

**ESTUDIO DE LOS CAMBIOS DE FASE ESTRUCTURAL EN EL PROCESO DE  
TOSTIÓN DE GRANOS DE CAFÉ ORGÁNICO EVALUADOS POR  
CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC) Y DIFRACTOMETRÍA DE  
RAYOS X (DRX)**



**Universidad  
del Cauca**

**CRISTIAN ORLANDO GÁLVEZ QUISPE**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA**

**FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN**

**DEPARTAMENTO DE FÍSICA**

**POPAYÁN**

**2011**

**ESTUDIO DE LOS CAMBIOS DE FASE ESTRUCTURAL EN EL PROCESO DE  
TOSTIÓN DE GRANOS DE CAFÉ ORGÁNICO EVALUADOS POR  
CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC) Y DIFRACTOMETRÍA DE  
RAYOS X (DRX)**

**CRISTIAN ORLANDO GÁLVEZ QUISPE**

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de Ingeniero  
Físico**

**Director**

**M.Sc. WAYNER RIVERA MÁRQUEZ**

**PROFESOR TITULAR DEL DEPARTAMENTO DE FÍSICA**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA**

**FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN**

**DEPARTAMENTO DE FÍSICA**

**POPAYÁN**

**2011**

## **DEDICATORIA**

A Dios por permitirme culminar con éxitos mis estudios.

A mis padres pilar fundamental de mi vida ya que gracias a ellos logre culminar con éxito mi carrera

## **AGRADECIMIENTOS**

A dios por darme la vida para estar hoy aquí.

A mi madre María del Carmen por sus consejos, dedicación, esmero y sobre todo por su amor para conmigo.

A mi padre Jaime porque nunca dejo de creer en mi .

A mi director de trabajo de grado Wayner Rivera Márquez, quien se convirtió en un gran amigo y fue determinante en la culminación de mi trabajo

Al Ing. Javier Rodríguez por su disposición, colaboración y asesoramiento a mi trabajo.

A la Dr. Claudia Villaquiran por ser una persona incondicional con un gran sentido de pertenencia a su universidad y estudiantes.

A mis compañeros de estudio que estuvieron en los buenos y malos momentos en el transcurso de mi carrera.

Nota de aceptación

---

---

---

---

DIRECTOR:

---

M.Sc. Wayner Rivera Márquez

JURADO:

---

Claudia Fernanda Villaquiran Raigoza

JURADO:

---

Ing. Javier Hernán Rodríguez Córdoba

Fecha de Sustentación: Popayán 23 de Noviembre de 2011

## TABLA DE CONTENIDO

<b>RESUMEN</b> .....	12
<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	13
<b>Capítulo 1</b> .....	14
1. GENERALIDADES DEL CAFÉ .....	14
1. 1 Dispersión del café en el mundo [1].....	14
1.2 Café .....	15
1.2.1 Definición .....	15
1.2.2 Clasificación.....	16
1.2.2.1 Café Arábica: .....	17
1.2.2.2 Café Canephora:.....	17
1.3 Beneficio y procesamiento del café .....	18
1.3.1 Beneficio en seco.....	18
1.3.2 Beneficio húmedo .....	18
1.4 Café verde .....	19
1.4.1 Definición .....	19
1.4.2 Clasificación.....	19
1.4.2.1 Granulometría: .....	19
1.4.2.2 Densidad aparente:.....	19
1.4.2.3 Color .....	19
1.4.2.4 Contenido de humedad.....	19
1.4.3 Almacenamiento del café.....	20
1.4.3.1 Humedad inicial del grano.....	20
1.4.3.2 Humedad relativa y temperatura.....	20
1.4.3.3 Insectos y microorganismos.....	20
1.4.3.4 Respiración de los granos.....	20
1.5 Café semitostado .....	20
1.6 Tostación o torrefacción del café .....	21
1.6.1 Definición .....	21

1.6.2 Condiciones de tosti3n.....	21
1.6.3 Fases de torrefacci3n.....	22
1.7 Especificaci3n del origen y buena calidad del caf3 de Colombia.....	23
<b>Capítulo 2.....</b>	<b>25</b>
2. CAF3 ORGANICO .....	25
2.1 Definici3n .....	25
2.1.2 Cultivo del caf3 org3nico.....	26
2.1.2.1 Beneficio del caf3.....	30
2.1.2.2 Etapas del tostado del caf3.....	32
2.2 Propiedades del caf3 org3nico.....	34
2.2.1 Sabor del caf3 org3nico .....	34
2.3 Proyectos de caficultura org3nica en Colombia .....	35
2.3.1 Primeras iniciativas .....	35
2.4 Factores que estimulan la producci3n org3nica.....	36
2.5 3reas potenciales para la producci3n org3nica .....	37
<b>Capítulo 3.....</b>	<b>39</b>
3. ESTUDIOS Y TECNICAS ANALITICAS REALIZADAS AL CAF3.....	39
3.1 Estudios sobre caf3 .....	39
3.2 An3lisis fisicoqu3mico del caf3 .....	41
3.3 Termodin3mica de los alimentos.....	43
3.4 Diagrama de fase.....	44
3.5. An3lisis t3rmico.....	44
<b>Capítulo 4.....</b>	<b>45</b>
4. METODO EXPERIMENTAL.....	45
4.1 Calorimetr3a diferencial de barrido (DSC) [26] .....	45
4.1.1 Definici3n .....	45
4.1.2 M3todos calorim3tricos .....	45
4.1.2.1 DSC de potencia compensada .....	45
4.1.2.2 DSC de flujo de calor .....	47
4.1.3 Principios generales de la t3cnica.....	47

4.1.4 Calorímetro DSC.....	48
4.1.5 Equipo utilizado.....	49
4.1.4. Aplicaciones básicas de DSC .....	52
4.2 Difractometría de rayos X (DRX).....	55
4.2.1. Instrumentación .....	56
4.2.1.1. Difractómetro BRUKER AXS D8, Advance .....	56
4.3 Preparación de muestras .....	57
<b>Capítulo 5.....</b>	<b>60</b>
5. ANALISIS Y RESULTADOS.....	60
5.1 Análisis Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) .....	60
5.2 Análisis por difracción de rayos X (DRX) .....	66
6. <b>CONCLUSIONES</b> .....	<b>68</b>
7. <b>PUBLICACIONES</b> .....	<b>69</b>
8. <b>REFERENCIAS</b> .....	<b>70</b>



## LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Valores del ajuste Lorenziano para DRX mostradas en el gráfico 8. ....	67
---	----

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Cereza del café madura.....	16
Figura 2 . Estructura interna de cereza de café .....	16
Figura 3. Germinadores de Café.....	26
Figura 4. Almacigo de Café Orgánico .....	27
Figura 5. Trazado Cultivo de Café .....	27
Figura 6. Sistema de Sombra para Cafetales .....	28
Figura 7. Fertilización de la Planta de café. ....	28
Figura 8. Floración del café .....	29
Figura 9. Frutos de café (cerezas). ....	29
Figura 10. Recolección manual del café .....	30
Figura 11. Despulpado de cerezas de café .....	30
Figura 12. Proceso de fermentación del café .....	31
Figura 13. Lavado del café. ....	31
Figura 14. Secado tradicional del café.....	32
Figura 15. Escogida manual del café.....	32
Figura 16. Café trillado.....	33
Figura 17. Café tostado .....	33
Figura 18. Productos derivados del café.....	34
Figura 19. Colombia y el café orgánico.....	38
Figura 20. Diseño de un calorímetro de potencia compensada para llevar a cabo medidas de DSC.....	46
Figura 21. Esquema de una celda de DSC de flujo de calor comercial .....	47
Figura 22. Termograma DSC.....	48
Figura 23. Calorímetro diferencial de barrido Q100 (DSC) .....	50
Figura 24. Muestreador automático .....	50
Figura 25. Sistema de refrigeración y control programado de la temperatura (RCS) .....	51
Figura 26. Curva DSC para una muestra amorfa de terftalato de polietileno.....	54
Figura 27. Utilización de DSC para seguir la cristalización isotérmica del polietileno .....	55
Figura 28. Rayos X, BRUKER D8 ADVANCE.....	57
Figura 29. Determinación de transición vítrea de café en verde orgánico. En verde: flujo de calor. En azul: primera derivada flujo de calor.....	61
Figura 30. Determinación de transición vítrea de café tostado orgánico. En verde: flujo de calor. En azul: primera derivada flujo de calor.....	62

Figura 31. Determinación de transición vítrea de café verde y tostado orgánico. En verde: flujo de calor. En rojo: primera derivada flujo de calor .....	63
Figura 32. Formación de cristales en la tostión de café. En verde: flujo de calor. En azul: primera derivada flujo de calor. En rojo: segunda derivada de flujo de calor	64
Figura 33. DSC espectro de café. Espectro DSC de muestras S1a tostada a 210 C de °C, S1b tostada a 230°C de, S2a a 210 °C de, y S2b tostada a 230 °C de (b) derecha espectro de MDSC de café sin tostar (verde), S1verde, y S2verde.....	65
Figura 34. DSC espectro de café. Espectro de DSC de café sin tostar (verde), S1verde, y S2verde. ....	66
Figura 35. Difracción de Rayos X de muestras de café tostado a 220°C entre 8 y 12 minutos .....	66
Figura 36. Difracción de Rayos X a ángulo rasante de muestra de café verde y tostado a 220°C .....	67

## RESUMEN

El café es un sector prioritario en la economía del Departamento del Cauca y es un producto fundamental en el flujo exportador de nuestro país. Los países importadores de este producto buscan una mejor calidad que les permita obtener mejores ganancias. Por tal razón se hace indispensable trabajar en la identificación de características fisicoquímicas que pueden o no ser alteradas en el proceso de tuestión del grano de café orgánico, y que son las responsables de la calidad del producto final. En este orden de ideas, en esta propuesta se tuvo en cuenta el procesado térmico del grano de café orgánico como parámetro comparativo en la alteración de estas propiedades.

