

DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN LA PULPA DE CAFÉ

Guillermo Vargas¹ y Beatriz Mazón²

ABSTRACT

The aim of this study was to adapt the forced convection oven method to determine % humidity of coffee pulp. A preliminary study was done to establish time necessary to stabilize the weight of 5,00g samples of a high humidity coffee pulp using 103°C in the oven. Time was established in 2 h.

Three coffee pulp lots with different humidities (low, intermediate, high) were studied. From each lot 36 5,00g samples were introduced in a pre-heated oven at 103°C, and every 10 min up to 2 h 3 samples were taken at random to determine humidity percent. Samples were analysed in duplicate, and simultaneously by the Bidwell-Sterling method used as reference. With data obtained humidity % curves were plotted, and correlation between results by both methods was studied. Humidity %, on wet basis, for the 3 coffee pulp lots were 17,6%, 33,6%, 64,6% for the oven method, and 17,5%, 34,2%, 64,55% for the Bidwell-Sterling method. Results correlated and showed a linear correspondence which adjusted to a high determination coefficient ($R^2 = 0,9991$).

Humidity percent curves showed that low humidity coffee pulp stabilizes in less time, but in all three cases minimum time was 1,5 h. When % standard deviation of data obtained at each 10 min interval was studied, it was found that using 3 repetitions per sample guarantees <0,05% standard deviation between the 3 samples after 1 h.

The method proposed has a strong correlation to the Bidwell-Sterling method and presents advantages to it in the amount of repetitions that can be done simultaneously, it is less laborious, it doesn't require specialized personnel, it is cheaper, and represents less environmental contamination.

RESUMEN

El propósito de este trabajo fue adaptar el método del horno de convección forzada para la determinación del contenido de humedad de la pulpa de café. Se realizó una prueba preliminar para establecer el tiempo necesario para estabilizar el peso de una muestra de alta humedad, utilizando una temperatura de 103°C y muestras de 5,00 g; el tiempo establecido fue de 2 h.

Se estudiaron 3 lotes de pulpa de café cada uno con un contenido de humedad diferente (bajo, intermedio y alto). De cada lote se pesaron 36 muestras de 5,00g, se colocaron en el horno a 103°C y cada 10 min por 2 h se sacaron 3 muestras al azar para determinar el porcentaje de humedad. Las muestras se analizaron por duplicado en diferentes ocasiones, y simultáneamente por el método de Bidwell-Sterling (destilación con tolueno) utilizado como método de referencia. Se desarrollaron curvas del % de humedad con los resultados obtenidos utilizando el método del horno, y además se estableció la correlación entre los resultados de ambos métodos.

Las humedades en base húmeda (bh) de los 3 lotes se establecieron en 17,6%, 33,6% y 64,6% respectivamente por el método del horno, y en 17,5%, 34,2% y 64,5% por el método de Bidwell-Sterling. Ambos resultados se correlacionaron y mostraron una correspondencia lineal que se ajustó con un coeficiente de determinación alto ($R^2 = 0,9991$).

Las curvas % de humedad mostraron que la broza de humedad baja se estabiliza en menos tiempo pero en todos los casos el tiempo mínimo fue de 1,5 h. Un análisis de los datos demostró que utilizar 3 repeticiones por muestra garantiza una desviación estándar <0,5% entre ellos. Se concluye que los porcentajes de humedad de pulpa de café obtenidos con la adaptación propuesta tienen una alta correlación con los obtenidos por el método Bidwell-Sterling y presenta ventajas, respecto a este, en cuanto a la cantidad de repeticiones y la simultaneidad del análisis, además de ser menos laborioso, no requerir personal especializado, ser más barato y representar menor contaminación ambiental.

¹Centro de Investigaciones en Granos y Semillas, Universidad de Costa Rica

²Escuela de Ingeniería Agrícola, Universidad de Costa Rica

INTRODUCCIÓN

Debido a la creciente necesidad de utilizar combustibles que sean diferentes de los derivados del petróleo, en los últimos años se ha incrementado la utilización de residuos biomásicos, como fuente alternativa de energía para el secado de productos agrícolas, tanto para consumo humano como para consumo animal. Un producto del beneficiado de café es la cáscara del fruto, conocido como pulpa de café o broza, la cual se considera un residuo sólido de difícil manejo, ya que su acondicionamiento implica altos costos (manejo, transporte y tratamiento). Las alternativas para el uso de este subproducto como fuente de energía requieren de una reducción considerable en su contenido de humedad. Como parte de cualquier proceso para reducir la humedad de este material es indispensable poder determinar rápidamente y con exactitud el contenido de humedad para garantizar un proceso económico y técnicamente eficiente.

