracción de las pectinas se realizó por el método de hidrólisis acida utilizando Ácido clorhídrico con un pH diferente (1.5 y 3.0) durante 60 minutos a 60 y 80°C. La pectina obtenida a pH 3.0 y temperatura de 60°C fue la de

mejor calidad según los valores de humedad y contenido de cenizas, pero con un bajo rendimiento y según los resultados obtenidos las pectinas fueron de bajo metoxilo.

El estudio que realizo Karol Aminta Rodríguez & Adán Manrique Román Henríquez. (2004) “Extracción y evaluación de pectina a partir de la cáscara de naranja de las variedades *Citrus sinensis* y *Citrus paradisi* propuesta de diseño de planta piloto para su producción”. Este trabajo tuvo como finalidad el aprovechamiento de los desechos agroindustriales provenientes de plantas productoras de zumos de naranja que generan grandes cantidades de éste, el cual no tiene una utilidad adecuada, ocasionando además problemas de contaminación en el ecosistema por ser una fuente adecuada para la proliferación de insectos y bichos que son perjudiciales para la salud humana.

Jesús María Suarez Agudelo. (2012) con su trabajo “Aprovechamiento de los residuos sólidos provenientes del beneficio del café, en el municipio de Betania Antioquia: usos y aplicaciones”. Lo que se pretendía con la realización de este trabajo era implementar un sistema integral que contribuya al manejo adecuado de estos residuos orgánicos mediante el proceso del compostaje que se pueden adoptar en el pequeño, mediano y gran productor en la zona cafetera del país y en especial en el municipio de Betania Antioquia generando así un valor agregado al producto final, disminuyendo los impactos ambientales negativos e incrementando las áreas cultivadas de café orgánico.

Héctor Armando Mendoza. (2016) en su trabajo de grado “Extracción de pectinas a partir de mucílago contenido en las aguas mieles del beneficiado de café por maceración dinámica y estática” Recolectó muestras de aguas mieles que contienen mucilago, luego se realizó una separación para retirar partículas como pulpa, grano de café que provienen del

desmucilagador. Mendoza (2016) utilizó tres ácidos diferentes y cinco variaciones en el PH de cada uno de los ácidos que se utilizaron. Con la investigación realizada se determinó que si se puede obtener pectinas provenientes de las agua mieles del beneficiado del café. Investigaciones como la de Gloria Inés Puerta-Quintero*; Sara Ríos-Arias. (2011). “Composición química del mucílago de café, según el tiempo de fermentación y refrigeración”. Dan gran aporte al avance de nuestro trabajo de grado ya que este explica de manera más precisa el componente tan importante que tiene el mucílago de café y el cuidado que este debe tener para conservar sus propiedades fisicoquímicas.

Catherin Liz Quispe Condori. (2017). “Obtención De Pectina de Alto y Bajo Metoxilo de la Cáscara de Arveja (*Pisum sativum*), por el Método de Hidrólisis Ácida” esta se realizó con el objetivo de obtener pectina a partir de la cáscara de arveja (*Pisum sativum*) de variedad alderman, la cual es una materia prima de alta disponibilidad, siendo esta subvalorada. La extracción de pectina se realizó mediante hidrólisis ácida con ácido clorhídrico (HCl) en diferentes condiciones de tiempo (40 y 90 minutos) y temperatura (50 y 80°C). Condori (2017). En esta tesis se menciona con claridad el procedimiento que se tiene que realizar para la extracción y caracterización de la pectina por el método de hidrólisis ácida la cual nos brindó buenos aportes para la realización de nuestro trabajo en el que se extrajeron pectinas del agua miel del beneficio de café.

4. MARCO TEÓRICO

Es importante conocer las propiedades, variedades y diferentes condiciones teóricas sobre el café, todo lo que compete a su estructura y estadísticas ya que de todo lo que se

hablara a continuación se tuvo en cuenta para la selección del agua miel del café, para realizar el proceso de extracción de pectina.

4.1 CARACTERÍSTICAS DE LA PRODUCCIÓN DEL CAFE

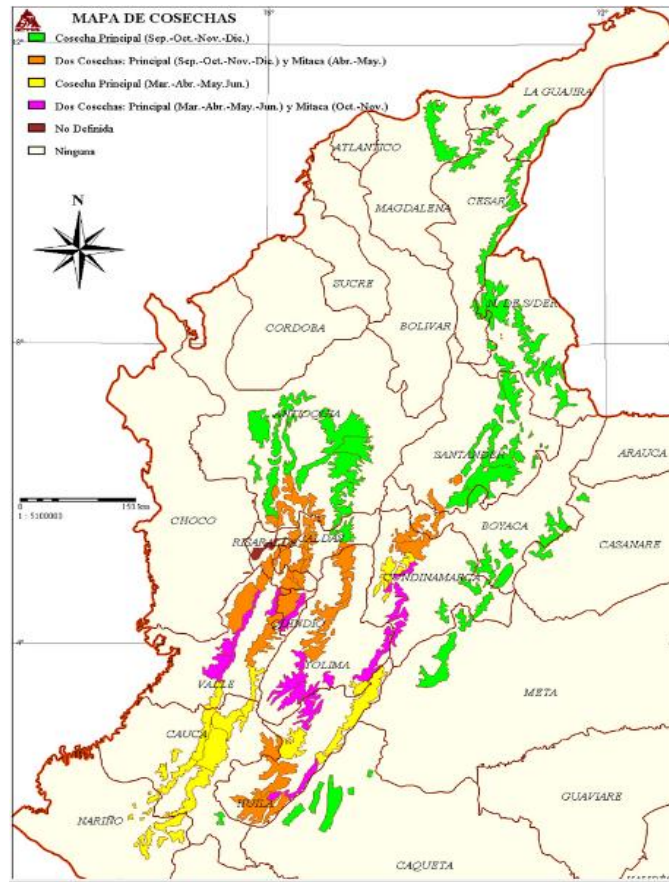
Las condiciones ideales para el cultivo se encuentran entre los 1.200 y 1.800 metros de altura sobre el nivel del mar, con temperaturas templadas que oscilan entre los 17 y los 23 grados centígrados y con precipitaciones cercanas a los 2.000 milímetros anuales, distribuidas a lo largo del año. Si bien estas condiciones son las más comunes, también es posible producir un café sobresaliente a alturas marginalmente superiores o con niveles o frecuencia de precipitación diferentes. (Café de Colombia; 2010).

El café que se cultiva en Colombia es la especie *coffea arábica* o café arábigo, esta especie tiene variedades como Típica, Borbón, Maragogipe, Tabi, Caturra y la Variedad Castillo. Esta especie de café se produce en lugares de alta montaña por eso es común que en Colombia por su geografía el porcentaje alto de café que se produce sea de esta especie. (Cenicafé, 2015)

La ubicación geográfica específica de cada región cafetera colombiana determina entonces unas condiciones particulares de disponibilidad de agua, temperatura, radiación solar y régimen de vientos para el cultivo de grano. Por ejemplo, las zonas cafeteras centrales del país presentan periodos secos y lluviosos intercalados a lo largo de diferentes meses, lo que permite cosechar café fresco regularmente durante todo el año. En la mayoría de las regiones cafeteras del país existe un período de floración que va de enero a marzo, y otro que va de julio a septiembre. La cosecha principal en estas zonas se realiza entre septiembre y diciembre, y hay una cosecha secundaria entre abril y junio que se denomina "de mitaca". La

cosecha principal y la de mitaca pueden alternarse en otras regiones de acuerdo con su latitud (Figura 1). (Café de Colombia; 2010)

Figura 1: Mapa de cosecha de café en Colombia.



FUENTE: elaborado por la oficina de estudios y proyectos básicos cafeteros. 2010

Además de las condiciones especiales de altitud, latitud y clima, la caficultura colombiana cuenta con un atributo fundamental: la calidad de la tierra. Los suelos de las zonas cafeteras colombianas se caracterizan por ser en su mayoría derivados de cenizas volcánicas, lo que los dota de un alto contenido de material orgánico y buenas características físicas para la producción de café. (Café de Colombia; 2010)

Con esos elementos naturales a disposición, la gente del café en Colombia adelanta sus labores con distintos matices, de acuerdo con las condiciones de los diversos entornos ambientales regionales. Esa variedad de ecosistemas no sólo constituye un paraíso de biodiversidad, sino que también determina las decisiones de los productores acerca del nivel de tecnificación de su cultivo y las variedades vegetales a utilizar. En consecuencia, en Colombia las plantaciones de café se desarrollan bajo diferentes sistemas de cultivo que incluyen plantaciones tradicionales de baja productividad, por un lado, y los tecnificados expuestos al sol, a la sombra y a la sombra parcial (denominada semisombra). Los cafeteros colombianos en cualquier escenario cultivan únicamente café de la especie Arábica, utilizando variedades vegetales que se adaptan a sus condiciones específicas de producción que incluyen las conocidas como Típica, Borbón, Caturra, Castillo o Tabi. (Café de Colombia; 2010)

En general, se puede decir que nuestras regiones cafeteras se caracterizan por diferencias entre los ciclos de lluvias y de cosecha y la altitud a la que se produce el café. En las zonas del Sur del país, cercanas a la línea ecuatorial, se produce café a una mayor altitud y a temperaturas que, sin ser extremas, son menos elevadas. Los cafés producidos en regiones específicas como Nariño o Cauca, Huila o Sur del Tolima tienen ciclos de cosecha particulares y son cafés con una mayor acidez y poseen ciertas características especiales en taza y particularidades específicas demandadas por mercados sofisticados. (Café de Colombia; 2010)

Por otra parte los cafés producidos en el Norte del país a latitudes superiores a los 9° Norte, similares a la latitud de los principales países productores centroamericanos de café, se producen a altitudes inferiores y en consecuencia a temperaturas superiores. Asimismo, estos cultivos de regiones como la Sierra Nevada de Santa Marta, la Serranía del Perijá o los

departamentos colombianos de Casanare, Santander y Norte de Santander, por razón de su oferta climática tienden a estar más expuestos a la radiación solar y, en consecuencia, los cultivos están frecuentemente protegidos por diferentes niveles de sombrero. Estos cafés, altamente demandados por mercados particulares, tienen una acidez menor pero un mayor cuerpo. (Café de Colombia; 2010)

En el centro del país se produce el grueso de la cosecha cafetera colombiana. En las zonas conocidas como el eje cafetero, es decir los departamentos de Caldas, Quindío y Risaralda que con el Norte del departamento del Valle conforman el Paisaje Cultural Cafetero, se encuentran modernos cultivos de café que conviven con los de productores más pequeños y tradicionales. Estas zonas, como las de Antioquia, Cundinamarca, Boyacá y el Norte del Tolima tienen más de un ciclo de cosecha y producen café durante buena parte del año, llegando en ocasiones un mismo árbol de café a recibir hasta 8 visitas al año para seleccionar sus granos maduros. (Café de Colombia; 2010)

4.1.1 EVOLUCIÓN DE VARIABLES CAFETERAS

En Caldas, el café no solo ha sido motor de desarrollo, sino que además los 25 municipios cafeteros conservan hoy su dinámica alrededor del grano, permitiendo que el departamento se destaque por sus resultados en tecnificación y productividad de sus cultivos. (Comité de cafeteros de Caldas, s.f)

En Caldas 33.667 productores se dedican a la producción del grano en 42.648 fincas, que tienen un área sembrada en café de 72.366 hectáreas. En el Departamento un 99.6% del área total de café es tecnificada, y gracias a ello se ha ido ganando en cafetales cultivados en variedades resistentes, con un 78% de la caficultura tecnificada en estas variedades, y además

con el Programa de Permanencia, Sostenibilidad y Futuro (PSF) se ha logrado que esa caficultura tecnificada tenga la oportunidad de renovarse. En total un 88% de la caficultura es tecnificada joven. (Comité de cafeteros de Caldas, s.f)

La densidad promedio de árboles por hectárea es de 5.623 y la edad promedio de la caficultura es de 5.4 años. Estos resultados son fruto no sólo del esfuerzo de los caficultores, sino del acompañamiento y la asistencia técnica que ha prestado la institucionalidad cafetera a través del Servicio de Extensión y los Programas de Renovación de Cafetales. Dicha labor también ha permitido disminuir en Caldas el número de cafetales envejecidos que en enero de 2009 representaba el 33% del área total sembrada, y en enero de 2016 ha llegado a un nivel del 12%. Así mismo, Caldas ha estado atento a la siembra de variedades de café resistente a la roya, y hoy abarca el 43% del área total. Lo anterior está relacionado con que la mayoría municipios cafeteros han aumentado porcentualmente su área sembrada en variedades resistentes. (Comité de cafeteros de Caldas, s.f)

4.1.2 ESTADISTICAS DE LA INDUSTRIA CAFETERA A NIVEL MUNDIAL

La FNC (la federación Nacional de Cafeteros) da a conocer las exportaciones del grano en octubre crecen 15% con respecto al mismo mes del año anterior. Con 11,6 millones de sacos, la producción de café de Colombia, mayor productor mundial de café arábigo suave lavado, creció 5% en lo corrido del año (enero-octubre) frente a los casi 11 millones de sacos producidos en el mismo periodo anterior. En octubre, con 1,4 millones de sacos, la cosecha cafetera creció 26% desde los 1,1 millones de sacos producidos en el décimo mes de 2018. En los últimos 12 meses (noviembre 2018-octubre 2019), la producción de café creció 2%, al

pasar de 13,8 a 14,1 millones de sacos, con respecto al mismo periodo comparable. A continuación se puede muestran las estadísticas de la producción del café en Colombia en dos años. (Tabla 1) (FNC, 2019)

Tabla 1: Estadísticas De Producción de Cafe en 2018 – 2019

Producción de café - octubre 2019 (Sacos 60 kg)		Producción de café - Año corrido (Sacos 60 kg)	
Octubre 2019	1.369.000	Enero-octubre 2019	11.566.000
Octubre 2018	1.086.000	Enero-octubre 2018	10.974.000
Variación	26%	Variación	5%

Producción de café - Últimos 12 meses (Sacos 60 kg)		Producción- Año cafetero Oct (Sacos 60 kg)	
Nov 2018-oct 2019	14.149.000	Octubre 2019-	1.369.000
Nov 2017-oct 2018	13.828.000	Octubre 2018-	1.086.000
Variación	2%	Variación	26%

Fuente: Federación Nacional de Cafeteros, 2019

4.2 ESTRUCTURA DEL FRUTO DEL CAFE

El fruto del “cafeto” por su color rojo cuando está maduro, y su forma característica recibe el nombre de Cereza. Éste contiene dos semillas semiesféricas, es decir, dos granos de café enfrentadas entre sí por la parte plana, y recubiertas por un tegumento, un pergamino, una pulpa y una cáscara. En ocasiones en lugar de dos semillas puede aparecer una sola denominándose caracolillo (Figura 2). (Fabián Vanegas, 2017)

Figura 2. Estructura del fruto y grano de café.



Fuente. (Vanegas, 2017)

La estructura del fruto del café está conformada por 7 partes:

1. Epicarpio (cutícula, cáscara, pulpa) – de color rojo o amarillo en su madurez, jugoso y envuelve todas las demás partes del fruto.
2. Mesocarpio (mucílago, baba) – de consistencia gelatinosa y color cremoso.
3. Endocarpio (pergamino, cascarilla) – cubierta corácea de color crema a marrón que envuelve la semilla.
4. Espermoderma (película plateada) – envuelve la semilla (integumento seminal)
5. Endospermo – la semilla propiamente constituida
6. Embrión – localizado en la superficie convexa de la semilla y representado por un hipocotilo y dos cotiledones.

La composición del fruto del café se tiene en cuenta para esta investigación, puesto que cada uno de sus componentes altera de manera positiva o negativa el proceso, por eso es trascendental esta información en la estructura de esta investigación, a continuación, en la (Tabla 2) se muestra la composición en porcentaje del fruto del cafeto.