Se trabajó en conjunto con la empresa caucana CAFICAUCA se seleccionaron diferentes muestras de café orgánico verde de diversas regiones del Cauca verificando que estas cumplan con los parámetros de humedad y calidad de grano. Una parte de las muestras obtenidas fueron sometidas al proceso de tuestión, que se realizó a una temperatura inicial de 190°C hasta llegar a 230°C con una duración en tiempo de 8, 10 y 12 minutos aproximadamente. Al material tostado y verde se le estudiaron los cambios de fase estructural mediante el uso de la calorimetría diferencial de barrido y la difracción de rayos X, pruebas que se llevaron a cabo en el laboratorio de magnetismo y Materiales Avanzados de la Universidad Nacional Sede Manizales, con los análisis de las caracterizaciones se espera, como resultado final, crear un banco de datos de las características estructurales y los cambios de fase que presenta el café orgánico en el rango de temperaturas estudiadas.

## INTRODUCCIÓN

Un porcentaje muy importante de la economía colombiana se basa en la exportación de café, esta realidad es palpable en el Departamento del Cauca que presenta una fuerte tendencia a la producción de cafés especiales. En el año 007 la empresa Caucana CAFICAUCA reportó exportaciones por 96000 millones de pesos anuales, con alta participación en la cuota de granos de café orgánico [1]. La producción de granos de café orgánico ha posicionado al Departamento del Cauca como uno de los mayores productores en Colombia; este producto ha tenido buena acogida en los mercados internacionales auspiciando los métodos y tecnologías para la producción de este grano.

Por lo anterior, investigaciones que apunten a la optimización del proceso de producción de café orgánico son de alta relevancia e impacto regional. Siendo así, la pregunta problema que se desea responder con el desarrollo del trabajo de grado es si existen cambios de fase estructural en los granos de café orgánico al ser sometidos a procesos de tostión, como resultado de la temperatura y el tiempo de tostión, parámetros responsables directos en la consecución de un buen producto.

Este trabajo de grado tiene como meta contribuir a la determinación de algunos estándares de las características físicas y químicas del café asociadas con el proceso de tostión de los granos de café orgánico.

Para una mayor comprensión del desarrollo de esta investigación en el primer capítulo se tratara las generalidades del café, en el segundo lo referente al café orgánico, en el tercer capítulo los estudios y técnicas analíticas realizadas al café, en el cuarto el método experimental utilizado, en el quinto análisis de resultados y finalmente un sexto capítulo socializando las conclusiones de la investigación.

---

## Capítulo 1

### 1. GENERALIDADES DEL CAFÉ

---

#### 1. 1 Dispersión del café en el mundo

El papel que jugaron los pueblos de religión y cultura musulmana, particularmente los árabes, en la difusión del consumo del café y su cultivo fue muy importante. Muchos autores consideran que la expansión del café a Arabia ocurrió entre los siglos VIII y XIII. Fueron los árabes quienes, en el siglo XV, consumieron primero regularmente el producto. El café como bebida se difundió pronto a La Meca, Medina y Siria, y de allí a Adén y al Cairo, abarcando todo el mundo musulmán alrededor de 1510; alcanzando Turquía alrededor de 1554.

El mayor consumo generó una expansión en su producción; en el siglo XIV, los árabes llevaron la planta a Yemen, donde aparecieron las primeras plantaciones que generaron un gran rédito económico. El monopolio árabe de la producción de café estuvo basado en la prohibición de exportación de semillas y en el mantenimiento de un cuidadoso secreto sobre las técnicas de cultivo. Como consecuencia de esta estrategia, el puerto yemení de Mocha, sobre el mar rojo, se constituyó en el principal centro de comercio de café hasta el siglo XVII.

Al inicio del siglo XVII, el consumo de café fue llevado de Turquía a Europa; entró por el puerto de Venecia en Italia y pasó luego a Holanda, Francia, Inglaterra y Alemania. Se difundió el consumo por toda Europa y así surgieron los establecimientos de consumo de café. En 1689 en Boston, Estados Unidos, se inauguró el primer café.

La expansión del cultivo del café en diversos continentes la iniciaron los holandeses para independizarse de los árabes. Los holandeses lograron acceder a las semillas y fueron quienes desarrollaron los primeros cultivos intensivos en la India y en Ceilán (hoy Sri Lanka) en el siglo XVII y en Indonesia a fines de ese siglo y comienzos del XVIII. El comerciante Nicolás Witzen, después de muchos intentos, logró obtener unas semillas que llevó la antigua Batavia (hoy Yakarta, en la isla de Java en Indonesia). Los cafetos sembrados pertenecían a la variedad conocida, más tarde, como Típica. En 1711 el primer embarque de 894 lbs. fue enviado a Amsterdam, de esta forma Holanda llegó a dominar la producción mundial de café.[1].

Por un tratado de paz, en 1713, Francia recibió al año siguiente su primer cafeto de manos holandesas y llegó a la corte del rey Luis XIV, quien encomendó su cultivo al eminente botánico Antonio de Jussieu, en el Jardín Botánico de París.

Se cree que los holandeses también fueron quienes introdujeron el cultivo a Suramérica en 1714 en la Guayana Holandesa (hoy Surinam). Los primeros arbustos de café llegaron a las islas del Caribe a comienzos del siglo XVIII llevados por los franceses y de allí pasó a Brasil y Colombia, donde se consolidó como un cultivo importante en el Siglo XIX. En la segunda mitad de ese siglo la roya del cafeto, enfermedad causada por el hongo *Hemileia vastatrix*, arrasó los cultivos de café en Ceilán, entonces el primer productor de arábigo del mundo, lo que favoreció a los países suramericanos como proveedores mundiales de la bebida. También, como consecuencia de la roya, se inició a fines del siglo XIX el cultivo de los cafés robustas, que tienen resistencia a esta enfermedad.

## 1.2 Café

**1.2.1 Definición.** Es una semilla procedente del árbol del cafeto, perteneciente a la familia de las Rubiáceas y al género *Coffea*. Los cafetos cultivados en el mundo a nivel industrial son de la especie *Coffea canephora* y *Coffea arábica*[2].

La primera descripción de una planta de café fue hecha en 1592 por Prospero Alpini y, un siglo después, Antoine de Jussieu (1713) la denominó *Jasminum arabicanum* (la consideró un jazmín). Fue Linneo (1737) quien la clasificó en un nuevo género, el género *Coffea*, con una sola especie conocida: *C. arabica*. Hoy, se reconocen 103 especies, sin embargo, sólo dos son responsables del 99% del comercio mundial: *Coffea arabica* y *Coffea canephora*. Son originarias de África, o de Madagascar (incluido los Comores).

El café crece de manera apropiada en la zona tórrida en lugares que cumplen con condiciones ideales de suelo, temperatura, altitud y radiación solar. En Colombia, el cultivo del café se localiza en las laderas de las cordilleras. Los suelos ricos en materia orgánica son ideales para el café. En general los suelos deben tener una profundidad de 80 centímetros para permitir la penetración de las raíces.

El café se desarrolla en 32 semanas después de la aparición de la flor en el cafeto; cambia desde el verde claro al rojo oscuro (ver figura 1) o a amarillo según su variedad, este color es un indicativo de que el grano está maduro, para luego ser recolectado. La cereza del café, se forma en racimos unidos a las ramas por tallos muy cortos.

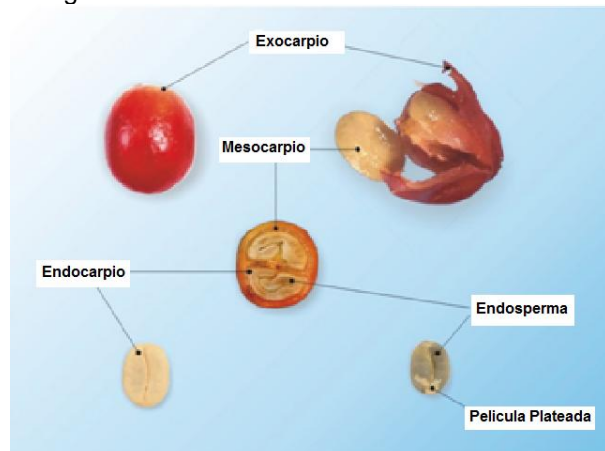
Figura 1. Cereza del café madura



Fuente: Federación Nacional de Cafeteros

Los granos de café son las semillas de un fruto llamado popularmente cereza. Estas cerezas están compuestas por una cubierta exterior, el *exocarpio*, que determina el color del fruto; en el interior hay diferentes capas: el *mesocarpio*, es una goma rica en azúcares adherida a las semillas que se conoce como mucílago; el *endocarpio* es una capa amarillenta que cubre cada grano, llamada *pergamino*; la epidermis, una capa muy delgada conocida como la *película plateada*; y los granos o semillas, el *endosperma*, conocidos como el *café verde*, que son los que tuestan para preparar los diferentes tipos de café ( figura 2).