Los métodos para la determinación del contenido de humedad de un producto se dividen en dos grandes grupos: métodos directos e indirectos. Los métodos directos, basados en la medición de la pérdida de peso, el volumen extraído o por reacciones químicas del material, miden directamente la cantidad de agua presente en el producto; mientras que los indirectos se basan en la medición de propiedades mecánicas, eléctricas o térmicas del material, las cuales están directamente relacionadas con el contenido de humedad del producto (Broker *et al.*, 1974).

Entre los métodos directos se encuentran el del horno de convección forzada, el de destilación y el de secado por desecantes, los cuales son muy utilizados para calibrar equipos de medición de humedades indirectas en granos y semillas (Alizaga, 1981). Estos métodos son relativamente exactos, sin embargo los dos últimos consumen gran cantidad de tiempo, así como la utilización de equipo costoso y su ejecución debe de realizarse por personal calificado, como es el caso del método destilación con tolueno Bidwell-Sterling (AACC, 2000). En contraste con estos dos métodos, el horno es preciso, de fácil operación y de bajo costo, al ser los equipos y recipientes reutilizables. Sin embargo, a pesar de las desventajas, se considera que los métodos por destilación son ideales para determinar el porcentaje de humedad en alimentos con elementos constitutivos volátiles, ya que garantizan la extracción única del agua contenida en el material (Jamieson, 1974).

El objetivo de este trabajo fue adaptar el método del horno de convección forzada para determinar la humedad de la pulpa del café comparando los resultados con los obtenidos por el método de destilación con tolueno utilizado como método de referencia.

MATERIALES Y MÉTODOS

Materia prima

Se utilizó pulpa de café entera recogida inmediatamente después del despulpado en 2 beneficios de café en la Meseta Central durante la cosecha (octubre a enero) de los años 2001 y 2002. El material se recolectó en recipientes herméticos de 10 galones y se almacenó a 10-12°C hasta su análisis (no más de 6 meses).

Prueba preliminar

Se preparó una muestra de pulpa con aproximadamente 65% de humedad, secando una muestra de broza fresca, de 3 kg, en un horno a 40-50°C. La muestra se sometió a un estudio con el fin de establecer el tiempo requerido en el horno de convección forzada, para estabilizar su peso. Se estableció una temperatura de 103°C tomando en cuenta la semejanza de las características físicas de la broza con la de otros productos en los que se recomienda usar esta temperatura, y el peso de la muestra a analizar se estableció en 5,00g. Para el estudio se colocaron 46 muestras en el horno y cada 10 min se sacaron 3 muestras al azar las cuales se dejaron enfriar por lo menos 15 min en un desecador antes de ser pesadas. Se analizó una muestra de respaldo a las 24 h.

La muestra se analizó, simultáneamente, por el método de destilación con tolueno (Bidwell-Sterling) como método de referencia.

Diseño experimental

Se prepararon 3 lotes de broza con diferentes niveles de humedad (alto, medio y bajo) siguiendo el procedimiento establecido para preparar la muestra preliminar. Las muestras se mantuvieron en recipientes herméticos en refrigeración (10-12°C) hasta su análisis. De cada lote se

analizaron 2 muestras, cada una se analizó independientemente y escogidas al azar (entre las 6 a analizar). Cada una se analizó simultáneamente siguiendo los 2 procedimientos descritos a continuación. Cada muestra se preparó en menos de 5 min de exposición al ambiente.

Método del horno de convección forzada

Se pesaron 39 recipientes metálicos en balanza analítica. La muestra se homogeneizó bien, se pesó 5,00g de la broza en cada recipiente, y éstos se colocaron en el horno estabilizado a 103°C. Se extrajeron muestras de forma triplicada y aleatoria cada 10 min durante el tiempo determinado en la prueba preliminar (2 h). Las muestras se dejaron enfriar en desecadores por lo menos 15 min antes de pesarlas. Se registró la pérdida de peso y el porcentaje de humedad, en base húmeda, se calculó usando la ecuación de Roth *et al.* (1981).