Tabla 2. Composición porcentual del fruto del cafeto

Componente	Peso Fresco %	Humedad %	Peso seco %
Grano cereza	100	65.5	34.5
Pulpa	43.2	77	9.94
Mucílago	11.8	88.5	1.35
Cascarilla	6.1	32	4.15
Café verde	38.9	51	19.06
Café oro	21.66	12	

Fuente. (Serrano, 1983)

La semilla o cotiledón tiene un surco o hendidura en el centro del lado plano por donde se unen las dos semillas. El grano o semilla tiene un extremo que termina en forma puntiaguda donde se encuentra el embrión. (Fabián Vanegas, 2017)

Otro factor importante es la temperatura del lugar donde se cultiva café que varía en un rango de 18° a 24° C, este rango hace viable el cultivo por consiguiente la zona cafetera colombiana hace parte de éste; el cambio de temperatura durante el día y el año pueden favorecer a la generación de azúcares y otros compuestos que se forman en el fruto de café. La principal característica de los suelos de la zona cafetera colombiana, es que, en su

mayoría, son suelos derivados de cenizas volcánicas, los cuales tienen un alto contenido de material orgánico y buenas características físicas para la buena producción de éste. (Café de Colombia. 2010)

4.3 BENEFICIO ECOLÓGICO DEL CAFÉ

Es el proceso en el que se realiza la transformación del café, el cual se hace un uso racional del agua y se tratan los subproductos como pulpa, mucílago y aguas residuales, de forma que no se generen vertimientos en el proceso (Rodríguez et al., 2015).

En el campo se recolectan los frutos maduros con un personal calificado para que no se haga la recolecta de café verde, después de hacer la recolección se procede a llevar el fruto de café al beneficiado, el café es depositado en unas tolvas y después pasa a un proceso de donde se remueve el mucílago, el mucílago es la baba que recubre el grano el cual debe removerse por medio de fermentación natural o mecánicamente. Dentro del beneficio del café se encuentra un proceso mecánico llamado desmucilagador. El desmucilagador tiene como función lavar completamente el café, quitar la pulpa y el mucílago, teniendo como ventaja el consumo mínimo de agua para realizar este proceso este se muestra en la siguiente imagen. (Figura 3).

Figura 3. Proceso de desmucilaginado del café



Fuente. (Oliveros, Tibadiuza, Montoya, & et.al, 2014)

4.3.1 FERMENTACIÓN DEL GRANO

La fermentación ha sido citada como una de las etapas del proceso del café de mayor cuidado, debido a que fermentaciones prolongadas o incompletas producen defectos como grano negro, cardenillo y vinagre, clasificados dentro del primer grupo, que ocasionan el rechazo de los lotes que contengan este tipo de granos, lo cual implica pérdidas económicas tanto para el caficultor como para el gremio cafetero. (Peñuela, Oliveros y Sanz, 2010).

La fermentación se realiza en los tanques donde se recibe el grano despulpado, se debe controlar el tiempo para que el grano no vaya a bajar su calidad en sabor y aroma, el tiempo estimado debe ser entre 12 y 18 horas dependiendo de la temperatura del lugar, en zonas frías se requiere mayor tiempo de fermentación.

El uso de la fermentación natural es un método de remoción de mucílago de bajo costo, que requiere de poca infraestructura, sin que esto signifique que al ser un proceso sencillo llevado a cabo por la naturaleza, se esté realizando de la mejor manera y se obtengan los mejores beneficios de la actividad. Durante la fermentación del mucílago actúan bacterias,

levaduras y enzimas, que transforman los compuestos pépticos y azúcares, en alcoholes y ácidos orgánicos. Estos microorganismos hacen parte de la flora natural de los frutos de café. (Peñuela, Oliveros y Sanz, 2010).

4.3.2 LAVADO DEL CAFÉ FERMENTADO

Una vez finalizada la fermentación, se procede a realizar el lavado donde se retira totalmente el mucílago fermentado del grano, el lavado puede hacerse en el mismo tanque. Se realiza con una pala de material de PVC para evitar daños en el tanque o se puede utilizar una pala de madera. (El cafetalero, 2017). El primer lavado se adiciona agua y se agita, luego se frena el residuo líquido, en el segundo y tercer lavado se vuelve a introducir agua y se agita fuertemente y se vuelve a drenar el residuo, el tiempo de lavado dura aproximadamente 30 minutos incluyendo el tiempo de descarga del residuo líquido.(Figura 4 y 5).

Figuran 4 y 5. Proceso de lavado del café fermentado



Fuente. (Valencia, Uribe, & al, 2015)



Fuente. (perfectdailygrind, 2018)

4.3.3 SECADO

En fincas donde la producción es menos a 500 arrobas se utilizan patios de cemento, carros o elbas. Cuando la producción es más grande se recomienda utilizar un silo el cual consta de una unidad de calentamiento del aire de secado, un ventilador y dos cámaras en

las cuales se deposita el grano, este tipo de secado utiliza combustibles como carbón mineral, ACPM y Gas propano (Cenicafé, 2015).

4.4. AGUAMIEL

La miel o melaza del café, es el producto de la extracción y concentración de los jugos azucarados de la pulpa y del mucílago. Se presentan en la forma de un jarabe denso, de color castaño oscuro, semejante a la miel de caña. El mucílago y las mieles fermentadas de café se generan en forma discontinua, en cantidades que dependen de la producción de café, en cada época y zona cafetera colombiana. Así mismo, las cantidades de mucílago en los frutos y granos de café varían con la madurez del fruto, es así como los frutos maduros y frescos contienen en promedio 10,4% (entre 1,1% y 27,3%) en peso de mucílago y los granos despulpados un 18,8%. (Puerta, Ríos. 2011).

“Agua miel del café” El mucílago es un subproducto generado en los beneficios húmedos de café, su mal manejo genera contaminación a las fuentes de agua, malos olores y cría de moscas u otras plagas. Los impactos negativos a lo largo de los años han generado que se emitan leyes que regulan el manejo adecuado de los subproductos del café, como el agua miel del café para reducir los impactos ambientales. (COMSA, 2012). Por esta razón se debe tener en cuenta la composición y la calidad del agua miel. (Tabla 3).

Tabla 3 Composición y Calidad

Parámetro	Resultado
Grados Brix	76.6
pH	4.9
Azúcares reductores	38.22 %
Azúcares totales	54.27 %
Acidez (Ácido Cítrico)	1.05 %
Cenizas	3.64%
Extracto etéreo	0.2% 5%
Cafeína	0.32%
Nitrógeno total	0.677%
Humedad	21.06%
Sólidos totales	78.94%
Taninos	0

Fuente. (Cenicafé, 2015)

4.6 MUCÍLAGO

El mucílago o mesocarpio es una parte constitutiva del café, que queda expuesto cuando éste es despulpado, cuando se separa el epicarpio o cáscara del resto. El mesocarpio o mucílago queda expuesto adherido al endocarpio. Este compuesto es un coloide con fuerte capacidad de retención de agua, por esto su contenido de humedad es muy variable de acuerdo con las condiciones climáticas.

El mucílago está compuesto por sustancias pécticas, azúcares, celulosa y cenizas; entre otros. (Peñuela, 2010). A continuación se muestra cada una de sus composiciones (Tabla 4)

Tabla 4. Composición química del mucílago del café

	Min	Promedio	Max
Humedad (%)	89,4	92,2	95,8
Azúcares Reductores	49,14	63,74	84,47
Azúcares Totales	60,24	79,74	99,81
Contenido de Pectina	4,6	10,975	19,08
Totales (ppm)	37.708	79.984	104.460

Fuente. (Peñuela, 2010)

La fermentación del mucílago de café es un proceso natural, en el cual se considera la duración de éste como la respuesta más importante; sin embargo, para definir este tiempo, es necesario identificar la forma cómo ocurre el proceso de degradación de mucílago en el tiempo y la influencia de variables extrínsecas del proceso como son la calidad del café y la cantidad de masa, e intrínsecas como la temperatura y pH, entre otras (Peñuela A, et al. 2010). Por lo anterior, dicho trabajo tuvo como finalidad, evaluar la cantidad de café en el lavado y la clasificación previa al despulpado, estimando el tiempo final de fermentación, teniendo en cuenta las condiciones ambientales. Adicionalmente, se determinó la dinámica de variables como el pH y diferencia de temperatura con el ambiente de la masa de café durante el proceso de fermentación del mucílago (Peñuela A, et al. 2010).

Las sustancias pécticas totales pueden alcanzar valores tan altos como 39%, con un valor promedio de 35,8%. La mayoría de los azúcares totales está en la forma reductora. La

composición química del mucílago ha sido también informada por otros investigadores (Nadal 1959), indicando que este material contiene 84,2% de agua, 8,9% de proteína, 4,1% de azúcar, 0,91% de ácido péctico, y O, 7% de ceniza. Esta fracción aparentemente no contiene taninos ni cafeína, pero contiene enzimas pectinolíticas las cuales, hasta el momento no han sido perfectamente identificadas (Elías, L. 1978)

Existen varios estudios publicados sobre la posibilidad de recuperar las sustancias pécticas del mucílago de café. En uno de estos estudios (Menchú y col. 1974) se acidifica el mucílago extraído a un pH2 inmediatamente después de la extracción, para así reducir la separación enzimática. El material fue entonces centrifugado para separar las impurezas de las sustancias pécticas y luego se trató con alcohol etílico para precipitar la pectina. La recuperación de las pectinas se logró por medio de filtración, seguida de un secado a temperaturas bajas. El total de pectinas obtenidas, expresado como ácido galacturónico, fue 17 g/100 g de mucílago. El problema con este proceso es el costo del alcohol etílico (Elías, Braham. 1978).

5. PROCESOS ALTERNATIVOS PARA TRATAR AGUAS MIELES

En el proceso del café se generan aguas residuales conocidas como aguas mieles, son consideradas como contaminantes orgánicos en el área de la agricultura, teniendo como punto final los cuerpos de agua que son para el consumo de la vida cotidiana. Algunas medidas de prevención que se han tomado para reducir la contaminación por estas aguas son, la implementación de microorganismos y el uso de plantas acuáticas. (PLAN DE MANEJO-PERU. 2014)

5.1 TRATAMIENTOS BIOLÓGICOS

Lo que se realiza en esta técnica es degradar la materia orgánica que se genera en las aguas mieles mediante procesos biológicos, este proceso se debe realizar con una correcta inoculación, aclimatación del sistema, para desarrollar este tratamiento se debe tener cuidado ya que en su operación puede ocurrir un funcionamiento deficiente, o puede suceder que la fase metano génica sufra una acidificación. Para llevar a cabo este tratamiento anaerobio se toman las aguas residuales del agua del lavado del café y se retira el mucilago por medio de la fermentación natural. (Salazar, L., Quiroga, R., & et.al, 2013)

5.2 PLANTAS ACUATICAS

Es una técnica que actualmente la implementan en muchos países para el tratamiento de las aguas mieles por su alta efectividad en la remoción de contaminantes por medio de la absorción de estos. Este tratamiento con plantas acuáticas ha mostrado ser muy eficaz en la remoción de metales pesados y altas cargas contaminantes u otras sustancias que no eliminan fácilmente en un tratamiento primario. La forma mediante la cual las plantas acuáticas purifican el agua contaminada es a través del oxígeno que inyectan eficientemente hacia sus raíces, a las cuales se adhieren hongos y bacterias que finalmente metabolizan las sustancias tóxicas presentes en el agua. (PLAN DE MANEJO- PERU. 2014).

5.3 SISTEMAS FILTRO

En este tratamiento lo que se hicieron fue implementar una cajilla de distribución en la parte de arriba para que entren las aguas mieles y una manguera o tubo que conecta con un contenedor o tanque grande, en el cual se puedan disponer los dos filtros, los cuales fueron una capa amplia de piedra en la parte de abajo y sobre esta capa, se sobrepone una capa de gravilla también de buen tamaño, en la parte posterior del tanque se instaló una

manguera por donde saldrá el agua que paso por los sistemas filtro, lo que hace la implementación de estos sistemas filtro es tener agua de muy buena calidad, gracias a que estos filtros hacen que los sólidos y demás materiales que tiene el agua miel ya no estén al final de estos dos filtro. SILVA, J. G. (2017).

6. LOS POLISACARIDOS

Los polisacáridos son cadenas compuestas por unidades de azúcares sencillos (monosacáridos) que están compuestos por carbono, hidrógeno y oxígeno, lo que hace que estos hagan parte de los carbohidratos. Los tipos de polisacáridos son: los homopolisacáridos, que están formados por un solo tipo de monosacárido (almidón, glucógeno, celulosa, quitina, pectina) y los heteropolisacáridos, formados por más de un tipo de monosacáridos (hemicelulosa, agaragar, gomas y mucopolisacáridos) (Corchón, 2012).

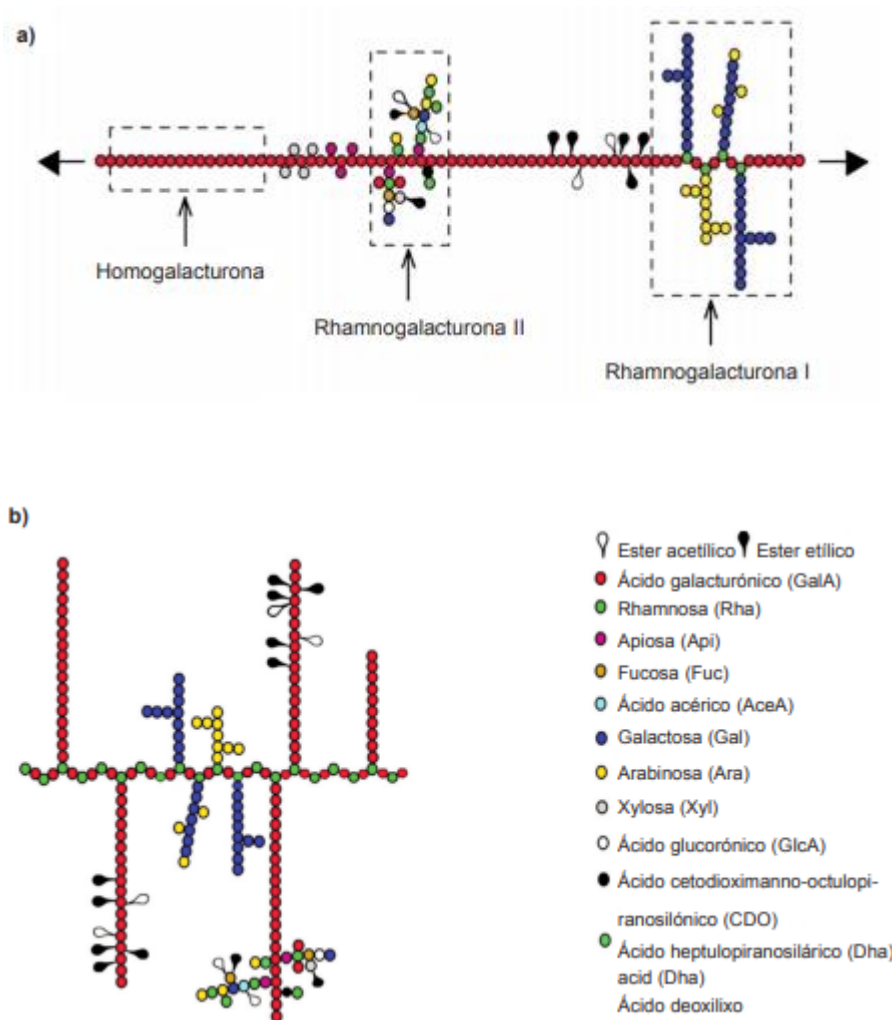
7. LA PECTINA

La pectina es una sustancia de gran afinidad con el agua, procedente de variedad de alimentos, también es una de las mayores propiedades que tiene el agua miel del café, ya que esta está en gran proporción en el mucilago del café. Se compone de cadena de galactosa, arabinosa y de un azúcar ácido llamado ácido galacturónico. Con la concentración correcta de azúcar y ácido da lugar a la formación de un gel, en un medio acuoso forma una malla donde queda retenida e inmovilizada la fase acuosa (Medin, R. 2011).