Figura 2 . Estructura interna de cereza de café



Fuente: Federación Nacional de Cafeteros

**1.2.2 Clasificación.** El café tiene origen botánico, principalmente dos especies: *Coffea Arábica* y *Coffea Canephora* o Robusta y algunas especies menos comunes: *Coffea Excelsa* y *Coffea Libérica* [3]. A continuación una breve descripción de las especies más importantes:



**1.2.2.1 Café Arábica:** Se cultiva en todo el mundo, principalmente en zonas montañosas. Las habas son generalmente voluminosas y de forma alargada, aproximadamente de una longitud entre 14 mm a 15mm y tiene una coloración verde, verde-azulado o verde pálido. Esta especie es más apreciada que la *Canephora* por los consumidores de café.

Dentro del género *Arábica* existen numerosas variedades [4], entre ellas:

- *Moka:* De granos pequeños e irregulares
- *Típico:* Da un excelente café pero es muy sensible a plagas y enfermedades
- *Caturra:* De buen rendimiento y desarrollo rápido
- *Catuai:* De rápido rendimiento
- *Kent:* Muy resistente
- *Amarella:* Llamada así por el color de su grano, muy resistente a las heladas
- *Maragogipe:* De grano gigante casi el doble que las anteriores variedades, muy resistente a enfermedades

**1.2.2.2 Café Canephora:** Se cultiva en zonas de bajas altitudes, resistente a enfermedades, altas temperaturas y fuertes lluvias, debido a su follaje resistente, los frutos son pequeños y producen una bebida menos aromática, el haba del *Canephora* es más corta y de aspecto más redondo. La coloración de los granos generalmente es de tono grisáceo, esta especie no es cultivada en Colombia.

**1.2.3 Productos derivados del café.** En la actualidad se producen los siguientes tipos de café, para su comercialización:

- Café verde o crudo
- Café tostado
- Café tostado y molido
- Café soluble atomizado
- Café soluble aglomerado
- Café soluble liofilizado
- Café descafeinado

### 1.3 Beneficio y procesamiento del café

El beneficio del café consiste en someterlo a una serie de operaciones que se inician con el despulpado del fruto de cafeto (la cereza del café), que se realiza por vía húmeda o por el secado del café sin despulpar, si es por vía seca, hasta obtener un grano tipo pergamino seco o cacota; una vez pase por el proceso de trilla recibe el nombre de café verde en almendra. En estas condiciones el café queda listo para exportarlo o para procesarlo. A continuación una breve descripción de los sistemas de beneficio comúnmente empleados [5].

**1.3.1 Beneficio en seco.** Se inicia cuando los frutos comienzan a secarse en el mismo árbol, estado en el cual contiene una humedad del 60% al 65% aproximadamente. El grano se cosecha e inmediatamente debe someterse al proceso de secado. El secado al aire o secado natural puede durar entre dos y cuatro semanas, dependiendo del clima. Cuando se utilizan secadores dinámicos se recomienda hacer un presecado al sol hasta que este reduzca su contenido de humedad de entre 30% y 35%, lo cual permite un mejor manejo y eficiencia de la secadora. El proceso de secado se debe suspender cuando el grano haya alcanzado un 12% de humedad, momento en el cual se somete a la trilla con el fin de separar la pulpa seca y el pergamino (técnicamente llamado cacota) quedando lo que se denomina café verde.

**1.3.2 Beneficio húmedo.** Se debe recolectar el grano completamente maduro en forma manual y se debe despulpar el mismo día, puesto que después de 24 horas de cosechado, el mucilago empieza a colorearse (acción de taninos) por oxidación y puede manchar el pergamino. Las semillas frescas despulpadas están recubiertas por una capa de mucílago (miel, goma o baba) esta debe eliminarse por fomentación antes que las semillas se sequen. Las semillas se dejan fermentar humedecidas o sumergidas totalmente en agua. La descomposición del mucílago (insoluble en agua) puede durar entre 12 y 30 horas, dependiendo de la temperatura del lugar (a mayor temperatura menor tiempo de fermentado), de la madurez del café, del diseño de los tanques y de la calidad del agua. Luego se lava para retirar completamente el mucílago, cambiando el agua por lo menos dos veces durante el proceso de lavado y se hace una clasificación de los granos que pueden ser; café tipo exportación, café corriente y pasilla o de grano de baja densidad. Después del lavado y escurrido el grano tiene un contenido de humedad entre el 52% y 55%, la cual se extrae durante el proceso de secado, hasta obtener un grano de humedad final entre 10% y 12%. El secado se puede realizar natural o mecánicamente; luego se almacena en forma de café pergamino o de café verde

el cual ha sido pasado por el proceso de trilla, donde se retira el pergamino. Este beneficio se emplea en Colombia y el producto resultante de la especie Arábica tratada por éste sistema se conoce como café suave.

## **1.4 Café verde**

**1.4.1 Definición.** Es el resultado de someter la cereza de café madura al beneficio retirando el exocarpio, mesocarpio y por medio de la trilla el pergamino, quedando así la almendra únicamente.

**1.4.2 Clasificación.** A continuación se mencionaran algunas características propias del café verde:

**1.4.2.1 Granulometría:** Las diferencias específicas de forma y tamaño son particularmente notables en los granos de café Arábica y café Canephora. Las primeras son generalmente más voluminosas, de forma más alargada. El Canephora es de grano más corto y de aspecto más redondeado, el surco es de tendencia más rectilínea que en el Arábica.

**1.4.2.2 Densidad aparente:** La diferencia de los granos reside en el origen botánico y en menor grado en su contenido de humedad el cual debe ser inferior al 12% para una buena conservación. La densidad de los Canephora es más elevada que la de los Arábica. Independiente del factor agua, la densidad de los granos de café puede variar en función del estado de madurez en el momento de la cosecha, de los ataques parasitarios, alteraciones de los tejidos, etc...

**1.4.2.3 Color:** Esta característica tiene gran importancia comercial sobre todo para los Arábica. El beneficio desempeña un papel importante en el color. Varía entre amarillo oscuro y verde claro, pasando por toda la gama de matices intermedios.

El color dominante varía con su origen botánico, la naturaleza del suelo, la técnica de cultivo, el beneficio y la manera como se almacene y conserve el grano.

Los cafés Arábica tienen por lo general una coloración verde, verde azulado o gris azulado uniforme, mientras que los Canephora tienen un color de tendencia grisácea a consecuencia, de un despéliculado deficiente.

**1.4.2.4 Contenido de humedad:** Los cafés verdes presentan un nivel de agua comprendido entre 10% y 12%.

**1.4.3 Almacenamiento del café.** Como se menciona anteriormente el café puede ser guardado en pergamino o en almendra (café verde) [6]. Para que la calidad del grano se vea afectada por este almacenamiento hay que tener en cuenta los siguientes factores:

**1.4.3.1 Humedad inicial del grano:** Es el factor que más se debe controlar para su conservación. El contenido de humedad adecuado para este almacenamiento debe ser entre el 10% y 12% para evitar la actividad enzimática y el crecimiento de moho, los cuales dependen directamente de la humedad relativa y la temperatura del medio que lo rodea.

**1.4.3.2 Humedad relativa y temperatura:** El almacenamiento se debe desarrollar a temperatura inferior a 20°C y humedad relativa entre 50% y 70%. A humedad relativa mayor el desarrollo de hongos y bacterias se incrementa, deteriorando la calidad del grano. Es importante tener un control permanente de la temperatura de almacenamiento. Las variaciones drásticas de humedad relativa y temperatura generan procesos de desorción.

**1.4.3.3 Insectos y microorganismos:** Los hongos y las bacterias son los principales microorganismos que afectan a los granos en el almacenamiento. Ya sea por el crecimiento de estos a causa del aumento de la humedad y la temperatura, por el grado de contaminación inicial que tenga el grano y a causa de material extraño como palos, cáscaras y otras impurezas presentes en el café.

**1.4.3.4 Respiración de los granos:** El café verde está constituido por tejidos vivos y aun después de su almacenamiento sigue transpirando, realizando su metabolismo y experimentando cambios físicos y químicos. Estos cambios ocasionan el deterioro del producto.

## **1.5 Café semitostado**

El café semitostado es el resultado de la tostión incompleta del café verde. Este café tiene cierto grado de tostión (entre verde y tostado) y se semituesta debido al hecho de que el café verde sigue siendo un organismo vivo que sufre procesos de oxidación y respiración y que contiene agentes microbianos (microfauna y microflora) los cuales pueden generar problemas de tipo fitosanitario en lugares donde se comercializa, provocando posibles infestaciones y afectando las propiedades del mismo y del producto final. Una posible solución a este problema es la comercialización de café semitostado con lo cual se eliminarían estos agentes contaminantes.

El café semitostado se considera un producto para comercializar pero en realidad se trata de una materia prima para el proceso de torrefacción ya que este café no está listo para su consumo al no poseer ciertas características que se adquieren en dicho proceso.

## **1.6 Tostación o torrefacción del café**

**1.6.1 Definición.** La torrefacción del café es un proceso en el cual intervienen mecanismos de transferencia de calor y de masa simultáneamente. Depende del tiempo y de la temperatura, donde se inducen los cambios en el café verde produciendo los compuestos que originan el aroma característico, sabor, olor y cuerpo del café [7].

Existen grandes diferencias entre el café tostado y café verde o crudo, porque al sufrir este proceso, la composición del café se modifica en su estructura; estas modificaciones pueden ser tanto físicas (volumen, densidad, color, dureza) como cambios de tipo químico que dan origen a las cualidades organolépticas del café.