Método por destilación

Se usó el método oficial de Bidwell-Sterling que utiliza tolueno en la destilación (AACC, 2000). Se pesó 10,0 g de la pulpa de café, por duplicado, y se mezclaron cuidadosamente con 75 mL de tolueno (grado 95%) en un balón de 1000 mL, se destiló por 1 h y una vez que se enfrió el condensador y se hubo recuperado todo el líquido en el colector, se determinó el volumen de agua. El porcentaje de humedad se calculó utilizando la ecuación propuesta por Roth *et al.* (1981) dividiendo la masa de agua colectada entre la masa de pulpa utilizada, asumiendo que el peso del agua es de 1,0 g/mL.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Figura 1 se pueden observar los resultados de los porcentajes de humedad de las submuestras extraídas de la muestra de alta humedad utilizada en el estudio preliminar. Al cabo de 45 min de haber ingresado al horno, las muestras perdieron aproximadamente el 90% de su humedad y después de 1 h se obtuvo un contenido de humedad muy cercano al valor final de la muestra con una variación menor a 0,5% en base húmeda (bh).

En la Figura 1 pueden observarse dos comportamientos generales, una primera parte de forma creciente y otra de comportamiento constante. Se determinó que la curva de un polinomio de grado 4 con un coeficiente de correlación alto ($R^2 = 0,9991$), corresponde al mejor ajuste matemático para los valores encontrados.

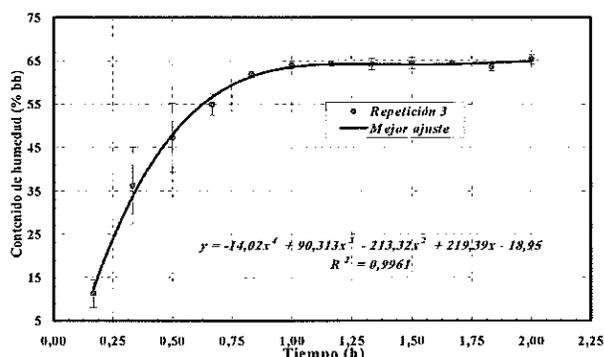


Figura 1. Contenidos de humedad (%bh) durante el proceso de secado de la muestra preliminar de pulpa de café utilizando el método del horno de convección forzada a 103°C y muestras de 5,00g por triplicado.

En las barras de la desviación estándar que se presentan en la Figura 2 se observa que conforme aumenta el tiempo de secado, la variación entre las repeticiones va disminuyendo, una de las razones para esto es que la deshidratación es heterogénea en las muestras al inicio, mientras que se vuelve más uniforme al final del estudio. Como se aprecia en la Figura 2 el porcentaje de error experimental es menor al 5% después de 1 h de secado.

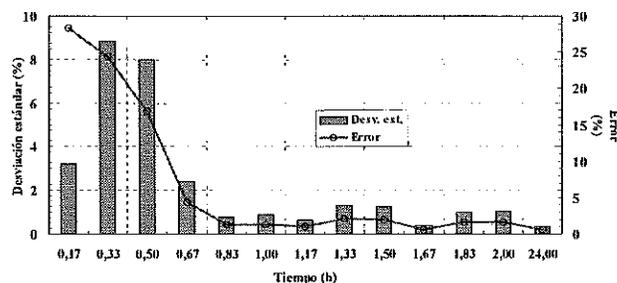


Figura 2. Comportamiento de la desviación estándar de los resultados de los contenidos de humedad obtenidos durante el proceso de secado de la muestra preliminar de pulpa de café utilizando el método del horno de convección forzada a 103°C y muestras de 5,00g por triplicado.

En la Figura 3 se pueden observar los datos obtenidos durante la destilación de la muestra preliminar. Debido a que el tolueno tiene una menor temperatura de ebullición las primeras lecturas obtenidas fueron de este. Por otra parte se puede observar que en una tercera parte del tiempo de análisis se extrajo más del 90% de la humedad contenida en el material. Utilizando la ecuación de Roth *et al.*, 1981 se obtuvo que la pulpa estudiada tenía un 64,0% (bh).