Se forma principalmente en la pared primaria y en los tejidos mesenquimáticos y parenquimáticos de frutos y vegetales, y tiene la función de cemento intercelular, forma coloides por excelencia, ya que tiene la propiedad de absorber una gran cantidad de agua,

pertenecen a la familia de los oligosacáridos y polisacáridos de alto peso molecular y contienen largas cadenas formadas por unidades de 1,4- α -D-ácido galacturónico (GalpA). (Willats, Knox, Dalgaard, 2006: 97-104). En la (Figura 6) se muestra la estructura de la pectina.

Figura 6. Estructura química de la pectina (a) Representación esquemática convencional; (b) Representación nueva



Fuente. [Silva; Benítez; et.al ,2008]

En las frutas, la mayoría de los grupos ácidos del ácido galacturónico están esterificados por metanol. Este metanol puede perderse con relativa facilidad por hidrólisis ácida o enzimática, dejando el grupo ácido libre. En función del porcentaje de restos de ácido galacturónico esterificado las pectinas se clasifican como de alto metoxilo cuando este porcentaje es superior al 65% y de bajo metoxilo cuando es inferior. (GalpA). (Willats, Knox, Dalgaard, 2006: 97-104).

Las pectinas se dividen en dos grupos principales, en función de su grado de esterificación, clasificándolas en: pectinas de alto grado de metoxilación (HM), pectinas de bajo grado de metoxilación (LM) y en otras sustancias pécticas como las pectinas desmetiladas o moléculas amidadas (Vandamme et al., 2002).

7.1 Pectinas de alto metoxilo

La primera condición para obtener geles de pectina de alto metoxilo es que el pH sea bajo, Para que los grupos ácidos, minoritarios, se encuentren fundamentalmente en forma no ionizada, y no existan repulsiones entre cargas. A pH 3,5, aproximadamente la mitad de los grupos carboxilo del ácido galacturónico se encuentran ionizados, pero por debajo de pH 2 el porcentaje es ya muy pequeño. Las cadenas de pectinas de alto metoxilo pueden entonces unirse a través de interacciones hidrofóbicas de los grupos metoxilo o mediante puentes de hidrógeno, incluidos los de los grupos ácidos no ionizados, siempre que exista un material muy hidrófilo (azúcar) que retire el agua. . (Miguel Calvo, s.f)

En consecuencia, las pectinas de alto metoxilo formarán geles a pH entre 1 y 3,5, con contenidos de azúcar entre el 55% como mínimo y el 85%.

El grado de esterificación de las pectinas de alto metoxilo influye mucho sobre sus

propiedades. En particular, a mayor grado de esterificación, mayor es la temperatura de gelificación. Por ejemplo, una pectina con un grado de esterificación del 75% es capaz de gelificar ya a temperaturas de 95°, y lo hace en muy pocos minutos a temperaturas por debajo de 85°C. .(Miguel Calvo, s.f)

En cambio, una pectina con un grado de esterificación del 65% no gelifica a una temperatura de 75°C, y tarda alrededor de media hora en hacerlo a 65°C. Es lo que se llama una "pectina lenta". Además, las pectinas con un grado de esterificación mayor forman geles que son irreversibles térmicamente, mientras que los geles formados por pectinas de grado de esterificación menor son reversibles. (Miguel Calvo, s.f).

7.2 Pectinas de bajo metoxilo

En el caso de las pectinas de bajo metoxilo, el mecanismo de formación de geles es totalmente distinto, ya que la unión entre cadenas se produce a través de iones de calcio, que forman puentes entre las cargas negativas. La estructura es semejante a la "caja de huevos" de los geles de alginato, pero algo menos ordenada, dada la presencia de grupos esterificados entre los galacturónicos sin esterificar. La concentración de calcio es importante hasta llegar a una cierta cantidad, que depende de cada tipo concreto de pectina, y que se conoce como "saturación de calcio". Suele estar en torno a las 500 ppm. Por encima, una mayor cantidad de calcio no tiene efecto, o incluso en algunos casos puede llegar a debilitar el gel. . (Miguel Calvo, s.f)

Esto no sucede en el caso de otros geles de este tipo, como es el de alginato. Las pectinas de bajo metoxilo forman geles de consistencia máxima con cantidades de calcio que oscilan de 20 a 100 mg de por gramo de pectina. La presencia de azúcar reduce mucho la

cantidad de calcio necesaria. Consecuentemente, a menor cantidad de azúcar presente en el producto, es necesario utilizar pectinas de metoxilo menor para obtener la misma consistencia. (Miguel Calvo, s.f)

Para cada tipo de pectina con un grado de metoxilación concreto existe una combinación óptima de concentración de azúcar y pH, aunque se pueden obtener geles dentro de un cierto rango de pH. (Mamani, C. 2012).

8. Propiedades físicas

El aspecto físico que deben presentar las pectinas es:

- Forma: polvo grueso o fino
- Color: blanco o de color amarillento crema.
- Sabor: mucilaginoso
- Olor: casi inodoro
- Solubilidad: casi completamente soluble en agua; forma una solución viscosa, opalescente coloidal que fluye rápidamente. Es prácticamente insoluble en alcohol y en otros solventes orgánicos. (Acevedo; Ramírez. 2011)

La solubilidad de la pectina es directamente proporcional al número de grupos carboxílicos esterificados e inversamente proporcional al peso molecular, además el pH de la solución, la temperatura, la concentración y la naturaleza de los solutos tienen un efecto marcado. Por ser muy soluble en forma de polvo que es como se comercializa, se liga al agua

formando una capa que funciona como una barrera que obstaculiza a la porción restante de pectina interactuar con el agua (Thakur et al, 1997; Wang, et al, 2002)

En general, viscosidad, solubilidad, y gelificación están relacionadas, es decir, factores que incrementan la fuerza del gel, por ejemplo, incrementarían la tendencia de gelificar, disminuiría la solubilidad, e incrementarían la viscosidad y viceversa. Estas propiedades físicas de las pectinas son función de su estructura que es la de un polianión lineal (BeMiller, 1998)

9. Propiedades Químicas

9.1 Viscosidad

La pectina en agua forma soluciones viscosas dependiendo de su peso molecular, grado de esterificación, pH y concentración electrolítica de la solución. Las soluciones de pectina completamente esterificadas no cambian apreciablemente su viscosidad al variar el pH; pero al disminuir el grado de esterificación la capacidad de formar geles se vuelve dependiente del pH. El calcio y otros iones polivalentes aumentan la viscosidad de las soluciones de pectina, y algunas pectinas de bajo metoxilo pueden gelificar si la concentración de calcio supera un cierto límite (Cubero, Monferrer, & Villalta, 2002)

9.2. Acidez

El pH de las soluciones de pectina varía de 2,8 a 3,4 en función del grado de esterificación; sin embargo, las pectinas son neutras en su estado natural. Como polielectrolitos las pectinas tienen una constante de disociación aparente de 0,1 a 10×10^{-4} 19°C (Owens, Miers, & Maclay, 1948)

9.3 Peso Molecular

Los pesos moleculares de las pectinas y su distribución han sido estudiados sistemáticamente por viscosimetría, determinando que los pesos moleculares varían entre 20.000 g/mol a 30.000 g/ mol. El peso molecular de la pectina, está relacionado con la longitud de la cadena, es una característica muy importante de la que dependen la viscosidad de sus disoluciones y su comportamiento en la gelificación o formación de jaleas. La determinación cuidadosa del peso molecular es difícil, debido a la extrema heterogeneidad de las muestras y a la tendencia de las pectinas a agregarse, aún bajo condiciones no favorables a la gelación (Owens, Miers, & Maclay, 1948)

9.4 Acción de los ácidos

En medio ácido, las pectinas primero sufren desmetoxilación o desesterificación, y después de la hidrólisis de los enlaces glicosídicos con la consecuente ruptura de la cadena o depolimerización, la cual predomina con el aumento de la temperatura (Piza, 1984). Los ácidos solubilizan la protopectina, por esta razón se emplea un medio controlado en los procesos de extracción de la pectina; aceleran la separación de los metoxilos, si su efecto es continuo afectan los enlaces glicosídicos 1-4 y se puede romper, y a un pH fuertemente ácido, temperaturas altas y tiempos largo, se presenta la descarboxilación con formación de CO₂ y furfural (Mccready & Owens, 1948)

9.5 Acción de las bases

Los medios alcalinos también actúan sobre los grupos sobre los grupos éster metílicos; estos pueden ser eliminados a bajas temperaturas sin que ocurra necesariamente la

depolimerización. Esta propiedad es aprovechada en la producción comercial de pectinas de bajo metoxilo (Piza, 1984). La adición de hidróxido de sodio permite obtener primero las sales ácidas, luego los pectinatos neutros y después ocurre el fenómeno de desmetoxilación o sea rompimiento de los ésteres metílico (Mccready & Owens, 1948).

9.6 Contenido de Humedad

La biomasa generalmente tiene un alto contenido de humedad, debido al agua que absorbe de las raíces en el suelo, necesaria para llevar a cabo todos sus procesos metabólicos. Las biomásas como el bagazo y la paja de caña de azúcar contienen mucha humedad, ya que el agua migra a través de los tallos y las hojas de la planta. Según Basu (2010), la humedad en la biomasa puede alcanzar valores cercanos al 90% (bs), lo que puede implicar bajos rendimientos en los procesos de transformación termoquímica, pero es un parámetro de diseño importante para evaluar la necesidad de un paso de secado inicial o para estimar el gasto energético real de la evaporación, incluso dentro del proceso termoquímico. (J Gallego, 2017)

El análisis inmediato se utiliza para determinar la composición de la biomasa en términos de humedad (U), este análisis se realiza de acuerdo con el estándar ASTM E-949-88, en el que se hace referencia a los procedimientos y estándares individuales para cada componente. Se puede enfatizar que la humedad y las cenizas determinadas en este análisis son las mismas que las indicadas en el análisis elemental. (J Gallego, 2017)

9.7 Peso Equivalente

El Peso Equivalente PE de una sustancia es el que hace parte de una reacción química, y es utilizado como base en la titulación de una reacción. Puesto que dependiendo del tipo de

reacción se define de una o de la otra forma. (Gabriel Bolívar, 2019). El PE hace referencia a la cantidad de una sustancia que contiene un mol de Hidrógeno. (Salamarkesa, s.f) y representa el número de carboxílicos libres, el cual reacciona con la base adicionada, de tal forma que su grupo funcional carboxilo (COOH), quien otorga las características ácidas de la molécula, sufre separación del protón debido a la acción de la base (Allinger, Jhonson, & Lebel, 1986).

El alto o bajo peso equivalente de la pectina hace referencia al grado de ácido –D galacturónico que la muestra alcance en la hidrólisis, quiere decir que si la pectina tiene un peso equivalente alto la cadena del ácido D-galacturónico tuvo menor fragmentación durante la hidrólisis con el ácido que se utilice para realizar la hidrólisis y las pectinas con menor peso equivalente tienen mayor fragmentación de la cadena del ácido D-galacturónico. También el peso equivalente tiene relación con el tiempo de extracción de la pectina, entonces si hay un mayor tiempo de extracción de pectina se obtiene mayor cantidad de pectina, y así da como resultado menor peso equivalente debido a que conlleva a una degradación de las mismas. (Mónica Cisneros, 2019).

9.8 Acidez Libre (AL)

La acidez libre determina la cantidad de Acido D- galacturónico que la pectina tenga después de realizar la hidrólisis ácida, la acidez libre se puede encontrar levemente o en gran cantidad en la pectina, seguramente debido a que la acidez libre aumenta a medida que los pH son bajos, ya que se desesterifican los grupos carboxilos y su naturaleza se modifica disminuyendo su estado como forma de sales o esteres y aumentando su presencia como grupos ácidos. (Barreto; De Alva; et.al 2017)

9.9 Acido D-galacturónico

Este parámetro indica el grado de pureza que tiene la pectina, el ácido d-galacturónico es el componente que en mayor parte está en la pectina, está unido por enlaces glucosídicos α 1-4, por otra parte se ha establecido que el contenido mínimo de ácido galacturónico para que una pectina sea relevante para la industria alimentaria es del 65%. . (Barreto; De Alva; et.al 2017)

9.10 Porcentaje de Metoxilo

El porcentaje de Metoxilo está asociado con el pH, es decir si se quiere obtener pectinas con gelificación de pectinas de alto metoxilo se debe llegar a un pH bajo, en consecuencia, las pectinas de alto metoxilo formarán geles a pH entre 1 y 3,5, con contenidos de azúcar entre el 55% como mínimo y el 85%. Es así como las pectinas de metoxilo bajo la función que tiene para la formación de geles son diferentes, debido a que la unión entre cadenas se produce a través de iones de calcio, que forman puentes entre las cargas negativas. (Miguel Calvo, s.f)

Por tal razón, para cada tipo de pectina con un grado de metoxilación determinado existe una composición óptima de concentración de azúcar y pH, aunque se pueden obtener geles dentro de un cierto rango de pH. (Calvo, s.f)

9.11 Grado de esterificación (GE)

El grado de esterificación es el grado en que puede llegar a gelificarse la pectina, en las pectinas de alto metoxilo influye mucho sobre sus propiedades. Debido a que a mayor grado de esterificación, mayor es la temperatura de gelificación. Por ejemplo, una pectina con

un grado de esterificación del 75% es capaz de gelificar ya a temperaturas de 95°, y lo hace en muy pocos minutos a temperaturas por debajo de 85°C estas se llaman "pectinas rápidas".

Por el contrario, una pectina con un grado de esterificación del 65% no gelifica a temperaturas de 75°C, y tarda alrededor de media hora en hacerlo, estas son "pectinas lenta". Además, las pectinas con un grado de esterificación mayor forman geles que son irreversibles térmicamente, mientras que los geles formados por pectinas de grado de esterificación menor son reversibles. (Calvo, s.f)

10. Aplicación Industrial de la Pectina

La pectina se utiliza como un agente gelificante en una variedad de productos alimenticios tales como productos de frutas para untar, postres, y confitería. La pectina también actúa como espesante en preparaciones de frutas, productos lácteos, como helado, rellenos para panaderías, glaseados, aderezos y condimentos. En sorbetes, la pectina controla el crecimiento de la cristalización del hielo y la reacción del licuado. Cuando se utiliza en bebidas, la pectina proporciona un gusto al paladar, consistencia y enaltece la estabilidad de la pulpa. (Mannie, E. 2008).

La fortaleza iónica y el tipo de ion influyen en el comportamiento gelatificante de la pectina. Por su textura molecular, la pectina con bajo metoxilo y pectina cítrica han aumentado la afinidad con cationes, especialmente iones de calcio. Para productos de confitería, el crecimiento afín con iones puede ser problemático, ya que conlleva una reacción gelatificante más firme. En este caso, como tolerancia enaltecedora, la pectina de manzana se puede utilizar para cationes. Algunas veces la pectina también interactúa con proteínas, así

como caseína y soya, entonces la pectina se puede utilizar para estabilizar el contenido de proteína en bebidas como licuados. (Mannie, E. 2008).