**1.6.2 Condiciones de tostión.** La tostión del café se realiza a nivel de laboratorio bajo las siguientes condiciones:

- Antes de tostar es necesario trillar y limpiar el grano, retirando impurezas o materiales extraños así como los granos defectuosos.
- Se utiliza un café verde perfectamente seco con una humedad entre 10% y 12% y distribución granulométrica centrada (tamaño de grano uniforme).
- La tostación se realiza en un recipiente cerrado (con un orificio, para depositar el café), que está en continuo movimiento para evitar que los granos se quemen y así puedan afectar las propiedades organolépticas.
- El tiempo de tostión y el grado de color varían según la temperatura, el diseño del tostador, la forma de transferir el calor y el tipo de café.
- La tostión se obtiene a diferentes temperaturas que varían desde 180°C a 240°C y donde el café sufre una pérdida de peso entre el 15% y el 20%. Debe procurarse un calor uniforme y gradual.

- En la tostación hay un aumento de volumen debido a la presencia de CO<sub>2</sub> interior, por lo tanto el tostador no debe llenarse para facilitar el movimiento del café, ya que el volumen puede incrementarse entre 1.8 y 2.0 veces el volumen del grano verde.
- El café tostado puede conservar las propiedades adquiridas por varios días en recipientes cerrados, limpios y perfectamente secos (condiciones adecuadas de almacenamiento). Si se deja al aire libre pierde su frescura y aroma.
- Al final de torrefacción, el café se deja enfriar utilizando una corriente de aire frío que pasa a través de una malla o quenching (apagado), término utilizado cuando se aplica agua por aspersión [8].

**1.6.3 Fases de torrefacción.** En la torrefacción hay 5 etapas principales:

- Desecación
- Crecimiento
- Disgregación
- Tostado completo
- Enfriamiento

Los primeros cambios se presentan a 50°C en las capas superficiales, a los 100°C el color verde del café comienza a cambiar a amarillo, en este momento comienza la desecación donde se desprende vapor de agua y comienza la volatilización desarrollando un olor a pan tostado. Alrededor de los 120°C a 130°, el grano adquiere una coloración castaña que varía poco a poco a coloraciones pardas, acompañado de un aumento en el volumen y su olor todavía no es característico.

Alrededor de los 180°C el olor empieza a ser característico y a causa de la pirolisis (descomposición de grandes estructuras químicas por medio de calor) aparecen productos gaseosos como vapor de agua, CO<sub>2</sub>, CO, compuestos volátiles por la descomposición de los carbohidratos, proteínas y grasas que son los causantes del aumento de volumen en el grano, el cual empieza a tomar una coloración marrón a causa de las reacciones de Maillard [10] y la caramelización de azúcares. En este momento se inicia la fase de descomposición caracterizada por el rompimiento de estructura celular de los granos debido sobrepresiones internas (crepitación), producción de humo y la aparición de aroma de café, en este instante las reacciones endotérmicas alcanzan su punto máximo [9].

Posteriormente comienzan las reacciones exotérmicas debido al calor de reacción dentro del grano, que hacen que éste alcance temperaturas hasta de 200°C aproximadamente. Después de alcanzada la óptima caramelización de azúcares se obtiene la tostación completa en donde desciende el contenido de agua a valores entre 1.5% a 3.5% de peso.

La zona de torrefacción se encuentra entre los 180°C a 250° siendo la temperatura óptima, la comprendida entre 210°C y 230°C, por encima de esta ocurre la sobretorrefacción en donde se acentúan, el desprendimiento de humos, los granos se ennegrecen, el volumen ya no aumenta y en el peor de los casos se carbonizan, se hacen más quebradizos y el aroma desaparece. Para detener el proceso de torrefacción del café es necesario generar un enfriamiento rápido e inmediato de los granos, ya sea por corriente de aire o pagado por aspersion con agua. La duración de la torrefacción es aproximadamente de 10 a 12 minutos (bajo condiciones dadas). Este tiempo varía según el equipo que se utilice y la calidad de almendra adicionada.

### **1.7 Especificación del origen y buena calidad del café de Colombia**

El café llegó a Colombia a principios del siglo XVIII, pero su cultivo comercial se realiza desde hace unos 170 años. Esta actividad agrícola e industrial ha tenido siempre una significativa importancia socioeconómica en el país, representando en la última década el 4% del PIB total [11].

El área cafetera colombiana corresponde aproximadamente a 869.158 hectáreas, donde se encuentran unas 566.000 familias que se dedican a su cultivo; en tanto que alrededor de un millón de personas dependen económicamente de las actividades relacionadas con el proceso, la comercialización y la exportación del café. El café de Colombia se cultiva y beneficia en fincas cafeteras en las cuales, el 24% son siembras de café; el resto corresponde a bosques, pastos y a cultivos como plátano, maíz, frutas, hortalizas y áreas para programas de cría y levante de animales.

Las fincas cafeteras están localizadas entre 1 y 11° de latitud Norte, 74 a 78° de longitud Oeste y altitudes entre 1.000 y 2.000m, ubicación geográfica que corresponde a los departamentos de Antioquia, Boyacá, Caldas, Cauca, Cesar, Cundinamarca, La Guajira, Huila, Magdalena, Nariño, Norte de Santander, Quindío, Risaralda, Santander, Tolima y Valle del Cauca, en su mayoría, áreas de la región Andina. De toda la producción nacional, la principal variedad cultivada es

la variedad caturra, con un 43%, seguida de la variedad Colombia con un 26% el resto corresponde a variedades de porte alto como Típica, Castillo Borbón, Tabí y otras como la variedad Maragogipe.

El producto que comercializan los caficultores es el café pergamino seco, el cual venden en las cooperativas de caficultores o puntos de compra de particulares designados por ALMACAFE. La trilla es la primera de una serie de operaciones industriales que incluyen limpieza y clasificación de los granos. En las trilladoras se separa el endocarpio de los granos pergamino para obtener los granos de café almendra que son clasificados según el tamaño, la densidad, el peso y el color, usando diferentes equipos, tamices, monitores y personal capacitado para lograr la especificación de tamaño requerida por el mercado y para retirar cualquier impureza o grano defectuoso. Los granos negros, muy decolorados, severamente dañados por broca y los vinagres deben eliminarse del café, ya que afectarían el sabor de la bebida, aun cuando estén presentes en pequeñas cantidades.

El café colombiano cuenta con ventajas competitivas en el mercado internacional, de hecho se le reconoce una prima o sobreprecio por su calidad, debido a varios factores como su origen geográfico, las condiciones climáticas y de suelos de sus cultivos; su origen botánico, la especie y variedades sembradas; la cultura cafetera del país y los procesos y operaciones que son realizados en las fincas, comercialización, trilladoras, bodegas y puertos hasta la obtención del producto para exportación y consumo. El café colombiano se cataloga comercialmente en la primera categoría de la Organización Internacional del Café, que corresponde a los cafés suaves colombianos. A esta categoría pertenecen cafés de variedades arábica procesados por el método húmedo de beneficio, como el café de Colombia, Kenia y Tanzania.



---

## Capítulo 2

### 2. CAFÉ ORGANICO

---

#### 2.1 Definición

El café orgánico es definido como un café producido con prácticas orgánicas, certificados por organizaciones independientes; cuya principal diferencia radica en que las normas orgánicas prohíben el uso de insumos químicos en todas las etapas del proceso de producción y comercialización del producto, es decir desde la finca hasta el destino final.

Antes del descubrimiento en los años 60 de los fertilizantes químicos y los plaguicidas sintéticos, el cultivo de café orgánico en Colombia era el habitual. Fue retomado en los años 80, a partir de diferentes proyectos, enfocados a activar diversas regiones del país y en algunos casos, como sustituto de las plantaciones de coca erradicadas [12].

El café orgánico es un café libre de químicos y pesticidas que se cultiva con un estricto control de calidad y en armonía con la naturaleza. El café orgánico por lo general se cultiva bajo sombra, es decir, las matas del cafeto se cultivan intercaladas con árboles diversos tales como el plátano, limón, aguacate, naranja. También dan sombra al café árboles que no dan producto. Estos cafetales son sistemas agroforestales que ofrecen numerosos beneficios ecológicos y económicos tales como: la protección y conservación de la biodiversidad; protección de suelos; regulación de lluvias, heladas vientos; protección de cuencas hidrológicas, captación de carbono; generación de alimentos y diversificación productiva.

El cultivo del café orgánico se rige por normas internacionales de producción e industrialización que son vigiladas bajo un sistema de certificación que garantiza el consumo de café de alta calidad sin insumos de síntesis química y la protección del medio ambiente.

## 2.1.2 Cultivo del café orgánico.

Pasos a seguir para instalar un cultivo de café:

- **Construcción de germinadores:** Es la base del éxito en la plantación que se comienza, se construye con materiales del medio como: guadua, arena lavada, gravilla y costales. Se hace un cajón de 45 centímetros de profundidad, de un metro de ancho por el largo que se requiera según la cantidad de semilla a sembrar, teniendo en cuenta que por cada libra de semilla se necesita un metro cuadrado [13]. En el fondo del cajón se hecha la gravilla, luego la arena lavada de peña, hasta llenarlo, colocando la semilla en la arena humedecida, aplanándola suavemente y cubriéndola con una capa de arena delgada. Se tapa el semillero con costales y se aplica riego constante sin encharcar, como se muestra en la figura 3.