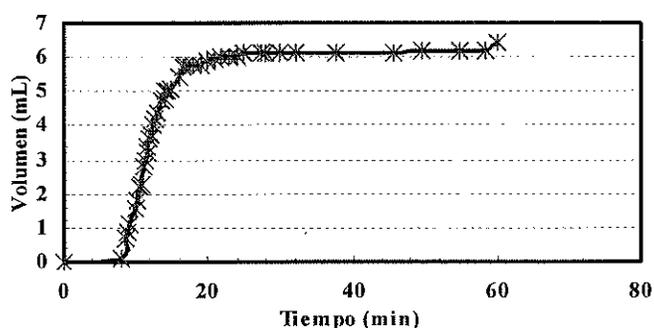


Figura 3. Velocidad de condensación del agua contenida en la muestra preliminar de pulpa de café con el método de destilación Bidwell-Sterling.

Con base en los resultados de este estudio preliminar se logró establecer que la broza de café es un material que libera fácilmente las moléculas de agua al exponerla al calor, y se estableció un tiempo de 2 h para realizar las pruebas con las pulpas de diferentes humedades en el horno de convección forzada.

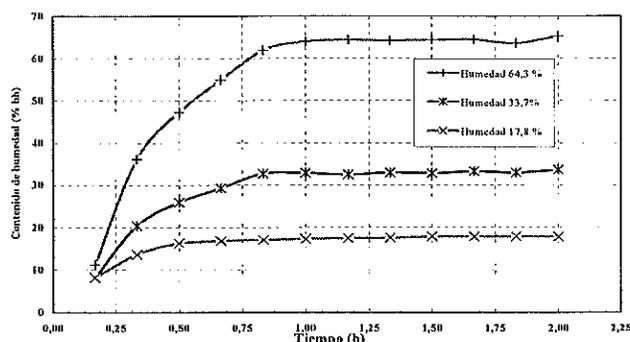


Figura 4. Contenidos de humedad (%bh) durante el secado de muestras de 3 lotes de pulpa de café utilizando el método del horno de convección forzada a 103°C durante 2 h. Cada punto representa el promedio de 3 valores.

En la Figura 4 se presentan los resultados de los porcentajes de humedad de las muestras de los 3 lotes analizados en el horno de convección forzada. Como se puede observar el tiempo requerido para que las muestras se estabilicen está relacionado directamente con el contenido de humedad de las muestras. Vargas (1999) observó un comportamiento similar en la nuez en concha de macadamia; al analizar varios lotes con tres humedades diferentes encontró que las muestras de menor humedad alcanzaron un peso constante a las 5 h, mientras que las de nivel intermedio lo alcanzaron en 14 h y las de humedad alta en 19 h. Asimismo se aprecia (Figura 4) claramente que las muestras de los 3 lotes analizados estabilizan su peso en un tiempo de 1,5 h, sin embargo se consideró proponer 2 h para garantizar que el tiempo mínimo de estabilización se cumple. En el Cuadro 1 se presentan los resultados de los porcentajes de humedad de los 3 lotes de pulpa obtenidos por el método del horno, donde se puede apreciar que las diferencias entre las humedades de las muestras de cada lote son muy pequeñas (<0,5%), esto a pesar de que las muestras no se analizaron simultáneamente, sino que al azar, lo que implicó, en algunos casos, tiempos mayores a 22 días entre ambas. Lo anterior demuestra que el sistema de almacenamiento de las muestras en frascos herméticos y en refrigeración es un buen método para conservar la humedad inicial. Por otra parte los resultados indican que utilizar una temperatura de 103 °C en el horno disminuye el riesgo de extraer otros componentes propios del material, lo que introduciría error en la determinación, y además se disminuye el consumo de energía el cual sería mayor si se empleara una temperatura más alta.