En la industria farmacéutica se han realizado estudios que indican que la pectina como otros polisacáridos, es capaz de atravesar de forma inalterada la mayor parte del tracto digestivo, pero al alcanzar el colon va a sufrir una biodegradación específica por las enzimas producidas por las bacterias que forman parte de la flora colónica. (Roth et al; 1995)

Estas enzimas fermentan la pectina originando gases como hidrógeno, dióxido de carbono y metano, y ácidos grasos de cadena corta (acetato, propionato, butirato, lactato), los cuales ejercen un efecto protector a desórdenes intestinales agudos o crónicos (Marti et al; 2003). Por otro lado la pectina ha demostrado ser un compuesto capaz de mejorar la estructura de la mucosa del intestino, prolongar el tránsito intestinal, y actuar frente a procesos diarreicos, debido a que incrementa la solidez de las heces y mejora la reabsorción de agua en el colon (Roth et al; 1995)

En bibliografías encontradas sobre pectinas de agua miel del café, se pudo evidenciar que debido a la capacidad que tiene de gelificar la pectina puede ser una opción de coagulante “ (Garcia Palma, 2009)” al realizar la extracción de pectinas de aguas mieles del café, muestra la viabilidad de la extracción de este tipo de pectinas, también “ (Monroy , 2014)” hace referencia a las pectinas del agua miel del café ya que lo que él hizo en su trabajo fue evaluar las propiedades fisicoquímicas del agua miel y allí extrajo pectinas, por otro lado “Cenicafe” en uno de los estudios que le ha realizado a este residuo evaluó siete métodos en donde se puede extraer pectina de este residuo.

Es por esta razón que en esta investigación se empleó la pectina como coagulante por sus propiedades, debido a que es un tipo de coagulante es de origen natural, los coagulantes naturales provienen de material vegetal o animal que actúan de modo similar a los coagulantes sintéticos, aglomerando las partículas en suspensión que contiene las aguas crudas, facilitando la sedimentación y la turbidez que tiene ésta. Los agentes coagulantes y floculantes naturales, principalmente polisacáridos, son considerados ambientalmente amigables en comparación con los agentes orgánicos e inorgánicos debido a su biodegradabilidad (Diamadopoulos. 2009).

11. METODOS DE EXTRACCIÓN DE PECTINA

11 .1 EXTRACCIÓN POR MEDIO DE HIDRÓLISIS ÁCIDA

La hidrólisis ácida consiste en un proceso químico que, mediante el empleo de catalizadores ácidos, transforma las cadenas de polisacáridos que forman la biomasa (hemicelulosa y celulosa) en sus monómeros elementales en este caso con NaOH. Existen muchos procesos patentados para obtener pectinas; en cada uno de ellos, se obtienen productos de diferente calidad; así sus aplicaciones dependen mucho del método de obtención. Esto es entendible considerando la complejidad estructural y la variación natural de estos polisacáridos de las plantas, que dependen por ejemplo de la especie, condiciones de maduración y del tipo de almacenamiento.

En resumen, la materia prima es suspendida en agua caliente con la cantidad necesaria de un ácido fuerte. Después de un tiempo, la solución resultante es retirada de los sólidos no solubles mediante la filtración; luego, se mezcla con alcohol, cuando la pectina precipita. El

precipitado es extraído y se purifica lavando en más alcohol; finalmente, es secado y molido. (Guidi; A, Arandia; M. 2010).

Trabajos en los que se aplico la hidrólisis acida, obtuvieron resultados favorables en cuanto al planteamiento de sus objetivos, algunos de ellos como el de la extracción de pectina de la cascara del limón Tahití (Tabla 5) (Pua; Barreto; et al , 2015), otro en los que se obtuvo buena eficiencia utilizando la hidrólisis fue trabajo en el que se extrajo pectina de la cascara de Arveja (Tabla 6) .(Quispe, 2017)y también se realizo hidrólisis en la extracción de pectinas del agua miel del café donde se lograron resultados favorables (Tabla 7) .(Garcia 2009) . Cada uno de ellos manejo diferentes parámetros para realizar la hidrólisis, ya que todos los residuos son diferentes y las condiciones para extraer la pectina se adapta al tipo de residuo.

Tabla 5. Condiciones Hidrólisis Limón Tahití

CONDICIONES OPTIMAS DE EXTRACCIÓN		
CONDICIÓN	PECTINA EXTRAIDA ETADO DE MADURACIÓN	PECTINA EXTRAIDA ESTADO DE MADURACIÓN 2
	1	
pH	2.5	2.0
Tiempo (min)	45	75
Temperatura (°C)	100	90
Rendimiento (%)	1,26	0,9

Fuente (Pua; Barreto; et al, 2015)

Tabla 6. Condiciones Hidrólisis cascara de Arveja

Muestra (N°)	Tiempo (min)	Eficiencia de obtención de pectina (%)
1	40	87,70
2	50	89,96
3	65	90,83
4	70	91,00
5	75	91,50
6	80	91,90
7	85	92,33
8	90	92,33

Fuente. (Quispe, 2017)

Tabla 7. Condiciones Hidrólisis Agua miel

Factor	Bajo	Alto	Optimo
temperatura (°C)	50.0	70.0	70.0
pH	2.5	3.5	3.5
tiempo (min)	20.0	60.0	45.9617

Fuente. (Garcia 2009)

11.2 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS (EAM)

La extracción asistida por microondas es un método recientemente utilizado con el propósito de liberar la pectina a partir de diversas materias primas y con su utilización se han encontrado resultados bastante deseables en el proceso de extracción de la pectina como la reducción de los tiempos de extracción, altos rendimientos en pectina y buena calidad del producto obtenido. La técnica de extracción asistida por microondas se basa en el uso de la

energía de microondas para conseguir que los compuestos de interés pasen rápidamente de la muestra a un disolvente adecuado, además, es una técnica que utiliza volúmenes pequeños de solvente y permite el control de una serie de parámetros que afectan a la eficacia de extracción. (Urango, Ortega, & al, 2018)

Este tipo de extracción de pectinas se realizó a partir de Cáscara de Maracuyá (*Passiflora edulis flavicarpa*) empleando Microondas, obtuvo un buen rendimiento lo que hace que este método pueda ser tenido en cuenta en el caso de querer realizar extracción de pectinas por otro método diferente a la hidrólisis, a continuación en la (tabla 8) se muestra el tratamiento en el que se obtuvo mayor rendimiento de pectina.

Tabla 8. Rendimiento en pectina de la cáscara del fruto de maracuyá.

Concentración de HCl (N)	Potencia (Wattios)	Rendimiento en pectina (%p/p) ± desviación estándar		
		t=60 s	t=80 s	t=100 s
0,12	600	47,94 ^a ±0,54	54,47 ^e ±0,73	59,07 ^g ±0,44
	800	48,80 ^b ±0,61	56,57 ^f ±0,77	59,86 ^g ±0,38
	1000	49,23 ^c ±0,39	58,22 ^{fg} ±0,43	61,02 ^{gh} ±1,22
0,18	600	49,30 ^c ±0,28	63,48 ^h ±0,24	63,64 ⁱ ±0,61
	800	53,34 ^d ±0,96	64,79 ⁱ ±0,34	66,52 ^k ±0,80
	1000	54,45 ^e ±0,28	65,91 ^j ±2,61	67,94 ^k ±0,86
0,24	600	50,75 ^c ±0,22	57,52 ^f ±0,86	65,79 ^{ik} ±0,91
	800	56,11 ^f ±0,79	64,97 ⁱ ±0,39	68,41 ^k ±0,84
	1000	60,00 ^g ±0,33	66,93 ^k ±0,34	68,73 ^m ±0,30*

Fuente (Urango, Ortega, & al, 2018)

12. COAGULANTES A PARTIR DE POLISACARIDOS

Para la remoción de partículas en el agua y un adecuado tratamiento de esta es importante la coagulación, puesto que es fundamental para garantizar la eficacia del

tratamiento de aguas residuales. De este modo es indispensable realizar de manera adecuada la coagulación, ya que parámetros como el color, olor, turbiedad, pH entre otros tienen una respuesta favorable en la realización de este proceso.

La coagulación usualmente se realiza mediante el proceso llamado prueba de jarras, debido a que en estas se hacen pruebas a pequeña escala, por lo que con la prueba de jarras se simula una planta de tratamiento de aguas y de esta forma nos damos cuenta de que tan efectivo fue o no el proceso para los posteriores tratamientos del agua, puesto que determinan. (Salcedo. 2008)

Este ensayo se debe realizar teniendo en cuenta, características particulares debido a que para cada tipo de agua a estudiar, se tienen en cuenta diferentes condiciones de diseño, como concentración del coagulante y dosis óptima de este, para la optimización de los resultados en el proceso y la efectividad en la remoción de los sólidos que esta pueda tener. (Salcedo. 2008)

Por su parte, Buenaño (2017) manifiesta que “si bien la utilización de coagulantes naturales para el proceso de potabilización ha sido ampliamente cubierta, no se ha considerado utilizar residuos alimenticios como fuente del coagulante natural” este autor menciona esto ya que el enfoque de su estudio era otro, pero también menciona que si la fuente de residuos que tiene esas propiedades tan particulares como la de gelificar, se les aprovechara no solo se disminuirá la problemática que actualmente se está viviendo a nivel ambiental sino también económica y social. Por este motivo es importante revalorizar los residuos para generar un bien común y aportar de manera positiva a las problemáticas ambientales.

13. JUSTIFICACIÓN

Debido a la crisis ambiental actual se ha formulado la estrategia de economía circular como la más pertinente para intervenir en los procesos de producción y consumo sostenible. Específicamente, la economía circular puede ocuparse de encontrar rutas de aprovechamiento para los residuos de la producción agrícola y agroalimentaria contribuyendo a reducir los impactos ambientales y generando nuevas cadenas productivas. En el caso particular de Caldas, el cultivo y producción de café continúa siendo un importante renglón de la economía.

El proceso de beneficio emplea grandes cantidades de agua y a su vez genera un volumen importante de efluentes líquidos con alta carga orgánica, los que en su mayoría son vertidos al ambiente sin tratamiento alguno. Esta propuesta de proyecto de investigación se enfoca en la posible valorización de una corriente del proceso de beneficio del café originada en el proceso de desmucilaginado (aguamiel), que, por sus características fisicoquímicas se ofrece como una posible fuente importante de moléculas especializadas llamadas polisacáridos, las cuales tienen múltiples aplicaciones en el sector industrial.

Al valorizar este residuo se puede obtener un producto como el polisacárido llamado pectina que a su vez puede usarse como coagulante en el tratamiento por coagulación-floculación de las aguas residuales en el proceso del aguamiel del café. De lograrse el objetivo de este proyecto se contaría con una estrategia para contribuir a la competitividad del negocio del café, lo que valoriza uno de sus residuos en un producto de alto valor agregado que puede dar lugar a nuevas fuentes de negocio e incluso, podría ser usado para el tratamiento de las aguas residuales del proceso consolidando con ello una estrategia de economía circular.

Al realizarse este método de extracción de pectinas por medio de la hidrólisis ácida y según las bibliografías consultadas, la extracción de pectina de agua miel de café sigue siendo un procedimiento que se conoce poco. Se realizó el diseño experimental para establecer el análisis estadístico con el fin de evaluar diferentes variables como la temperatura, el pH y el tiempo, debido a que son las más significativas en el procedimiento de la extracción de pectina y de esta manera obtener conclusiones que sean objetivas para la investigación.

14. METODOLOGÍA

14.1 OBTENCIÓN Y PREPARO DE LA MUESTRA

La muestra fue obtenida posterior al proceso de desmucilaginado mecánico, éste se realizó en una finca cafetera ubicada en la zona sur-occidente del departamento de Caldas en el municipio de San José a una altura de 1710 m.s.n.m teniendo en cuenta el protocolo y la cadena de custodia indicado para la conservación de la muestra. Se tomaron muestras de la corriente de salida en recipientes de vidrio; esto con el fin de que la muestra se conservará y así evitar su descomposición. Las muestras fueron trasladadas al laboratorio de la universidad católica de Manizales

La variedad de café utilizada en la investigación es la especie *coffea arábica* o café arábigo, esta especie es una de las más delicadas y tiene como característica crecer en tierras altas de montaña entre 900 y 2000 m.s.n.m.

La refrigeración, hasta por 24 a 30 horas, a temperatura inferior a 8°C resulta una forma de conservación adecuada para el agua miel o mucílago, esta mínima temperatura inhibe el crecimiento y el metabolismo de las levaduras y bacterias naturales del

mucílago de café, por lo que hace que se retrase las fermentaciones alcohólica y láctica.
(Puerta, Ríos. 2011)

Para la conservación adecuada de la muestra, se tuvo en cuenta la Norma Técnica Colombiana, la cual indica las directrices para la preservación y manejo de las muestras (NTC- ISO 5667-3), ya que esta da las pautas que se deben tener en cuenta para preservar y transportar muestras de agua, con excepción las muestras microbiológicas. Estas directrices son tenidas en cuenta en particular para una muestra que no se puede analizar en el sitio y tiene que ser transportada para analizarla en el laboratorio. (ICONTEC, 2004)

Después de tener la muestra recolectada en el laboratorio y debidamente refrigerada, se procede a preparar la muestra para llevar a cabo la hidrólisis, primero se realiza la filtración de la muestra por medio de un filtro o tamiz, para quitar cualquier tipo de sólido que tiene el agua miel como ramas, cascara entre otros residuos gruesos que tenga la muestra y solo se utilizara para hidrólisis el líquido filtrado, la preparación se hace en seis beakers de 350 ml puesto que la hidrólisis se hará en un equipo de flujo cerrado el cual tiene 6 tubos y no deben quedar muy llenos para que se haga adecuadamente el proceso, de esta manera se pone en cada uno de los beakers 200ml de agua miel y 50 ml de agua destilada y se procede a preparar la muestra para la hidrólisis. (García, 2009)

14.2 Caracterizar fisicoquímicamente el residuo de aguamiel del café.

- Se caracterizo fisicoquímicamente la muestra de agua miel del café, antes de realizar la extracción de pectinas del residuo ya que es un tipo de agua que contiene gran cantidad de materia orgánica y posee características que son importantes identificarlas antes del proceso de extracción.

14.2.1 Determinación del pH

Este parámetro se tomo al iniciar las pruebas ya que para llegar al pH que se necesita en la hidrólisis, debemos saber la acidez o basicidad de la muestra, este se realizo teniendo en cuenta la Norma Técnica Colombiana (NTC 3651) pues dicha normativa establece los principios y los métodos para determinar el pH en cualquier tipo de agua. (ICONTEC, 2012)

14.2.2 Determinación de Turbiedad

El análisis de la turbidez se toma inicialmente ya que es una medida en la que nos indica el grado en el cual el agua pierde su transparencia debido a la presencia de partículas en suspensión y sabremos dependiendo el valor cuantos más sólidos en suspensión hay en el agua, más sucia parecerá ésta y más alta será la turbidez (Lenntech, 2015), este parámetro se analizo bajo la Norma Técnica Colombiana (NTC 4707) la cual especifica el método nefelometrico para determinar la turbiedad en el agua. (ICONTEC, 1999).

14.2.3 Determinación de la Conductividad

La determinación de este parámetro refleja la capacidad del agua para conducir corriente eléctrica, y está directamente relacionada con la concentración de sales disueltas en el agua. Por lo tanto, la conductividad eléctrica está relacionada con TDS. (smart-fertilizer, s.f). Las indicaciones para tomar la conductividad se realizaron basadas en la (ASTM-D1125-14), esta da paso a paso los métodos de prueba que cubren la determinación de la conductividad eléctrica y la resistividad del agua. (document-center, 2014)

Estos métodos de prueba son aplicables para propósitos tales como la detección de impurezas y, en algunos casos, la medición cuantitativa de componentes iónicos disueltos en aguas. Estos incluyen electrolitos disueltos en aguas naturales y tratadas, como agua de caldera, agua de alimentación de caldera, agua de refrigeración y agua salina y salobre. (document-center, 2014).

14.2.4 Determinación de Sólidos Totales SST

El análisis de SST permite estimar los contenidos de materias disueltas y suspendidas presentes en un agua, pero el resultado está condicionado por la temperatura y la duración de la desecación. Su determinación se basa en una medición cuantitativa del incremento de peso que experimenta una cápsula previamente tarada tras la evaporación de una muestra y secado a peso constante a 103-105oC. (Eumed.net, s.f).