Figura 3. Germinadores de Café



Fuente: Barinas.net.ve

- **Almacigos:** El sitio escogido depende de la cantidad de plantas a sembrar, en diez (10) metros caben aproximadamente 1000 bolsas. Este almacigo debe estar cerca del lote donde se va a sembrar y con riego disponible, el sitio debe ser plano, de fácil acceso y con zanjas o drenajes alrededor para evitar encharcamientos. La tierra para llenar las bolsas debe ser de buena calidad, libre de malezas, terrones o piedras, esta tierra se enriquece con abono orgánico bien descompuesto, como pulpa de café, gallinaza, etc. El almacigo debe tener un cobertizo para controlar la temperatura de la planta.

Únicamente se colocarán en las bolsas las chapolas vigorosas, bien formadas y con excelente raíz (figura 4).

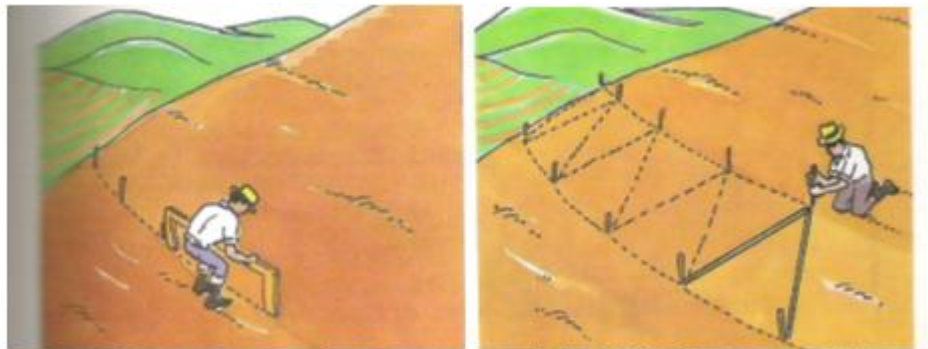
Figura 4. Almacigo de Café Orgánico



Fuente: Barinas.net.ve

- **Trazado:** Para facilitar el trazado se inspecciona cuidadosamente el terreno a fin de establecer las diferentes pendientes y aplicar un trazado que se acomode al terreno, ya sea en cuadro o curvas a nivel, lo que presenta en la figura 5.

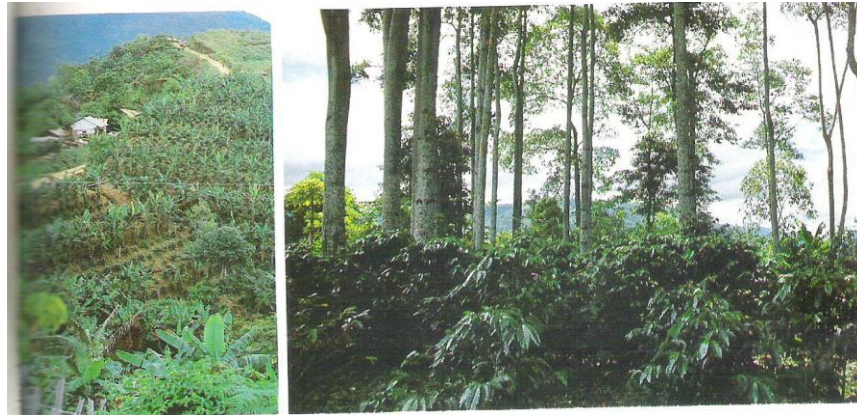
Figura 5. Trazado Cultivo de Café



Fuente: Barinas.net.ve

- **Sombrío:** El sombrío de los cafetales se debe usar según el clima, a mayor luz solar la planta se desarrolla mejor, exigiendo mejor manejo en lo que respecta a fertilización, desyerbas, control de plagas y enfermedades. El sombrío es un gran defensor del suelo, el medio ambiente, la flora y la fauna (figura 6).

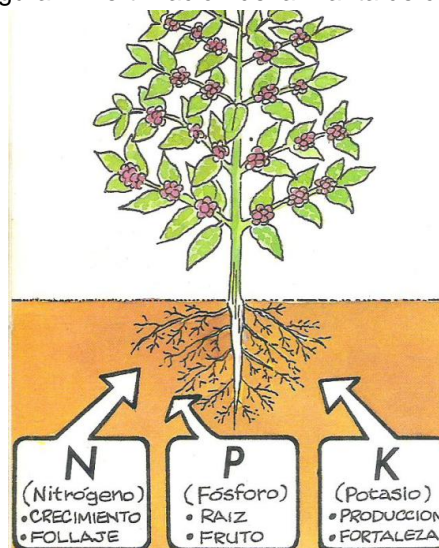
Figura 6. Sistema de Sombra para Cafetales



Fuente: Barinas.net.ve

- **Fertilización del café:** Es de vital importancia en la producción de café, que requiere de nutrientes como nitrógeno, fósforo, potasio, ilustrado en la figura 7, que se debe aplicar en forma de corona retirado del tallo y tapándolo con hojarasca.

Figura 7. Fertilización de la Planta de café.



Fuente: Barinas.net.ve

- **Floración del café:** Es la época cuando la planta se está preparando para producir los granos de café (figura 8).

Figura 8. Floración del café



Fuente: Barinas.net.ve

- **Los frutos:** Son el resultado de la floración, obtenida por los buenos manejos de fertilización, sombrero, riego y demás labores culturales (figura 9).

Figura 9. Frutos de café (cerezas).



Fuente: Barinas.net.ve

### 2.1.2.1 Beneficio del café

- **Recolección:** Se recolectan únicamente los granos maduros, se recojen los granos que caen al suelo para evitar propagamiento de plagas como las broca, se evita dejar frutos maduros en la planta pues estos al secarse dan origen a la guayaba, que dañan la calidad del producto (figura 10).

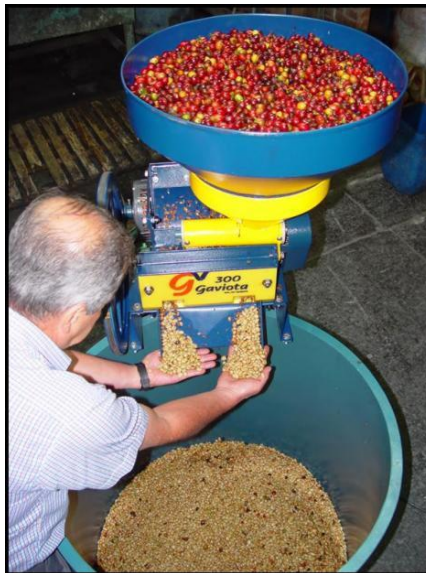
Figura 10. Recolección manual del café



Fuente: Barinas.net.ve

- **Despulpado:** En la figura 11 se presenta el proceso de despulpaje que se debe hacer el día de la recolección, antes de las seis horas de haber sido recolectado, así se evita fermentación de los frutos.

Figura 11. Despulpado de cerezas de café



Fuente: Federación Nacional de Cafeteros

- **Fermentación:** La fermentación se hace para lograr la descomposición del mucilago o baba que cubre el pergamino (figura 12), esta fermentación tiene una duración normalmente de 18 a 30 horas.

Figura 12. Proceso de fermentación del café



Fuente: Federación Nacional de Cafeteros

- **Lavado:** En la figura 13 se ilustra este proceso, que se realiza inmediatamente después de la fermentación, con agua limpia y abundante.

Figura 13. Lavado del café.



Fuente: Federación Nacional de Cafeteros

- **Secado:** Es el proceso mediante el cual utilizando los rayos del sol se retira la humedad de los granos, para evitar que el producto se avinagre dando origen a mal sabor y olor, no hay que exceder el calor ya que puede ocasionar café cristalizado, el exceso de calor produce pérdidas de peso y acaba con el buen sabor y aroma del café (figura 14).

Figura 14. Secado tradicional del café.



Fuente: Federación Nacional de Cafeteros

Después del secado, el café está listo para ser vendido y comienza un nuevo proceso que lo convertirá en la tercera bebida más apetecida y tomada del mundo.

### 2.1.2.2 Etapas del tostado del café

Escogida a mano: Se seleccionan solo los granos completos, sacando el media cara, los frutos picados, con cascara y brocados (figura 15).

Figura 15. Escogida manual del café.



Fuente: Federación Nacional de Cafeteros



- **Trillado:** Se retira la cascara de los granos para dejarlos listos para el tostado (figura 16).

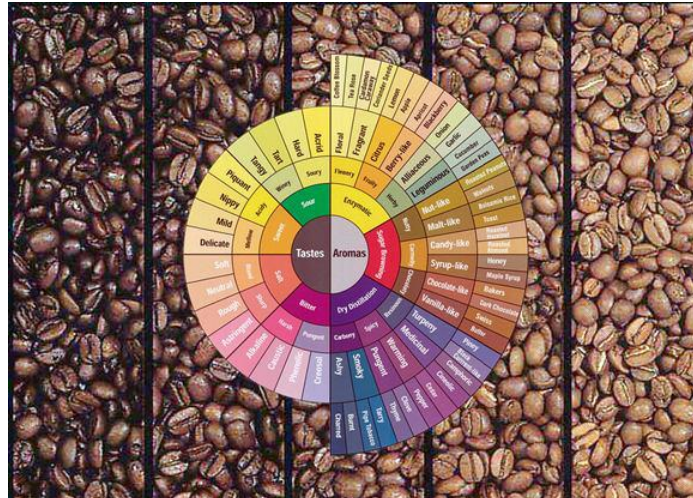
Figura 16. *Café trillado*



Fuente: Federación Nacional de Cafeteros

- **Tostado:** Se aplica calor a los granos hasta dejarlos listos para moler (figura 17).

Figura 17. *Café tostado*



Fuente: Federación Nacional de Cafeteros

- **Molido:** Se pasan los granos por el molino para triturarlos y quedan listo para ser utilizado en la elaboración de diferentes productos como son: dulces, tortas, helados, bebidas, etc. (figura 18).