Cuadro 1. Humedad (%bh) de muestras de 3 lotes de pulpa de café con diferentes humedades utilizando el método del horno de convección forzada

Lote	Muestras	Humedad (%bh)*	Promedio	Desv. Est.	Error
1	M ₁	17,4	17,6	0,28	1,61
	M ₂	17,8			
2	M ₃	33,5	33,6	0,14	0,42
	M ₄	33,7			
3	M ₅	64,9	64,6	0,42	0,66
	M ₆	64,3			

*Muestras de 5,00g a 103°C por 2h, promedio de 3 repeticiones con diferencias <0,2% entre ellas

En el Cuadro 1 se presentan los resultados obtenidos en las determinaciones de humedad utilizando el método de destilación con tolueno donde se puede apreciar que las diferencias entre los porcentajes de las muestras de un mismo lote son menores o iguales al 1%, lo cual corresponde exactamente a la incertidumbre del colector de agua, lo que indica que, para este método, dos repeticiones son suficientes. Además, cabe señalar que aunque las muestras del lote de mayor humedad presentan un % de humedad alrededor de tres veces mayor que las de menor humedad, la precisión del método es igual en ambas, lo que corrobora que la incertidumbre es inherente al método y por lo tanto independiente del % de humedad de la muestra.

Cuando se comparan los datos resultantes del análisis por ambos métodos (Cuadro 2) destaca que la mayor diferencia obtenida entre los datos fue de 1,0 en la muestra M3 y el resto presentó diferencias que resultan relativamente pequeñas si se toma en cuenta las grandes diferencias de humedad entre los 3 lotes estudiados.

Es interesante notar (Cuadro 2) que no se da un comportamiento predominante, de uno de los métodos, respecto a la cantidad de agua extraída, lo que se evidencia en que el % de humedad mayor en unas muestras se obtuvo por el método de destilación y en otras por el método del horno. Lo anterior confirma un comportamiento heterogéneo en variaciones menores al 1% entre los métodos.

Cuadro 2. Humedad (%bh) de muestras de 3 lotes de pulpa de café con diferentes humedades utilizando el método de Bidwell-Sterling

Lote	Muestras	Humedad (%bh)*	Promedio	Desv. Est.	Error
1	M ₁	18,0	17,5	0,71	4,04
	M ₂	17,0			
2	M ₃	34,5	34,2	0,35	1,03
	M ₄	34,0			
3	M ₅	65,0	64,5	0,71	1,10
	M ₆	64,0			

*AACC, 2000. Promedio de 2 repeticiones, muestras de 10,0g

Si se comparan los valores obtenidos para cada muestra, por ambos métodos, se observa (Cuadro 3) una mayor precisión en los determinados por el horno, lo que se debe a que cada muestra se analiza simultáneamente por

triplicado, obteniéndose una precisión de un decimal. En cuanto al error estándar, en el mismo cuadro se aprecia que este fue menor cuando se analizaron las muestras de alta humedad, y por el contrario fue mayor para las de menor humedad, no obstante en todos los casos el error fue menor al 5%. Al respecto cabe señalar que actualmente no se contempla el uso de la pulpa de café como alimento humano y no posee mayor interés comercial, por lo tanto es importante contar con un método que permita evaluar su contenido de agua para estudios técnicos referidos a su uso como fuente alternativa de energía.

Cuadro 3. Comparación de los resultados de la humedad (%bh) de muestras de 3 lotes de pulpa de café utilizando los métodos del horno de convección forzada y de Bidwell-Sterling

Lote	Muestras	Humedad (%bh)		Diferencia	Error ³
		Destilación ¹	Horno ²		
1	M ₁	18,0	17,4	0,6	3,33
	M ₂	17,0	17,8	-0,8	4,71
2	M ₃	34,5	33,5	1,0	2,90
	M ₄	34,0	33,7	0,3	0,88
3	M ₅	65,0	64,9	0,1	0,15
	M ₆	64,0	64,3	-0,3	0,47

¹Destilación con tolueno, muestras de 10,0g por duplicado (AACC, 2000)

²Muestras de 5,00g a 103°C por 2h, por triplicado

³Se considera el valor determinado por destilación como el valor teórico

Si se grafican los valores del Cuadro 3 se logra visualizar (Figura 5) la relación entre los resultados del % de humedad por los dos métodos estudiados. Es evidente la relación directamente proporcional entre ambos métodos siendo el coeficiente de correlación casi uno ($R^2=0,9991$), lo que demuestra que la temperatura de 103°C, por 2 h propuesta