La normativa para analizar este parámetro es la Norma técnica Colombiana (**NTC-ISO 5667-2**), esta da las técnicas generales de muestreo en especial los SST, la que es necesaria tener en cuenta ya que las técnicas que da son necesarias para realizar los análisis con propósitos de calidad e identificación de fuentes de contaminación del agua. (ICONTEC, 1995)

15. Proponer y probar experimentalmente un protocolo para la valorización del residuo.

Figura 7. Extracción de pectinas en el equipo de reflujo cerrado



El protocolo que se utilizó como base para la valorización del residuo, fue tomado de la literatura encontrada, aunque se realizaron algunos ajustes a la metodología base puesto que se realizó con un equipo de reflujo cerrado, ya que este equipo ayudó a tener mejor rendimiento de los experimentos a la hora de realizar la extracción. El equipo se programó a una temperatura de 90°C con un precalentamiento de 15 minutos, pasado este tiempo se ponen las muestras en el equipo y se inicia la hidrólisis por un tiempo de 50 minutos controlando la uniformidad de la temperatura, lo que hace que sea una forma más adecuada para realizar este procedimiento.

La metodología que se utilizó fue tomada del procedimiento que realizó el autor “Quisque, 2017” en su tesis de grado “*Obtención de pectina de alto y bajo metoxilo de la cáscara de arveja (pisum sativum), por el método de hidrólisis ácida*”

15.1 Precipitación

En la etapa de precipitación de las pectinas se pueden emplear sales o alcoholes. Se prefieren estos últimos porque al usar las pectinas en la industria de alimentos se evitan residuos, mientras que con las sales es necesario un lavado muy cuidadoso para retirar todo el residuo. En la precipitación de las pectinas se recomienda un volumen de alcohol al 80% de la solución que se va a precipitar. Sin embargo, en ensayos de laboratorio se encontró que disminuyendo el volumen de alcohol a un equivalente de 60% del volumen de la solución no se disminuye el rendimiento de una manera notable y si disminuyen los costos sustancialmente (Rojas, Perea, & Stashenko, 2008). Para esta etapa del proceso se empleará etanol 95% o 96%. (Quispe, 2017)

Figura 8. Diagrama de la obtención de pectina



16. Caracterizar fisicoquímicamente el producto obtenido.

16.1 Contenido de Humedad:

Se hizo mediante pérdida por secado utilizando una estufa de desecación se agregaron 0.5 g de pectina en una cápsula de porcelana seca previamente tarada, se introdujo la cápsula con muestra a la estufa y se dejó durante 60 minutos a una temperatura de 105°C. Luego se dejó enfriar y se pesó la cápsula con pectina desecada, se repitió este último proceso hasta obtener un peso constante. Se aplica la (Ecuación 1)

16.2 Contenido de Cenizas: Se determinó mediante el cálculo de pérdida por ignición utilizando la Mufla Terrígeno, ésta se programó a 550 °C y se sometieron las muestras a esta temperatura durante 1 hora. (García, 2009)

Ec. 1

$$\text{Porcentaje de Humedad}$$
$$\% \text{Cenizas Base seca} = \frac{\text{peso de cenizas}}{\text{peso de la muestra}} * 100$$

16.3 Determinación del peso equivalente (PE) y acidez libre (AL)

Para la determinación del peso equivalente y de la acidez libre por titulación (Ecuación 2 y 3), se empleó la técnica de Owens (Pruthi, Mookerji, & Lal, 1960), la cual consiste en pesar en 50 un vidrio de reloj pequeño 500 mg de sustancia péctica, trasladar cuantitativamente a un Erlenmeyer de 250 ml, con la ayuda de unos 5 ml o la cantidad mínima necesaria de alcohol de 95-96% para humedecerla, agregar 100 ml de agua destilada, y 6 gotas de indicador fenolftaleína. Se agitó y se tituló con NaOH 0,1N, hasta viraje de color

amarillo a rojizo. La figura 10 es la muestra inicial de pectina, mezclada con etanol, agua destilada y fenolftaleína como indicador. Se observa el color amarillo.(Quispe, 2017)

Ec 2.

$$\text{Peso equivalente}$$
$$PE = \frac{\text{mg componente ácido}}{\text{meq NaOH}}$$

Ec 3.

$$\text{Acidez Libre}$$
$$\% AL = \frac{\text{meqNaOH}}{\text{g de componente ácido}}$$

Figura 10.Muestra con fenolftaleina



Fuente propia

Aplicando la técnica de Owens, queda una solución de color rojizo, la cual es el resultado de la titulación. (Quispe, 2017)

16. 4 Determinación del porcentaje de metoxilo y grado de esterificación

A la solución empleada para la determinación del peso equivalente se le agrega aproximadamente 25 ml de hidróxido de sodio (NaOH) a 0.1 N, y se agita perfectamente, se deja reposar por 30 minutos a la temperatura ambiente. Luego se agrega, 25 ml de la disolución de ácido clorhídrico (HCl) 0.25 N o la cantidad equivalente de ácido para neutralizar la soda adicionada. Se agita y se lleva a cabo la titulación con solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.1N, tomando como punto final de la titulación un color rojizo permanente por 20 segundos. (Quispe, 2017) Se usa la siguiente Ecuación 4

Ec. 4

$$\begin{array}{c} \text{\% Contenido de Metoxilo} \\ \text{\%Metoxilo} = \frac{\text{meq de NaOH} * \text{PM del metoxilo}}{\text{peso de la muestra en mg}} * 100 \end{array}$$

El porcentaje del grado de esterificación (Ecuación 5) se calcula dividiendo los miliequivalentes gastados del hidróxido de sodio en la determinación del contenido de metoxilo entre la suma de los miliequivalentes gastados de hidróxido de sodio en la determinación de la acidez libre y los miliequivalentes gastados del hidróxido de sodio en la determinación del contenido de metoxilo, finalmente multiplicando este valor por 100. (Quispe, 2017)

Ec 5

$$\begin{array}{c} \text{Grado de Esterificación} \\ \text{\% Esterificación} = \frac{\text{meq de NaOH}}{\text{meq NaOH(acidez libre)} + \text{meq NaOH (contenido de metoxilo)}} * 100 \end{array}$$

16.5 Determinación Porcentaje de ácido anhídrido galacturónico (AAG):

Permite conocer el grado de pureza de la sustancia péptica (Ecuación 6), debido a que la pectina es un polisacárido constituido no solo por ácido D-galacturónico, sino también, en su estructura, el 10% o más de la cadena puede representar otros azúcares, como arabinosa, glucosa y ramnosa.

Ec 6

$$\text{Acido Galacturónico}$$
$$\% \text{AGG} = \frac{176 \times 100 - (\text{meqNaOH}(\text{acidez libre}) + \text{meq NaOH}(\text{contenido de metoxilo}))}{\text{peso de la muestra en mg}}$$

16.6 Determinación del rendimiento de pectina:

El Rendimiento de pectina se determina para analizar qué tanta pectina se pudo extraer, después de haber hecho la caracterización de esta y los procedimientos para obtenerla. La Ecuación 7 indica que se debe tener en cuenta para obtenerla.

Ec. 7

$$\% \text{Rendimiento de pectina} = \frac{\text{g pectina}}{\text{L de agua miel}} \times 100$$

16.7 Almacenamiento:

Después de realizar las pruebas de extracción y caracterización de la pectina, la pectina sobrante se almacena de manera que no se deteriorara en un frasco de vidrio limpio, tapado herméticamente, a temperatura ambiente en un lugar seco.

17. Evaluación del producto como coagulante:

En el test de jarras se hizo uso del laboratorio de operaciones unitarias, ubicado en las instalaciones de la Universidad Católica de Manizales, donde se inició con el ensayo de la determinación de turbidez del agua miel de café. Se realizó cuatro ensayos con coagulantes diferentes. El primer ensayo se realizó con un coagulante comercial en este caso Sulfato de

Aluminio donde la turbidez inicial fue de 75,9 NTU. El segundo ensayo se realizó con pectina comercial para evaluar si se tenía algún potencial como coagulante natural, el tercer ensayo se realizó con la pectina extraída con una dilución de 1,5 g de pectina en 100 ml de agua destilada, la muestra de agua miel tenía una turbidez inicial en el agua de 73 NTU, el cuarto y último ensayo también se realizó con la pectina extraída en una dilución de 5 g de pectina en 20 ml de agua destilada con una turbidez inicial en el agua de 80,5 NTU

La dosis que se adicionó a cada test de jarras fue estimada con un rango de 0,5. Teniendo como dosis finales 0.5, 1, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0 adicionadas a cada jarra con un volumen de 1 litro de muestra de agua miel. La mezcla rápida fue de 1 minuto a 120 rpm después se realizó la mezcla lenta por 20 minutos a 40 rpm.

18. Diseño Experimental

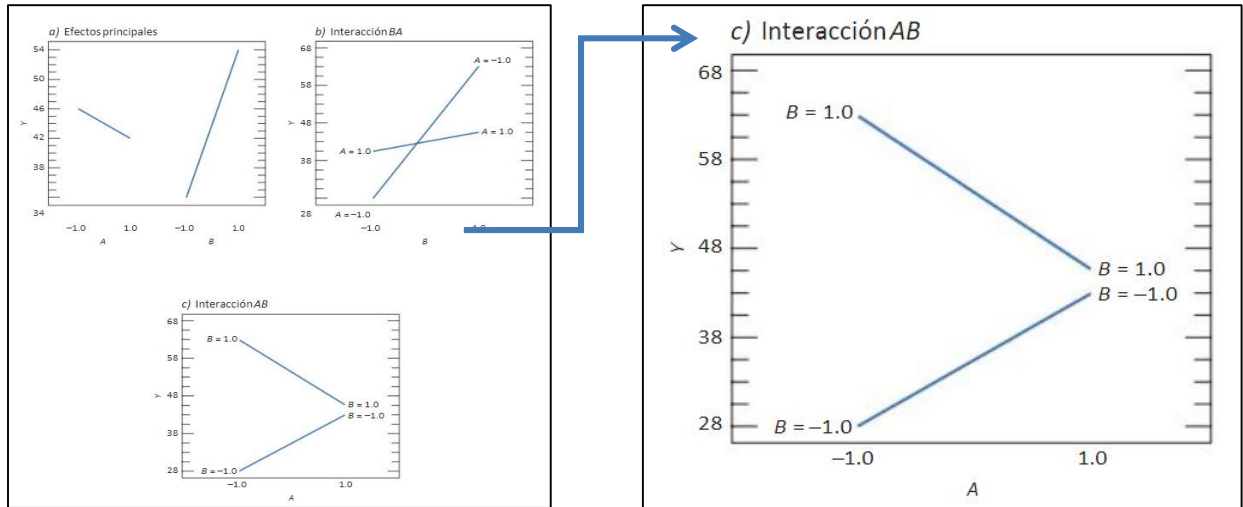
Se realizó el diseño experimental sobre las variables de respuesta del trabajo, el diseño factorial utilizado fue 2^3 con 3 puntos centrales y once ensayos realizados por triplicado. Cada ensayo se evaluó con tres factores independientes para el análisis que fueron temperatura, pH y tiempo. Como variables de respuesta se escogieron las principales características que demuestran presencia de pectinas en la muestra, estas variables de respuesta fueron: Acido Anhidro-Galacturónico (AAG), Peso Equivalente (PE), Acidez Libre (AL), contenido de Metoxilo (%Metox) y Grado de Esterificación (GE). En el diseño experimental se plantearon las hipótesis H_0 como hipótesis nula y H_1 como la hipótesis alternativa.

H_0 : Es la variable de entrada que no presenta un efecto significativo sobre la variable de salida.

H_1 : Es la variable de entrada que sí presenta un efecto significativo sobre la variable de salida

Los efectos que pueden analizar en un diseño experimental pueden ser un efecto principal y efecto de interacción, este efecto se puede definir como el cambio que sufre la variable de respuesta, ya sea positivo o negativo. En este caso para este análisis se evaluó el efecto de interacción, donde dos factores interactúan de una manera significativa en la variable de respuesta cuando el efecto de uno depende del nivel en que esta el otro (Santiesteban, 2017).

Para interpretar de qué manera el efecto de interacción afecta la variable de respuesta, se debe analizar con detalle lo que pasa en Y cuando se mueve un factor dependiendo del nivel en el que este el otro. Un ejemplo de (Santiesteban, 2017) es en el caso del inciso c de la figura 9 se aprecia que si A se cambia de su nivel (-1) al (1), cuando $B = -1$, la respuesta Y también se incrementa; pero si $B = 1$ la respuesta decrece de manera importante. En otras palabras el factor A tiene un efecto positivo o negativo sobre Y



Para analizar los efectos de interacción que pueden tener los factores independientes en las variables de respuesta, según Montgomery (2008) se puede hacer una representación con un modelo de regresión del experimento factorial

Ec. 8

$$y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3$$

Dónde:

Y : Es la respuesta,

β : Son parámetros cuyos valores deben determinarse,

X_1 : Es una variable que representa al factor A

X_2 : Es una variable que representa al factor B

X_3 : Es una variable que representa al factor C

Cada factor independiente se estudió en tres niveles diferentes, los niveles fueron (-1, 0, +1) de acuerdo a lo encontrado en Montgomery (2008)

TABLA. 9 Niveles de las variables independientes para la extracción de la pectina

VARIABLES	NIVELES		
	-1	0	1
<i>Temperatura (T°C)</i>	60	75	90
<i>PH</i>	2	2,5	3
<i>Tiempo (minutos)</i>	30	40	50

El análisis se llevó a cabo por medio del software ActionStat utilizando la metodología de superficie de respuesta, analizando como respuestas el Ácido Anhidrogalaacturónico, el contenido de Metoxilo, el Peso Equivalente, Acidez Libre y Grado de Esterificación. Las siguientes ecuaciones matemáticas representan cada respuesta dependiendo de los factores independientes ya mencionados, cuyos coeficientes se obtuvieron en la regresión lineal para cada respuesta.

Ec. 9

$$AAG = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + a_{12}X_1X_2 + a_{13}X_1X_3 + a_{23}X_2X_3$$

Ec. 10

$$PE = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3$$

Ec. 11

$$AL = c_0 + c_1X_1 + c_2X_2 + c_3X_3 + c_{12}X_1X_2 + c_{13}X_1X_3 + c_{23}X_2X_3$$

Ec. 12

$$\%METOX = d_0 + d_1X_1 + d_2X_2 + d_3X_3 + d_{12}X_1X_2 + d_{13}X_1X_3 + d_{23}X_2X_3$$

Ec. 13

$$GE = e_0 + e_1X_1 + e_2X_2 + e_3X_3 + e_{12}X_1X_2 + e_{13}X_1X_3 + e_{23}X_2X_3$$

TABLA 10. Diseño Experimental 2^3 con 3 puntos centrales para la extracción de pectina

Ensayo	VALORES CODIFICADOS			VALORES REALES		
	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	pH	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	pH
1	-1	-1	-1	60	30	2
2	1	-1	-1	90	30	2
3	-1	1	-1	60	50	2
4	1	1	-1	90	50	2
5	-1	-1	1	60	30	3
6	1	-1	1	90	30	3
7	-1	1	1	60	50	3
8	1	1	1	90	50	3
9	0	0	0	75	40	2,5
10	0	0	0	75	40	2,5
11	0	0	0	75	40	2,5

19. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

19.1 CARACTERIZACIÓN AGUA MIEL

Después de haber realizado las respectivas pruebas de caracterización del agua miel antes de realizar la extracción de pectinas, estos fueron los resultados obtenidos, en la tabla 9 se muestran y también se mencionan las referencias que realizaron la medición de estos parámetros antes de comenzar la hidrólisis, lo que hace que el proceso tenga mejores resultados porque se tienen datos previos.