Figura 18. Productos derivados del café



Fuente: Federación Nacional de Cafeteros

## 2.2 Propiedades del café orgánico

Las propiedades del café orgánico, suman a los beneficios que el café convencional aporta a la salud, sus características ecológicas. El café orgánico está libre de pesticidas y fertilizantes, por lo que no expone al organismo a los efectos adversos de estos. Sus contraindicaciones, por otra parte, no difieren de las del café convencional y se relacionan con los efectos de la cafeína, que pueden ser perjudiciales en determinadas circunstancias [14].

### 2.2.1 Sabor del café orgánico

Se tiene la creencia de que los productos orgánicos pueden tener mejor sabor que los convencionales, lo cual es una afirmación no comprobada y peligrosa para un país que tiene un gran negocio en la caficultura convencional que debe protegerse y que no es conveniente ni desprestigiarla, ni debilitarla. Esta creencia puede llevar a generar la falsa impresión de que, en todos los casos, es conveniente cambiar la caficultura convencional por la orgánica.

De otro lado, algunas personas imaginan que el café orgánico tiene un sabor característico que puede descubrirse al probarlo y que su calidad es mejor que la de otros productos. Estas creencias son infundadas y peligrosas. Lo único que tal vez puede reivindicarse a favor del café orgánico es la exclusión de los sabores químicos en la taza.

## **2.3 Proyectos de caficultura orgánica en Colombia**

### **2.3.1 Primeras iniciativas**

La producción de café orgánico existió en Colombia antes de la llamada “Revolución verde” de los años sesenta, cuando no había fertilizantes químicos ni plaguicidas de síntesis. Otras señales de esto se constatan en el uso de abonos verdes, mencionados en los antiguos manuales cafeteros, como el de 1932 y otros textos más antiguos de caficultura.

En la nueva era, la producción de café orgánico existe en Colombia desde la década de los ochenta. Se inició con pequeños proyectos en distintas regiones del país, ninguno de los cuales se ha consolidado como la principal fuente de café orgánico de exportación pero que si se convirtieron en el origen o en el modelo de los que actualmente llevan este tipo de café a los mercados internacionales. Casi todos estos proyectos se iniciaron con el apoyo de diversas organizaciones no gubernamentales

Las primeras iniciativas se dieron en Valle, Tolima, Cauca, Sierra Nevada y Cundinamarca.

La primera experiencia data del año de 1988 cuando se inició un trabajo de capacitación y organización campesina, dentro de un proyecto de Desarrollo Rural Integrado, donde la caficultura era la principal actividad económica. El proyecto contó con la orientación del Instituto Mayor Campesino (IMCA), organización católica de la comunidad jesuita y con apoyo internacional. La Cooperativa Equal Exchange, con sede en Boston, adquirió las primeras 4 toneladas de café orgánico no certificado en 1991.

Para consolidar el proyecto, se promovió la organización de los pequeños caficultores, responsables del acopio y exportación de café, y en el año 1992 se creó la Asociación de Caficultores Orgánicos de Colombia, ACOC- Café Sano, con sede en Riofrío, Valle. Con la certificación de OCIA (Asociación para el

Mejoramiento de Cultivos Orgánicos) se vendió el primer café orgánico certificado exportado desde Colombia.

En el Municipio del Palocabildo en el Departamento del Tolima, la Corporación Suna Hisca, organizada por un par de profesionales de la Universidad Nacional, inició en el año 1986 experiencias de campo. Posteriormente, influenciados por la experiencia del IMCA y de ACOC se iniciaron en los comienzos de la década de los noventa algunas experiencias con caficultura orgánica que se ha mantenido hasta la fecha.

En el Departamento del Cauca, con el apoyo y experiencia de do ingenieros agrónomos vinculados al IMCA, se estableció el proyecto de café orgánico en el contexto del trabajo de sustitución de cultivos ilícitos en el sur del Cauca adelantado por las Naciones Unidas. En 1993 se iniciaron las exportaciones al mercado norteamericano de este café certificado por OCIA, el trabajo inicial se desarrolló en los municipios de la Vega y Sucre con las organizaciones ASPROVEGA (Asociación de Productores Alimentos de la Vega) Y ASPROSUCRE (Asociación de Productores de Alimentos de Sucre). Posteriormente el proyecto se agrupó dentro de COSURCA (Cooperativa del Sur del Cuca) y estuvo activo algunos años en los municipios de Bolívar, Almaguer, La Vega y La Sierra, apoyado por el PNUD (Programa de las Naciones Unidas para el Desarrollo).

En 1996 se estableció un nuevo proyecto de caficultura orgánica en el Cauca, auspiciado por la GTZ (Agencia de Cooperación Técnica Alemana) y ubicado en los municipios de Balboa y Argelia [15].

## **2.4 Factores que estimulan la producción orgánica**

Varios son los factores que estimulan la producción orgánica en Colombia. Algunos de ellos son:

- 1) El factor de mayor estímulo a la caficultura orgánica lo constituye el sobreprecio del café orgánico comercializado. Sin embargo, parece prudente reducir el énfasis en el sobreprecio como elemento fundamental para estimular la caficultura orgánica. Debe recordarse que las primas son actualmente altas como resultado de la escasez y de la moda que se evidencia en algunos mercados. Este tipo de caficultura puede proponerse como un sistema alternativo de producción sostenible que posee unas buenas oportunidades de mercado actualmente, sin generar las

expectativas de sobrepuestos que pueden llevar a los caficultores a asumir peligrosos niveles de riesgo, como ya ha ocurrido. En materia de precios debe indicarse que, tanto la Federación como los particulares, han realizado ventas de café orgánico a precios superiores a los setenta centavos de dólar por libra como prima, gracias al esfuerzo realizado, por la División de Estrategia e Información Comercial, DEPEC, en la organización de la oferta y en el intercambio de información entre todos los responsables de los proyectos. Vale la pena destacar que los sobrepuestos más bajos obtenidos este año corresponden a los proyectos más antiguos.

- 2) La demanda por los productos orgánicos en el mundo ha recibido mucha divulgación por parte de los medios de información, que promueven estos productos como benéficos para la conservación del medio ambiente y la salud.
- 3) Las tasas de crecimiento del mercado de café orgánico son muy altas.
- 4) El café orgánico puede apartarse del mercado de los cafés especiales e irse hacia el mercado controlado por los grandes tostadores, generando una importante oportunidad.
- 5) El café orgánico disponible en el mercado es de calidad muy variable y el producto colombiano podría competir con mucha facilidad si ofrece consistencia, frescura y calidad superiores.
- 6) La producción de café orgánico cuenta con el apoyo de muchas organizaciones internacionales y con la financiación de las entidades multilaterales de crédito. Igualmente, existe un buen número de ONG interesadas en la promoción del café orgánico y los cafés de conservación.

## **2.5 Áreas potenciales para la producción orgánica**

Es usual que quienes simpatizan con la caficultura orgánica mencionen que toda el área cafetera donde subsisten cafés tradicionales, sin tecnificación, es potencial para la producción de este tipo de café. Sin embargo, no siempre se presentan las condiciones técnicas adecuadas para la producción orgánica. No todas las áreas tradicionales presentan el sombrero adecuado, la disponibilidad de materia orgánica necesaria y la disciplina en los caficultores para seguir las prácticas orgánicas y las exigencias de las entidades certificadoras.

De todas formas, para que la introducción de prácticas orgánicas tenga rápidos beneficios para los caficultores, se pueden incluir los cafetales envejecidos y con productividades muy bajas, entre 2 a 3 cargas por hectárea. Debe indicarse, sin embargo, que la oferta ambiental reviste una gran importancia y es por esa razón que debe estimularse sistemas de producción protectores, como la sombra y la semi sombra, que garantizan la conservación de los recursos suelo y agua en la zona cafetera. Ver figura 19.

Figura 19. Colombia y el café orgánico



Fuente: Federación Nacional de Cafeteros

---

## Capítulo 3

### 3. ESTUDIOS Y TECNICAS ANALITICAS REALIZADAS AL CAFÉ

---

#### 3.1 Estudios sobre café

A continuación se presentan algunos estudios actuales realizados al café verde, en polvo o en grano tostado:

- Análisis sensorial del sabor del café, de la autoría de J. Baggenstoss, A. Glabasnja, Moser, a. Rytz, E. Thomas. Este trabajo fue realizado para comprender mejor la relación sensorial del café se relacionan datos cuantitativos para esto, se tomaron 12 tazas de café seleccionado, estas fueron mezcladas y analizadas sensorialmente y tratadas estadísticamente, del estudio se obtuvieron 42 aromas diferentes. Los 12 compuestos de sabor analizados en este estudio presentaron una buena correlación con descripciones sensoriales específicas que pueden ser usadas como indicadores químicos para la caracterización de perfiles de sabor y para los nuevos desarrollos de producto procesado [15].
- FTIR-ATR (Fourier transform infrared spectrometric ) analysis of brewed coffee: effect of roasting conditions, escrito y publicado por : Lyman, D.J.; Benck, R.; Dell, S.; Merle, S.; Murray W. Este trabajo usó FTIR-ATR para estudiar el efecto de las condiciones de tostado sobre el sabor de la bebida de café, usando granos de café Guatemala Antigua. Se encontró que la región carbonilo 1800-1680  $\text{cm}^{-1}$  para los ésteres de vinilo/lactonas, ésteres, aldehídos, cetonas y ácidos, proporcionaron una impresión de aroma a la bebida de café. El estudio de los tipos de tostado ligero, mediano y fuerte mostró que cuando el nivel de calentamiento al inicio del primer y segundo crujido se mantuvo constante, los tipos de compuestos carbonilo que se formaron fueron similares, variando sólo en su concentración. Esta diferencia en concentración se debió aparentemente al calentamiento adicional del grano de café después del segundo crujido. Cuando se varió el nivel de calentamiento al inicio del primer y segundo

crujido, se afectaron tanto los tipos como la concentración de los compuestos carbonilos formados durante el tostado. Por lo tanto, los niveles de calentamiento de los granos de café al inicio del primer y segundo crujido son importantes determinantes del aroma y sabor básico de la bebida de café [16].