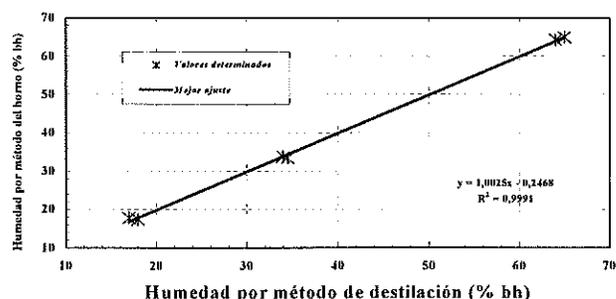


Figura 5. Línea de mejor ajuste para los resultados del % de humedad (bh) de muestras de 3 lotes de pulpa de café utilizando el método del horno de convección forzada y el de destilación con tolueno (Bidwell-Sterling).

a la evaporación del agua y no a otros materiales constitutivos de la pulpa de café. Si se toma en cuenta que el ámbito de humedad estudiado es característico de la pulpa de café, lo anterior permite concluir que el método propuesto es válido para determinar el porcentaje de humedad de cualquier muestra de pulpa de café.

Habiéndose comprobado que el método propuesto es preciso para determinar el % de humedad de la pulpa de café (considerando los alcances establecidos en este trabajo) cabe mencionar algunas ventajas que presenta el método del horno sobre el de Bidwell-Sterling el cual es considerado uno de los métodos más precisos, y utilizado como método de referencia en este estudio. (1)El método por destilación es más laborioso, requiere operaciones de limpieza de equipo, hermeticidad, estabilización del agua fría, etc., mientras que en el método del horno la parte más delicada es el pesado de las muestras que es un procedimiento sencillo y rápido. Por otro lado en el método por destilación existen riesgos para la salud de las personas lo que exige hermeticidad en el sistema y una eficiente extracción de aire. (2)Por el método de destilación las repeticiones simultáneas quedan limitadas a la capacidad y tamaño del laboratorio (2 en nuestro caso), mientras que el método del horno permite el análisis de un número grande de muestras, que en nuestro caso fue de 186 muestras simultáneas, lo que equivale al análisis de 62 muestras diferentes, cada una por triplicado. (3)El costo del método por destilación es más alto que el del horno debido a varios factores, entre ellos el costo de la cristalería, de los reactivos y el gasto energético. Además se requiere de filtros, bolsas plásticas y jabón especial para la cristalería entre otros. Un costo importante se refiere a la necesidad de contar con un equipo humano calificado para la realización de la prueba. (4)Desde el punto de vista de reutilización de los recursos, los materiales provenientes del horno son reciclables, mientras que los residuos del método por destilación son desechables y deben recibir un tratamiento especial para su eliminación, pues son contaminantes para el ambiente.

AGRADECIMIENTO

Agradecemos a José Castro, Jorge Vargas, Johanny Castro y Cristina Campos por su colaboración en la obtención de datos del horno, a Danilo Alvarado por su asesoría en el método de destilación y a Víctor Jiménez, William Mora, María E. Gómez y Adrián Mazón por sus recomendaciones.

BIBLIOGRAFÍA

- AACC. 2000. Approved Methods of Analysis. 10 ed. American Association of Cereal Chemists, St. Paul, Minnesota.
- ALIZAGA, R. 1981. Medición del contenido de humedad en granos básicos con el determinador MOTOMCO modelo 919. Tesis Lic. en Fitotecnia. Universidad de Costa Rica, Escuela de Fitotecnia. San José.
- ASAE, YEARBOOK, 1979. Moisture measurement - forages. American Society of Agricultural Engineers. St. Joseph, Michigan.
- BROKER, D., BAKKER, F. y HALL, C. 1974. Drying cereal grains. AVI, Connecticut.
- JAMIESON, M. 1974. Manejo de los alimentos; prevención de pérdidas. v. 3. Pax-México, México. p. 395 a 564
- MARQUEZ, J. y MARCAL, D. 1991. Principios de secado de granos: Psicrometría higroscópica. Tecnología Poscosecha n 8. Santiago, Chile: FAO
- ROTH, , CROW, F. y MAHONEY, G. 1981. An introduction to agricultural engineering. Oklahoma State University. AVI, Connecticut. 356 p.
- VARGAS, G. 1999. Análisis poscosecha y procesamiento de la nuez en concha de macadamia (*Macadamia integrifolia*) en la zona tropical húmeda de Costa Rica. Tesis Lic. en Ingeniería Agrícola. Escuela de Ingeniería Agrícola, Universidad de Costa Rica, San José.