Tabla 11. Resultados de la caracterización del Agua Miel

Parámetro	Resultado	Referencias
pH	4,83	* (Garcia , 2009)
Turbiedad (NTU)	80,5	* (Barrios, 2012)
Conductividad(μ S/cm)	2,35	* (Apolo , 2019)
Sólidos Totales (%)	17,8	

Tabla 12. Resultados de humedad

Muestra	Peso Crisol	Peso papel	Peso: Crisol papel +muestra	Peso seco después del secado en la estufa
1	33,85	0,0981	34,4024	33,97
2	36,86	0,0980	37,4023	36,98
3	24,79	0,0979	25,3012	24,91

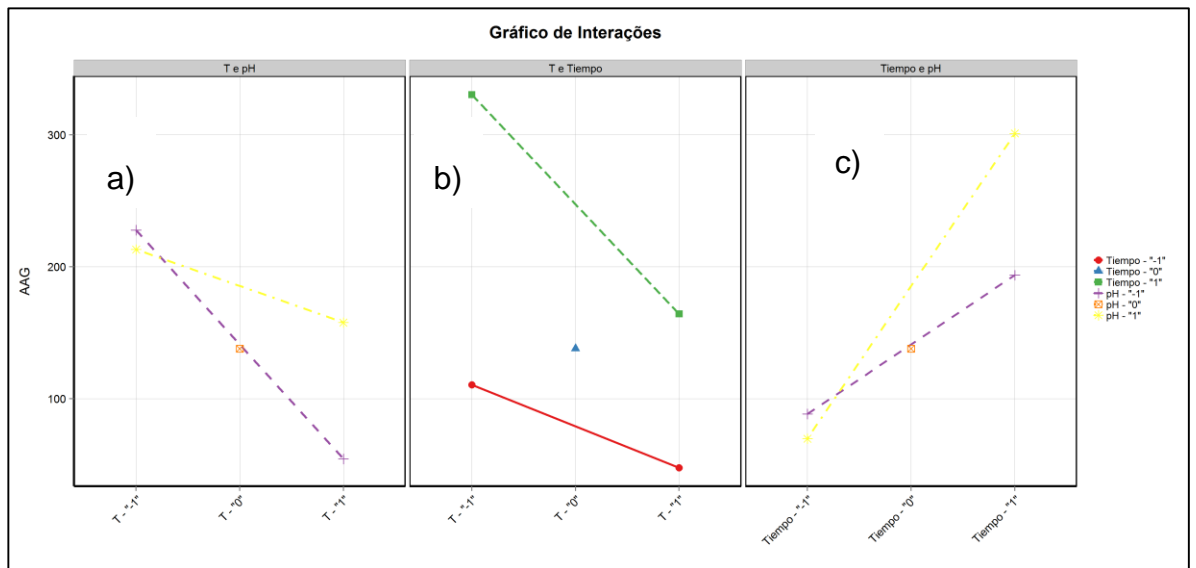
Tabla 13. Resultados de Ceniza

Muestra	Peso Capsula	Peso: Capsula + Muestra	Peso seco después de la mufla
1	20,198	24,660	20,763
2	21,335	24,177	20,267
3	20,692	25,205	21,402

19.2 EXTRACCIÓN DE PECTINAS- DISEÑO EXPERIMENTAL

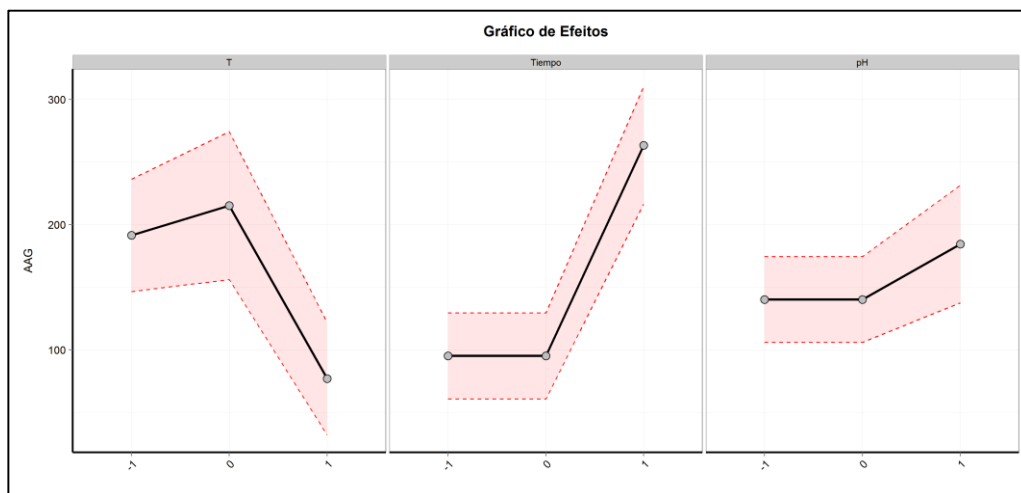
19.2.1. Determinaci

Figura 10. Gráfico de interacción para la variable de Ácido Anhidrogalaucturónico



El análisis realizado en la figura 10 se estimó un nivel de confianza del 95% para confirmar la hipótesis nula, en la figura 10a se observa como la muestra tiene un pH de 3 indicando que es el nivel +1 teniendo en cuenta esta condición la temperatura a medida que aumenta, el Ácido Anhidrogalacturónico disminuye levemente así la muestra de pectina se encuentre con un pH de 2, esto también se puede evidenciar en la figura que pertenece a un gráfico de efectos que muestra el mismo comportamiento que se presenta en el gráfico de interacciones de la figura 11. En la figura b el tiempo se encuentra en un valor de 30 minutos correspondiente al nivel -1 y 50 minutos que corresponde al nivel +1, donde se puede analizar que a medida que la temperatura pasa de nivel -1 (60°C) al nivel +1 (90°C) el ácido Anhidro-Galacturónico disminuye. En la figura c el tiempo y el pH tienen efecto positivo en el ácido Anhidro-Galacturónico, a medida que pasa el tiempo y la muestra se encuentre con un valor de pH de 2 o 3, la variable analizada aumenta en la muestra.

Figura 11. Gráfico de Efectos para la variable de Ácido Anhidrogalacturónico



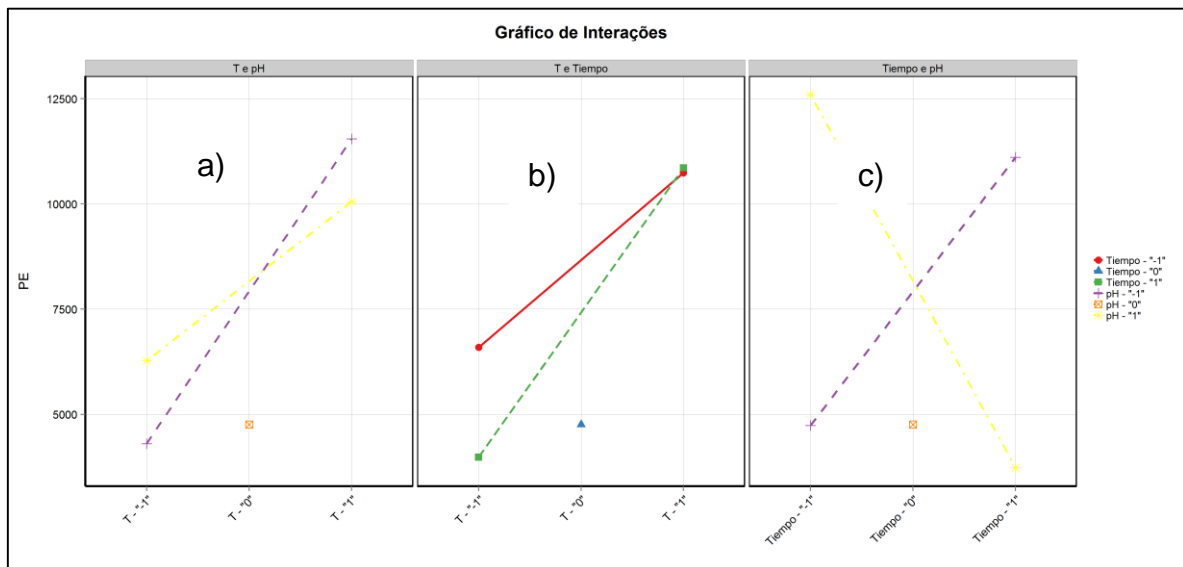
Considerando el modelo utilizado es posible representar el modelo matemático de las variables independientes en la ecuación 14

Ec. 14

$$AAG = 149,34 - 121,8 T + 156,85 t - 103,36 T:t + 118,1 T:pH + 126 t:pH$$

El modelo se aprobó por medio del análisis de varianza ANOVA, para un intervalo de confianza de 95%, donde se muestra estadísticamente que el ajuste para esta variable de respuesta ácido Anhidrogálico AAG, tuvo un ajuste de 78% para este intervalo de confianza

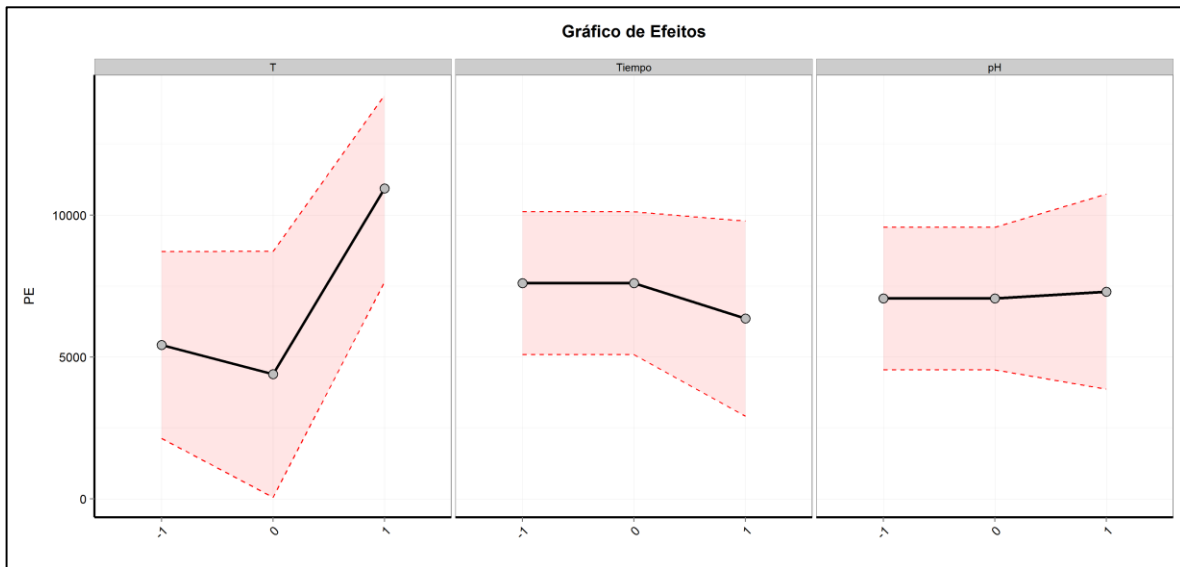
Figura 12. Gráfico de Interacciones para la variable de Peso equivalente



Para el análisis de la figura 12 se tuvo en cuenta un intervalo de confianza del 95%, se observó en la figura 12a como la temperatura tiene interacción con el factor pH, cuando el pH se encuentra en el valor de 3 correspondiente al nivel +1 y el nivel de temperatura pasa de -1 (60°C) hasta el nivel +1 (90°C) el peso equivalente aumenta en la muestra. De la misma forma se observa como el pH en el nivel -1 que corresponde a 2 muestra la misma interacción de la temperatura que va en aumento y el peso equivalente muestra la interacción positiva que

tiene con estos factores. En la c se puede observar cuando el PH se encuentra en el nivel -1 que corresponde a 2 y el tiempo transcurre de 30 minutos a 50 minutos el factor de peso equivalente muestra una tendencia de aumento, sin embargo, cuando el PH tiene un nivel +1 correspondiente a 3 y el tiempo aumenta a 50 minutos el peso equivalente muestra una disminución, concluyendo así que el PH no debe exceder ya que influye negativamente en la muestra en cuanto a los carboxilos libres que se pueden encontrar allí. Los factores analizados que pueden influir positiva o negativamente en la variable analizada en este caso el peso equivalente, se pueden ver detalladamente en la figura 1

Figura 13. Gráfico de efectos para el Peso Equivalente

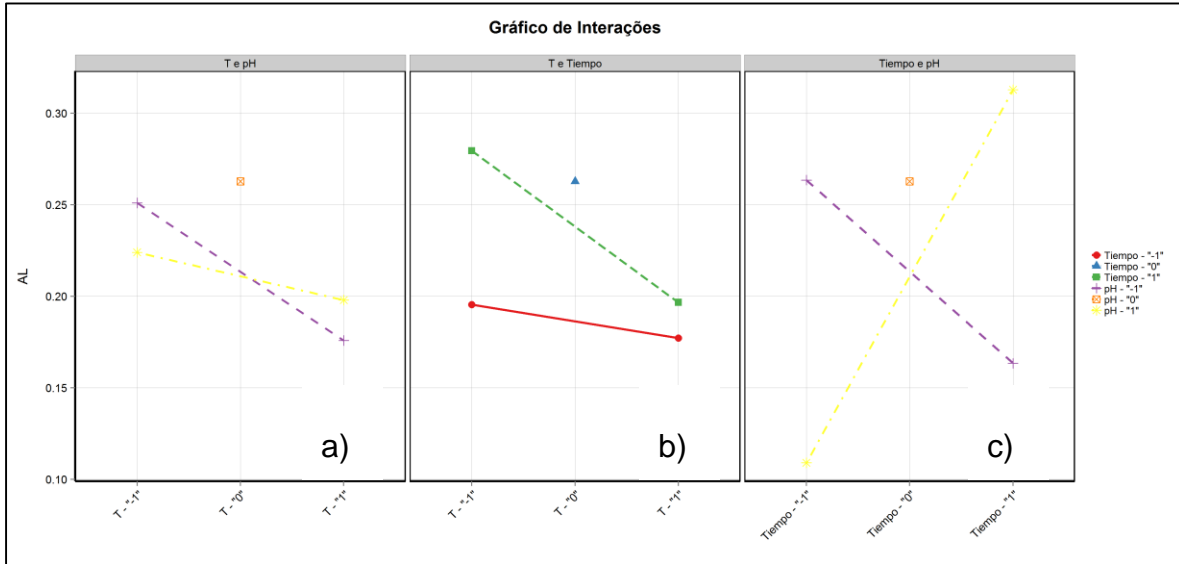


El modelo matemático que se desarrolló para esta variable teniendo un intervalo de confianza del 95% y un ajuste de 0,59 para la variable de respuesta es:

Ec.15

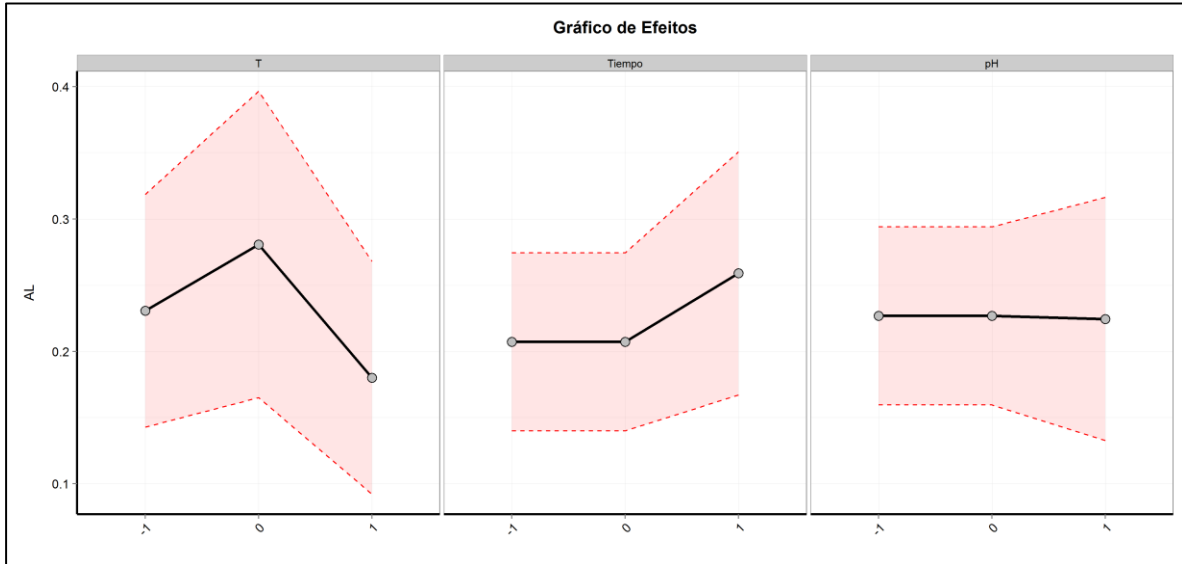
$$PE = 1981,9 + 5512,037 * T - 15237,037 * t * pH$$

Figura 14. Gráfico de Interacciones para la variable de Acidez Libre



Para el análisis de esta variable se utilizó un intervalo de confianza de 95%, se puede observar como en la figura 14a el pH está en sus valores que corresponden al nivel -1 (2) y el nivel +1 (3) y la temperatura muestra un aumento de -1 (60°C) a +1 (90°C) la variable de acidez libre muestra una disminución leve en cuanto a estos factores, en la figura 5c se puede observar cuando el PH de nivel +1 (3) y el tiempo pasa de nivel -1 (30 min) a nivel +1 (50 min) la variable de acidez libre presenta un aumento en la muestra, evidenciando que el PH es una factor con efecto positivo cuando está en un nivel mayor y efecto negativo cuando se encuentra en un nivel bajo que en este caso corresponde a un valor de 2. Se puede evidenciar en la figura 15 del grafico de efectos como el factor de temperatura tiene influencia en la variable si se analiza individual, al pasar de un nivel -1 al punto medio la acidez libre aumenta, cuando se pasa del punto medio al nivel alto +1 la variable disminuye en la muestra.