- Approaches to adulteration detection in instant coffees using infrared spectroscopy and chemometrics, de la autoria de Briandet, R.; Kemsley, E. K.; Wilson, R. H. En este estudio se examina la espectroscopia infrarroja, transformada por Fourier (FTIR) como una alternativa rápida a los métodos químicos húmedos para la detección de adulteración de cafés instantáneos liofilizados. Se tomaron espectros de cafés puros y de cafés adulterados con glucosa, almidón o achicoria en un rango de 20 - 100 g. Se emplearon 2 métodos diferentes de muestreo FTIR: reflectancia difusa y reflectancia total atenuada. Se realizaron tres tratamientos estadísticos diferentes al espectro. Primero, se comprimió el espectro por PCA y un análisis discriminante lineal. Con este procedimiento se logró un 98% de clasificación exitosa. Después, se realizó una regresión de mínimos cuadrados parciales para el contenido de 3 carbohidratos adicionados (Xilosa, Glucosa y Fructosa) con miras a evaluar el potencial de la espectroscopia FTIR en la determinación del perfil de carbohidratos del café instantáneo. Por último, se realizó la discriminación entre el café puro y el adulterado, usando una red neuronal artificial (ANN), obteniéndose una tasa perfecta de señalamiento. La habilidad de generalización de la ANN se probó en un archivo de validación y de nuevo se lograron clasificaciones 100% correctas [17].
- Determinación de cafeína en café mediante espectrometría infrarroja de transformada de Fourier, trabajo en el que participaron, Máximo Galignani, Marifred Torres, Carlos Ayala, María del Rosario Brunetto: En este trabajo se desarrolló un método para determinar cafeína en café, basado en un sistema de análisis en flujo con detección por espectrometría infrarroja de transformada de Fourier (AF-IRTF). El método involucra la extracción de la cafeína, fuera de línea, a partir de la muestra de café sólido con agua a 80°C, la retro-extracción de la cafeína –en línea– en cloroformo y el análisis directo de la fase orgánica por IRTF. El criterio de medida seleccionado fue el valor absoluto de la medida pico-valle (1668-1649cm<sup>-1</sup>) de la derivada de primer orden del espectro de absorción en la banda de 1659 cm<sup>-1</sup>. El límite de detección fue de 0,001% (p/v), la desviación estándar relativa del



procedimiento completo, desde la preparación de la muestra, de 1,2% ([Cafeína] 0,05% (p/v), n = 5) y la frecuencia de análisis real (triplicado), de aproximadamente 12 muestras. El método se validó mediante estudios de adición de estándar, recuperación y precisión entre días; así como por análisis comparativos con el método oficial para el análisis de cafeína en café. Se analizaron 20 muestras comerciales de café tostado, encontrando concentraciones de cafeína en el intervalo de 0,60 a 1,16% (p/p) [18].

- Characterization of Non-Defective and Defective Coffee Beans by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), de la autoría de L.S. Oliveira, A.P. Craig, A.S. Franca: El objetivo de este trabajo fue evaluar por espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) en las características de granos de café defectuosos [19].

### **3.2 Análisis fisicoquímico del café**

Como se puede establecer en la literatura, las técnicas avanzadas de caracterización de materiales han beneficiado industrias procesadoras de alimentos, vinos, vinagres y conservas, entre otros. El avance en los productos nutricéticos se fundamenta en el conocimiento atómico y molecular de los compuestos incluyendo características como el tamaño de partícula de los polvos para la absorción en el intestino.

La industria de los almidones también ha experimentado novedosos cambios con la producción de materiales a base de diferentes productos orgánicos y en el estudio de sus características ha sido relevante el uso de diferentes tipos de espectroscopía, en especial de la espectroscopía térmica diferencial. La calidad del café es tan compleja que depende de numerosos factores como la genética, la ecología y el procesamiento postcosecha del grano. Colombia como país líder en la producción de café ha concentrado su investigación a través del Centro Nacional de Investigación del Café – CENICAFÉ especialmente, en trabajos sobre genómica para el desarrollo de variedades de café de alta producción y resistencia. A nivel internacional, Brasil como potencia exportadora de café ha adelantado investigaciones similares a las efectuadas por CENICAFÉ, dedicando además esfuerzos enfocados a investigar la fisiología de esta planta y de su semilla, así como los métodos de cultivo y cosecha. También se registra en la literatura trabajos sobre composición del café y sus características bioquímicas, especialmente sustentados en estudios de cromatografía (cromatografía líquida de

gases) y espectroscopía infrarroja; estos trabajos han servido para patentar procesos industriales en la fabricación de diferentes presentaciones de café en polvo para preparación de la bebida de este producto. Sin embargo sobre la identificación de características físicas y químicas a nivel termodinámico se tienen pocos registros y hemos podido establecer que a la fecha no se cuenta con un patrón de calidad para el café, relacionado con sus características cristalográficas, morfológicas (con resolución atómica) asociadas a su termodinámica. En el procesamiento del café también se tienen antecedentes donde se utilizan técnicas fisicoquímicas refinadas como la liofilización y de estudios avanzados de presencia de contaminación microbiológica como la presencia de ocratoxina A, que altera las propiedades organolépticas de la bebida. Así mismo se registran algunos intentos por establecer características de las propiedades de los granos de café por algunas espectroscopías como la ultravioleta y la fotoacústica para identificar pigmentos y compuestos responsables del sabor del café. Entre los precedentes más notables en Colombia registramos los trabajos desarrollados en la Universidad del Quindío. H. Ariza Calderón y F. Gordillo Delgado reportaron en el año 2007 en la Revista de la Academia Colombiana de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales el uso de la técnica fotoacústica para la caracterización de café proveniente del eje cafetero colombiano [20]. En el año 2005, F. Gordillo-Delgado, lo mismo que D. Bohórquez, publicaron trabajos en la Revista Colombiana de Física sobre estudios de la pigmentación del café orgánico con diferentes grados de humedad usando espectroscopia fotoacústica [21] [22], en el año 2006 la investigación que llevo a la identificación de algunos compuestos responsables del sabor en el café. F. Gordillo-Delgado, A.J. García-Salcedo y J.D. Duque-Ocampo [23], reportaron en la Revista Colombiana de Física en el año 2008, el trabajo sobre determinación de la calidad de grano usado en la tostión y del grado de pureza de café tostado en polvo usando espectroscopia fotoacustica.

A nivel mundial además de los abundantes registros de investigaciones sobre propiedades del café determinadas por cromatografía líquida de gases, se presentan novedades como la investigación reportada en el año 2008 por I. López-Galilea y colaboradores, sobre la influencia de los procesos termodinámicos en las propiedades de aroma del café [24]. Un estudio por calorimetría diferencial de barrido y termogravimetría realizado por Jia-Xin Dong y colaboradores reportado en 2007 en el Journal of Chemical Thermodynamics investiga la estabilidad térmica de la cafeína y determina a nivel molecular su capacidad calorífica y la entalpia de formación [25]. Estos antecedentes demuestran la importancia de investigar de manera más consistente y completa las propiedades moleculares y estructurales del café asociándolas con las propiedades organolépticas de las

bebidas preparadas con base en este grano. Así se establece la perspectiva e importancia de hacer estudios termodinámicos sobre las propiedades del café asociadas a los procesos de tostión de los granos.

### **3.3 Termodinámica de los alimentos**

A nivel termodinámico los cambios que presenta una sustancia entre los estados sólido, líquido y gaseoso, se denominan transiciones de fase de primer orden; éstas ocurren a temperaturas de transición bien definidas y la capacidad calorífica del material presenta una discontinuidad a dicha temperatura que se evalúa por medio del calor latente de transición. Las transiciones denominadas de segundo orden pueden estar acompañadas, o no, por un pequeño cambio de entalpía, en cualquiera de estos dos casos no aparecen picos en el correspondiente termograma, bien sea que se utilice la técnica análisis térmico diferencial (DTA) o calorimetría diferencial de barrido (DSC). En su lugar la curva presenta una discontinuidad en la temperatura de transición o un cambio en la pendiente. Esta clase de transición se presenta con frecuencia en los alimentos cuando pasan de un estado vítreo a otro gomoso, o viceversa, por efecto de la temperatura, con cambios asociados con las propiedades termodinámicas y mecánicas de las sustancias.

La mayor parte de las transiciones de fase que ocurren en los alimentos se deben a procesos que experimentan los principales componentes: hidratos de carbono, lípidos, proteínas y agua. En general los sólidos en los alimentos y materiales biológicos se encuentran en estado amorfo metaestable, el cual es muy sensible a cambios de temperatura y al contenido de agua. Esta matriz amorfa puede existir como un vidrio viscoso o como una estructura amorfa líquida-gomosa. El cambio del estado vítreo al gomoso tiene lugar a la llamada temperatura de transición vítrea propia de una transición de fase de segundo orden. La transición vítrea modifica la velocidad de reacción química y enzimática. La temperatura de transición vítrea es considerada un factor crítico para la calidad de los alimentos.