Figura 15. Gráfico de efectos para la Acidez Libre

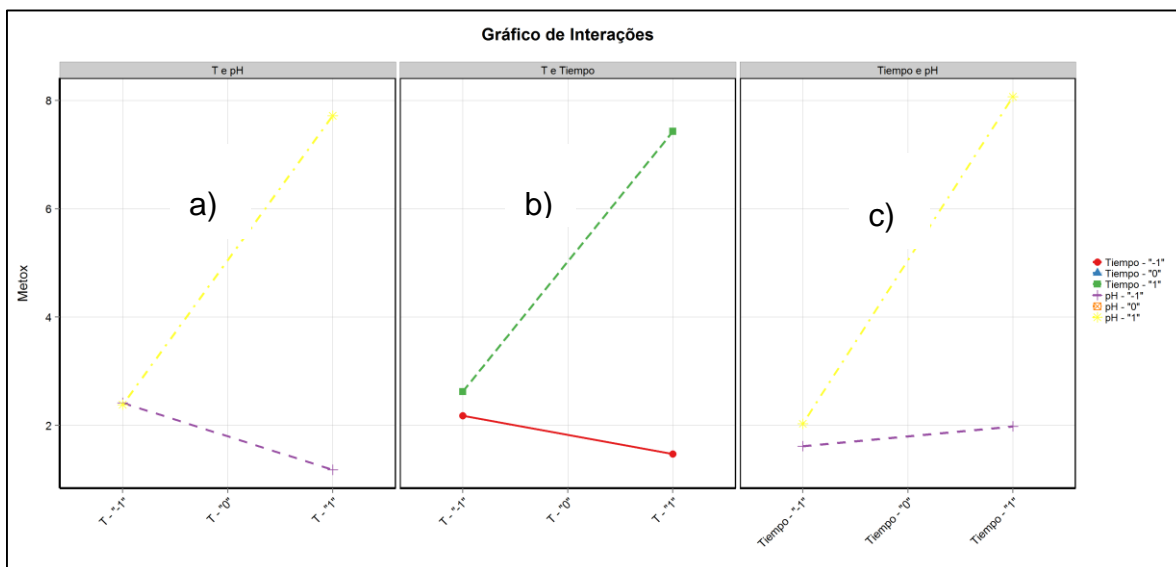


El modelo matemático se aprobó para un intervalo de 95% en esta variable analizada con un ajuste de 0,3155. La ecuación que corresponde a este análisis es

Ec. 16

$$AL = 0,263 + 0,3039 * t * pH$$

Figura 16. Gráfico de Interacciones para el contenido de Metoxilo

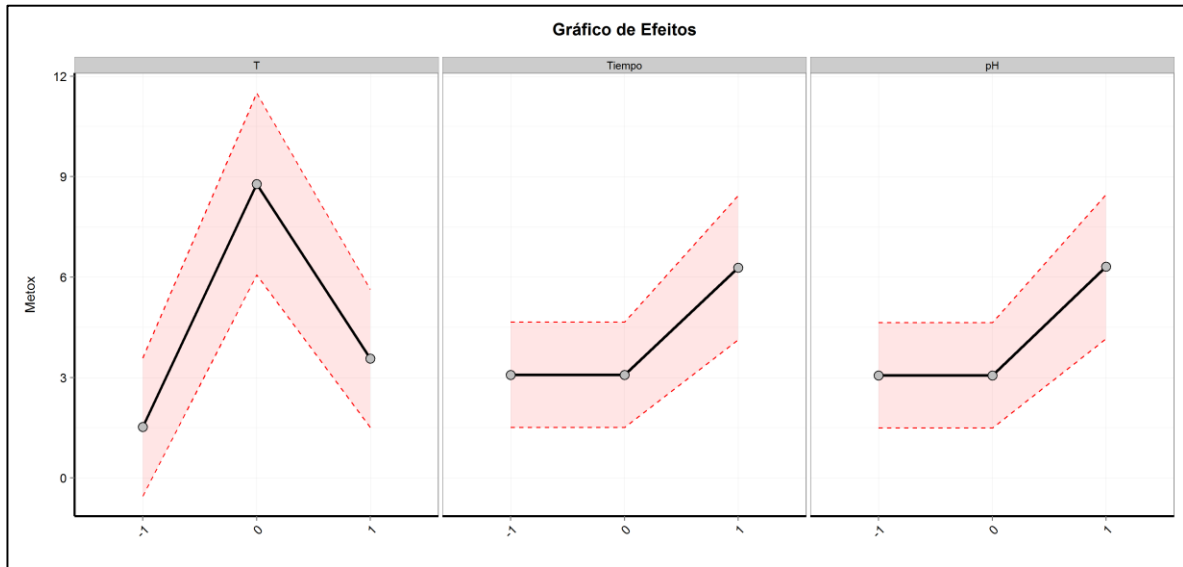


Para realizar el análisis de esta variable se utilizó un intervalo de confianza de 95%.

En la gráfica se puede observar en la figura 16a como el contenido de metoxilo aumenta cuando el pH tiene un nivel +1 (3) y la temperatura pasa de nivel -1 (60°C) al nivel +1 (90°C), generando un efecto positivo en la muestra, si el PH se encuentra en un nivel bajo de -1 y la temperatura sigue en aumento el contenido de metoxilo disminuye. En la figura 16b, el tiempo que corresponde al nivel +1 (50 min) muestra como la temperatura también va en aumento hacia el nivel +1 generando un efecto positivo en el contenido de metoxilo, por el contrario, si el tiempo se encuentra en nivel -1 (30 min) el efecto es negativo ya que cuando él se presenta el aumento de temperatura el contenido de metoxilo disminuye. Se puede analizar también en la figura 17 en el gráfico de efectos como los factores independientes pueden influir en la muestra, si se observa la temperatura cuando la está en un nivel bajo -1 y aumenta al punto central la variable de contenido de metoxilo aumenta, cuando la temperatura aumenta

del punto central al nivel alto +1; la muestra disminuye. En cuanto a la figura 16b y 16c el comportamiento de las gráficas fue el mismo.

Figura 17. Gráfico de efectos para el contenido de metoxilo

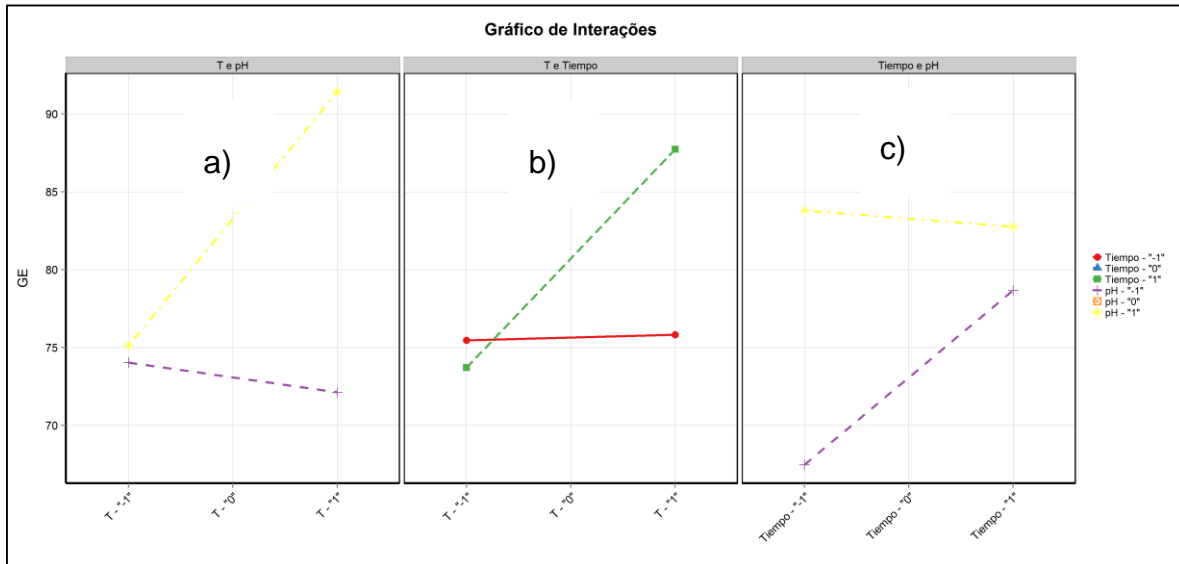


El análisis para el modelo matemático se realizó con el intervalo de 95% generando un ajuste de 0,699. La ecuación correspondiente es:

Ec. 17

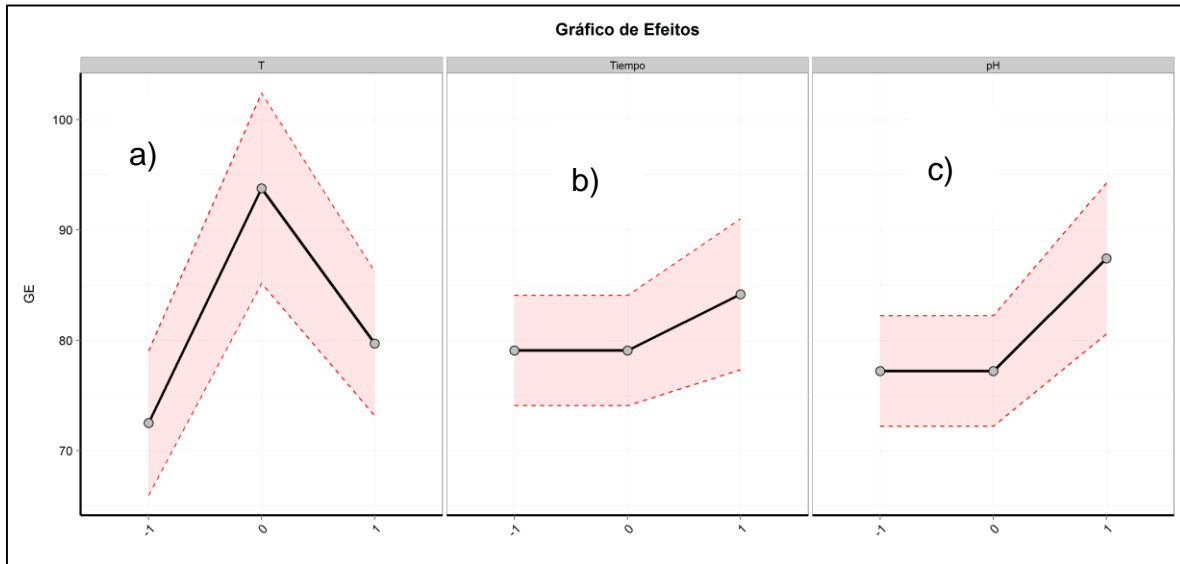
$$\%Metox = 3,613 - 3,9894 * T - 2,387 * t - 2,870 * pH + 5,506 * T:t + 6,567 * T:pH + 5,669 * t:pH$$

Figura 18. Gráfico de Interacciones para la variable de Grado de Esterificación



El análisis se realizó con el intervalo de confianza de 95%, en la figura 18a, se observa una interacción entre la temperatura y el pH, cuando la muestra está en pH 3 y la temperatura aumenta de nivel -1 (60°C) a +1 (90°C) el Grado de esterificación aumenta generando un efecto positivo en la muestra, por el contrario, cuando el PH es 2 y la temperatura aumenta, el grado de esterificación disminuye levemente. En la figura 18b el tiempo de nivel bajo -1 no tuvo ninguna alteración en cuanto a la temperatura, por lo tanto, no tiene ninguna interacción en cuanto al grado de esterificación, se puede observar cuando el tiempo es de nivel +1 y la temperatura aumenta, el grado de esterificación tiende a aumentar, esto también puede observarse en la figura 19b que pertenece al gráfico de efectos donde el tiempo al ser mayor, tiende a aumentar la variable en la muestra.

Figura 19. Gráfico de efectos para la variable de Grado de esterificación



El análisis del modelo matemático para la variable de Grado de esterificación fue calculado con el intervalo de confianza de 95%, mostrando un ajuste de 0,431. La ecuación fue:

Ec. 18

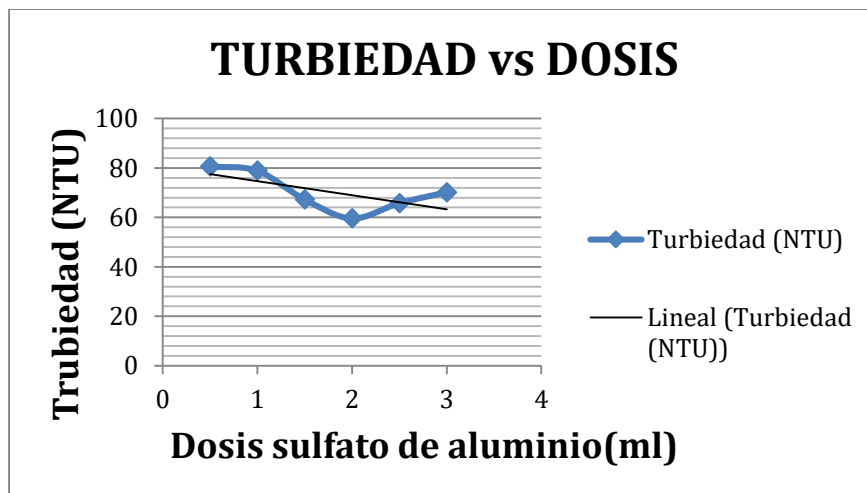
$$GE = 71,84 + 16,379 * T + 7,22 * pH + 18,2 T: pH$$

19.3 PRUEBA DE JARRAS

Tabla 14. Test de jarras. Turbidez del agua 75,9 NTU

Dosis Adicionada	Turbiedad (NTU)
0,5	80,6
1	78,9
1,5	67,3
2	59,6
2,5	65,8
3	70,2

Figura 20. Gráfica de coagulante sulfato de aluminio vs Turbiedad

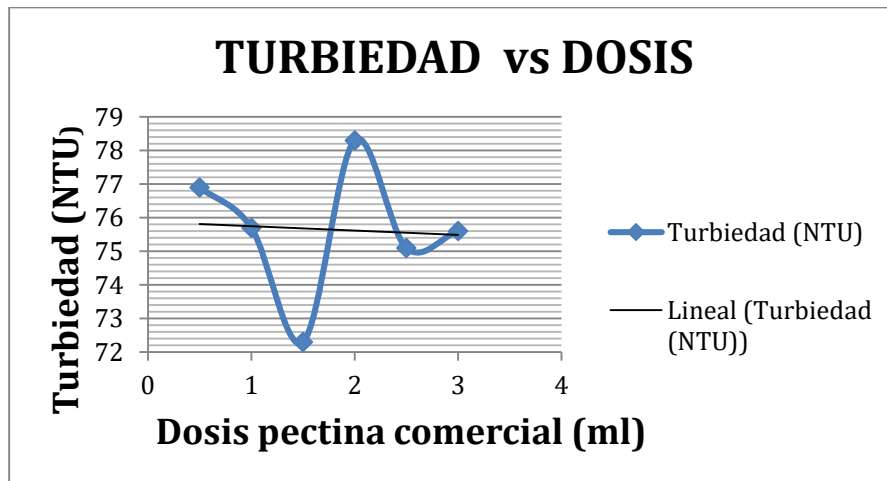


Se logra observar en la gráfica el comportamiento de la dosis adicionada del coagulante (sulfato de aluminio) y la turbiedad, la variable en este caso evaluada es la turbiedad donde se observa que desciende hasta el valor promedio de coagulante (2 ml) y con una turbidez de 59,6 NTU, cuando la dosis aumenta después de este punto la turbiedad toma valores mayores, generando un rompimiento del floc presente.

Tabla 15. Test de jarras. Pectina comercial. Prueba 2

Dosis Adicionada	Turbiedad (NTU)
0,5	76,9
1	75,7
1,5	72,3
2	78,3
2,5	75,1
3	75,6

Figura 21. Grafica de coagulante pectina comercial vs Turbiedad

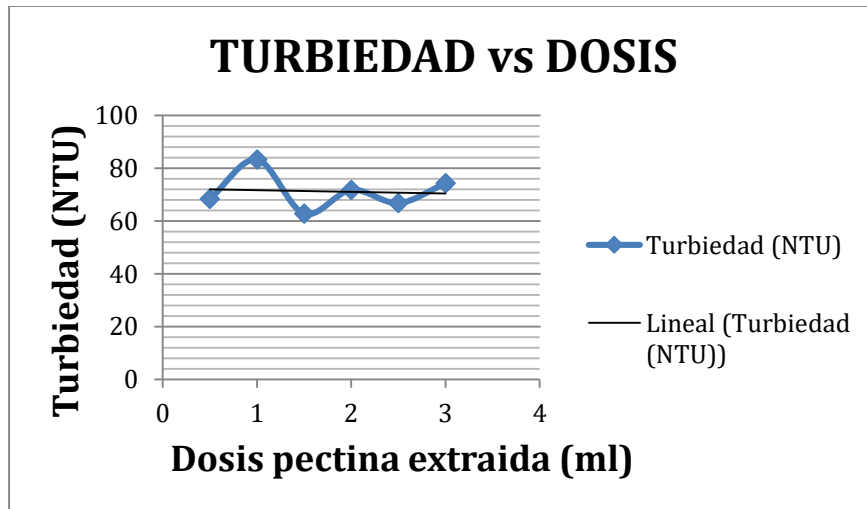


El comportamiento de la gráfica tiene dos puntos donde la turbiedad desciende, pero el punto donde se puede observar mejor el valor de la turbiedad es en el valor de dosis adicionada (1,5 ml) teniendo como resultado un valor de turbiedad de 72.3 NTU, luego se puede ver como la turbiedad asciende nuevamente con una dosis de coagulante de (2ml) mostrando una turbidez de 78,3 NTU

Tabla 16. Pectina extraída. Prueba 1: turbiedad de 73 NTU

Dosis Adicionada	Turbiedad (NTU)
0,5	68,4
1	83,3
1,5	62,8
2	71,8
2,5	66,8
3	74,3

Figura 22. Gráfico de coagulante pectina extraída vs Turbiedad



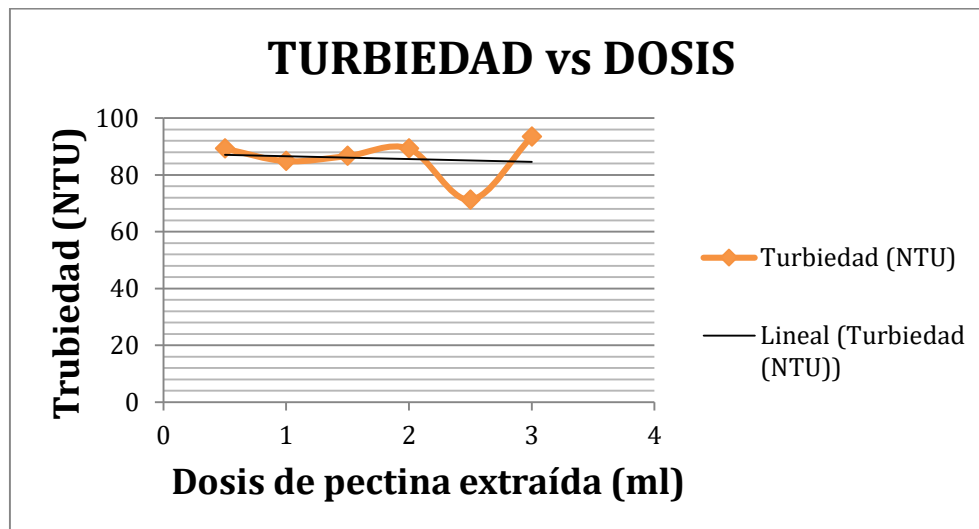
En la gráfica se puede observar cómo se presentan niveles altos y bajos en la turbiedad con respecto a las dosis adicionadas de la pectina extraída del agua miel, el punto más óptimo que se generó en la disminución de la turbidez fue el punto con una dosis de 1,5 ml para un

valor de la variable de 62,8 NTU. La dosis de 1 ml ocasionó que la turbidez aumentara a un valor de 83,3 NTU, generando ruptura de floc.

Tabla 17. Pectina extraída. Prueba 2 turbiedad inicial 80,5

Dosis Adicionada	Turbiedad (NTU)
0,5	89,3
1	84,9
1,5	86,7
2	89,3
2,5	71,3
3	93,5

Figura 23. Gráfica de coagulante pectina extraída vs Turbiedad



En el análisis de la figura 10 que corresponde al Acido Anhidrogacturónico, se puede concluir que la temperatura muestra una influencia negativa en este factor de respuesta,

donde se ve afectada la pureza de la pectina cuando se estima una temperatura mayor en la extracción de éste polisacárido.

En la figura 14 correspondiente a la Acidez libre, la interacción del tiempo y el PH son relevantes en la muestra, si se tiene un PH bajo y el tiempo va en aumento la acidez libre disminuye, sin embargo, cuando el PH es mayor y el tiempo aumenta, la acidez libre aumenta en la muestra generando que se liberen los monómeros que forman la pectina y así sea más fácil reconocer el polisacárido que se está analizando.

En la figura 16 la cual corresponde al contenido de metoxilo se pudo concluir que hubo interacciones entre todos los factores analizados, siendo también el análisis que mejor ajuste tuvo en cuanto al modelo matemático que se realizó por medio del análisis estadístico ANOVA. El contenido de metoxilo representa en que clasificación se encuentra la pectina, en este caso la clasificación en la que se encuentra la pectina extraída es de bajo metoxilo que pertenece a porcentajes menores de 50%

El comportamiento de la gráfica muestra como la turbiedad es constante en las tres primeras dosis adicionadas, cuando se adiciona la dosis de 2,5 ml, la turbiedad desciende a un valor de 71.3 NTU, observando como asciende de nuevo cuando se encuentra en dosis mayores. En el ensayo tres y cuatro donde se utilizó como coagulante la pectina extraída, las dosis optimas que en este caso disminuyeron la turbidez del agua miel de café fueron las dosis de 1.5 ml con una turbidez de 62.8 NTU y 2.5 ml con una turbidez de 71 NTU, en el agua miel que fue utilizada para los ensayos de test de jarras no se presentó ningún cambio de color en la muestra.

20. CONCLUSIONES

- El agua miel tratada presento propiedades fisicoquímicas muy favorables, puesto que el pH que tenía antes de realizar la hidrólisis no era tan alto del que se quería llegar.
- El sistema de reflujo cerrado permitió un control de las variables de proceso, lo que garantizo la agitación de la muestra durante el calentamiento.
- Realizar la hidrólisis en un equipo de flujo cerrado nos brindó condiciones de seguridad en el desarrollo de la investigación debido a que se utilizaron ácidos fuertes.
- El procedimiento utilizado permitió un mejor rendimiento de extracción de pectinas, por lo que el tamaño del equipo brindaba facilidad a la hora de realizar la hidrólisis, debido a que se pudieron realizar varios experimentos en un menor tiempo.
- Las mejores características de la pectina obtenida fueron las del experimento nueve, en el que se logró mejor rendimiento de pectina y presentando mejores características fisicoquímicas, bajo el diseño experimental que se realizó.
- La caracterización de la pectina obtenida tuvo resultados similares a la literatura encontrada, de la pectina del limón Tahití.
- Al realizar las pruebas de jarras, con la pectina extraída utilizada como coagulante, se obtuvieron resultados favorables en cuanto a la turbidez ya que disminuyo después de la coagulación, aunque el color no fue tan favorable debido a que este no presento mayor cambio.

21. RECOMENDACIONES

- El procedimiento que se utilizó para realizar la hidrólisis, genera altos costos y demanda mucho tiempo en realizarlo, por este motivo es importante antes de llevar a cabo este proceso plantear un estudio de costos.
- Para la utilización de este equipo se debe tener precaución y tomar medidas de seguridad, por lo que este no se debe manejar sin tener un conocimiento previo a su uso.
- El alcohol utilizado en el lavado de la pectina para la purificación puede ser recuperado por medio del proceso de destilación

BIBLIOGRAFIA

- Barreto, G. E., Púa, A. L., & al, e. (2017). *revistas.unicordoba.edu.co*. Obtenido de *revistas.unicordoba.edu.co*:
<https://revistas.unicordoba.edu.co/index.php/temasagrarios/article/view/918/1398>
- BERGER, V. A., & DIAZ, D. M. (2011). *bibliotecadigital*. Obtenido de *bibliotecadigital*: <http://bibliotecadigital.usb.edu.co/>
- Bolivar, G. (2019). *lifeder.com*. Obtenido de *lifeder.com*:
<https://www.lifeder.com/peso-equivalente/>
- Calvo, M. (s.f). *milksci.unizar*. Obtenido de *milksci.unizar*:
<http://milksci.unizar.es/bioquimica/temas/azucares/pectinas.html>
- Cisneros, M. C. (2019). *dspace.uce.edu.ec*. Obtenido de *dspace.uce.edu.ec*:
<http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/17873/1/T-UCE-0008-CQU-080.pdf>
- Document-center. (2014). ASTM-D1125 . *ASTM-D1125* . <https://www.document-center.com/standards/show/ASTM-D1125>.
- eumed.net. (S.F). SST. <http://www.eumed.net/libros-gratis/2013a/1326/solidos-agua.html>.
- ICONTEC. (1995). (NTC-ISO 5667-2). (*NTC-ISO 5667-2*). <http://files.control-ambiental5.webnode.com.co/200000144-4dfdd4f559/NTC-ISO%205667-02-1995.%20Tecnicas%20generales%20de%20muestreo.pdf>.
- ICONTEC. (1996). *NORMA NTC*. Obtenido de *NORMA NTC*:
file:///C:/Users/Usuario/Downloads/NORMA_NTC_3903.pdf
- ICONTEC. (1999). NTC 4707. *NTC 4707*. <https://www.icontec.org/rules/calidad-del-agua-determinacion-de-la-turbiedad-metodo-nefelometrico/>. Obtenido de *NTC 4707*:
<https://www.icontec.org/rules/calidad-del-agua-determinacion-de-la-turbiedad-metodo-nefelometrico/>
- ICONTEC. (2004). NTC- ISO 5667-3. *Directrices para la preservación y manejo de las muestras* . <http://files.control-ambiental5.webnode.com.co/200000140-e3b67e5121/NTC-ISO%205667-03-2004.%20Directrices%20para%20la%20preservacion%20y%20manejo%20de%20muestras.pdf>.
- ICONTEC. (2012). NTC 3651. *NTC 3651*. <https://www.icontec.org/rules/calidad-del-agua-determinacion-del-ph/>.

- Iván, G., Sarai, C., & et.al. (2016). *fcb.uanl*. Obtenido de fcb.uanl: <http://www.fcb.uanl.mx/IDCyTA/files/volume1/1/3/59.pdf>
- Katty J. Urango-Anaya, F. A.-Q.-H.-S. (2017). *scielo*. Obtenido de scielo: <https://scielo.conicyt.cl/pdf/infotec/v29n1/0718-0764-infotec-29-01-00129.pdf>
- Lenntech. (2015). Turbidez. *Turbidez*. <https://www.lenntech.es/turbidez.htm>.
- Montgomery, D. (2008). *Diseño y analisis de experimentos*. (p. 135): Limusa S.A. Grupo Noriega Editores. Mexico.
- Oliveros, Tibadiuza, Montoya, & et.al. (2014). *biblioteca cenicafe*. Obtenido de biblioteca cenicafe: [http://biblioteca.cenicafe.org/bitstream/10778/543/1/arc065\(01\)44-56.pdf](http://biblioteca.cenicafe.org/bitstream/10778/543/1/arc065(01)44-56.pdf)
- perfectdailygrind. (Julio de 2018). *perfectdailygrind.com*. Obtenido de perfectdailygrind.com: <https://www.perfectdailygrind.com/2018/07/fermentacion-ques-como-mejora-la-calidad-del-cafe/>
- Ríos, J. M. (2017). *EFEITO DAS CONDIÇÕES DE PROCESSAMENTO NAS PROPRIEDADES DE BRIQUETES PRODUZIDOS COM RESÍDUOS DA PRODUÇÃO DE BIOETANOL: Caracterização e análise do comportamento termogravimétrico*. Obtenido de EFEITO DAS CONDIÇÕES DE PROCESSAMENTO NAS PROPRIEDADES DE BRIQUETES PRODUZIDOS COM RESÍDUOS DA PRODUÇÃO DE BIOETANOL: Caracterização e análise do comportamento termogravimétrico.
- salamarkesa. (s.f). *salamarkesa.com*. Obtenido de salamarkesa.com: <https://www.salamarkesa.com/quimica-peso-equivalente/>
- Santiesteban, C. (30 de Abril de 2017). *ISSUU*. Recuperado el 14 de febrero de 2020, de https://issuu.com/claudiasantiesteban12/docs/cap__tulo_5_dise__os_factoriales_2_
- Silva, N. C., Benites, E. A., & et.al. (2008). *redalyc.org*. Obtenido de redalyc.org: <https://www.redalyc.org/pdf/3374/337428492010.pdf>
- smart-fertilizer. (s.f). Conductividad. *Conductividad*. <https://www.smart-fertilizer.com/es/articles/electrical-conductivity/>.
- Urango, Ortega, & al, e. (2018). *Scielo*. Obtenido de Scielo: https://scielo.conicyt.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0718-07642018000100129
- Valencia, Uribe, & al, e. (2015). *cenicafe.org*. Obtenido de cenicafe.org: https://www.cenicafe.org/es/publications/Final_libro_Beneficio_isbn.pdf