Una teoría para explicar el comportamiento de los materiales alimenticios se basa en considerar estos materiales como sistemas poliméricos naturales plastificados con agua. Este modelo permite la caracterización del material mediante un diagrama de fase, donde se representa la temperatura de transición en función del contenido de humedad. Estos diagramas son establecidos de manera experimental mediante la técnica de calorimetría diferencial de barrido (DSC), que brinda información sobre las transiciones de fase de primer y segundo orden a la

vez que permite evaluar los cambios termodinámicos de los hidratos de carbono, lípidos, proteínas y agua.

### **3.4 Diagrama de fase**

En termodinámica y ciencia de materiales se denomina diagrama de fase a la representación gráfica de las fronteras entre los diferentes estados en que se puede encontrar un sistema, en función de variables elegidas (temperatura, presión, cantidad de sustancia, etc..) para facilitar el estudio del mismo. Cuando en una de estas representaciones todas las fases corresponden a estados de agregación diferentes se suele denominar diagrama de cambio de estado.

En ciencia de materiales se utilizan ampliamente los diagramas de fase binarios, mientras que en termodinámica se emplean sobre todo los diagramas de fase de una sustancia pura.

### **3.5. Análisis térmico**

Bajo la denominación de análisis térmico se engloba al conjunto de técnicas basadas en la medida de la relación dinámica entre alguna propiedad de la materia y la temperatura.

A partir de este tipo de análisis se puede obtener información sobre propiedades y transformaciones físicas y/o químicas de una muestra cuando es sometida a variaciones de temperatura.

El análisis térmico permite la identificación, control de pureza y estabilidad de las sustancias, ya que las transiciones de estado ocurren a temperaturas características para cada una de ellas. Es usual utilizar la técnica calorimetría diferencial de barrido (DSC) para el análisis térmico.

---

## Capítulo 4

### 4. METODO EXPERIMENTAL

---

#### 4.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

##### 4.1.1 Definición

La calorimetría diferencial de barrido es una técnica en la que se miden las diferencias en la cantidad de calor aportado a una sustancia y a una muestra de referencia en función de la temperatura de la muestra cuando las dos están sometidas a un programa de temperatura controlado. La diferencia básica entre la calorimetría diferencial de barrido y el análisis térmico diferencial estriba en que el primero es un método calorimétrico en el que se miden diferencias de energía y en el análisis térmico diferencial, se registran diferencias de temperatura; los programas de temperatura para los dos métodos son similares. La calorimetría diferencial de barrido ha sido hasta ahora el método térmico más ampliamente usado [26].

##### 4.1.2 Métodos calorimétricos

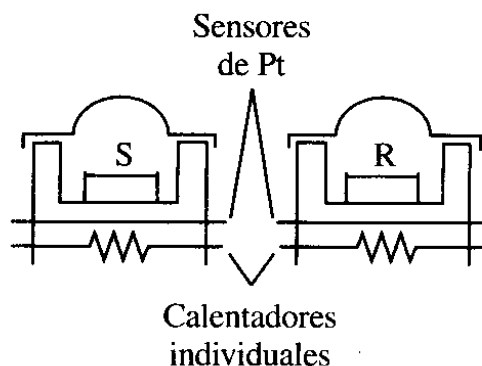
Para obtener los datos de calorimetría diferencial de barrido se utilizan dos métodos. En la calorimetría diferencial de barrido de potencia compensada, la muestra y la referencia se calientan separadamente aunque sus temperaturas se mantienen iguales [26]. En calorimetría diferencial de barrido de flujo de calor, se mide la diferencia en cantidad de calor que fluye hacia la muestra y hacia la referencia cuando la temperatura de la muestra se aumenta (o disminuye) linealmente. A pesar que los dos métodos proporcionan la misma información, la instrumentación es esencialmente diferente.

##### 4.1.2.1 DSC de potencia compensada

La figura 20 muestra un diseño de un calorímetro de potencia compensada para llevar a cabo medidas de DSC. El instrumento tiene dos hornos independientes, para el calentamiento de la muestra y de la referencia. En los modelos comerciales basados en este diseño, los hornos son pequeños, y pesan alrededor

de un gramo cada uno, característica que permite elevadas velocidades de calentamiento, enfriamiento y equilibrio. Sobre los hornos se encuentran los soportes de la muestra y de la referencia, los cuales tienen insertados termómetros de platino para controlar permanentemente la temperatura de los dos materiales.

Figura 20. Diseño de un calorímetro de potencia compensada para llevar a cabo medidas de DSC



Fuente: Principios de Análisis Instrumental – 5ª Edición (Skoog Holle).

Para la obtención de los termogramas se utilizan dos circuitos de control, uno para el control de temperatura promedio y otro para el control de temperatura diferencial. En el circuito de la temperatura promedio, el programador proporciona una señal eléctrica que es proporcional a la temperatura promedio deseada para los soportes de la muestra y de la referencia en función del tiempo. Esta señal se compara por un computador con el promedio de las señales de los detectores de la muestra y la referencia empotrados en los soportes estas. Cualquier diferencia entre la señal del programador y la señal promedio adquirida de los sensores de platino se utiliza para ajustar la temperatura promedio de la muestra y la referencia; la temperatura promedio se utiliza como abscisa en el termograma.

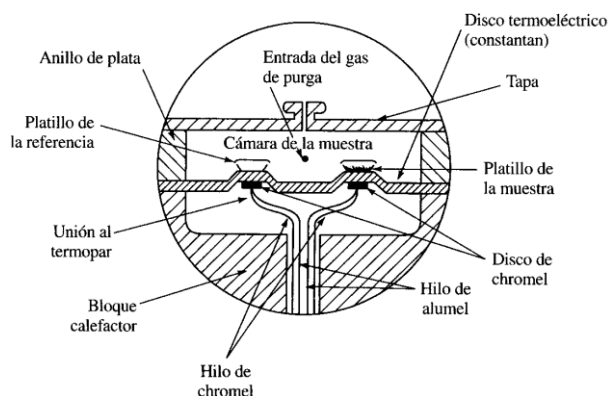
En el circuito de temperatura diferencial, las señales de los sensores de resistencia de platino de la muestra y la referencia alimentan un amplificador diferencial por medio de un circuito comparador que determina cuál de las señales es mayor. La salida del amplificador ajusta entonces la potencia de entrada de los dos hornos de manera que sus temperaturas se mantengan idénticas. Una señal que es proporcional a la diferencia de potencia de entrada a los dos hornos, se trasmite al sistema de adquisición de datos. Esta diferencia en la potencia,

normalmente en milivatios, es la información que se representa con más frecuencia en función de la temperatura de la muestra.

#### 4.1.2.2 DSC de flujo de calor

La figura 21 muestra un esquema de una celda de DSC de flujo de calor comercial. El calor fluye tanto a la muestra como hacia la referencia a través de un disco termoelectrónico de constantan (aleación 55% de cobre y un 45% de níquel) calentando eléctricamente. Los pequeños platillos de aluminio para la muestra y la referencia se colocan sobre plataformas elevadas formadas en el disco de constantan. El calor se transfiere a través de los discos hacia la muestra y la referencia a través de los platillos. La diferencia entre el flujo de calor de la muestra y la referencia se controla mediante unos termopares de cromo-constantan (90% níquel, 10% cromo) formadas por la unión de la plataforma de constantan y los discos de cromo sujetos a la parte inferior de la plataforma. Se puede demostrar que la diferencia entre la cantidad de calor que fluye hacia los dos platillos es directamente proporcional a la diferencia en la salida en las uniones del termopar. La temperatura de la muestra se estima por la unión de cromo/aluminio colocada debajo del disco de la muestra.

Figura 21. Esquema de una celda de DSC de flujo de calor comercial



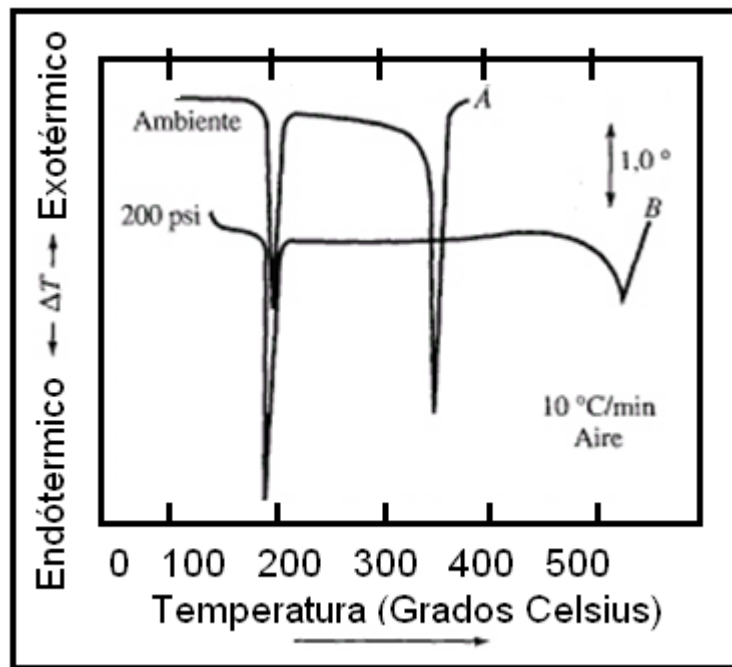
Fuente: Principios de Análisis Instrumental – 5ª Edición (Skoog Holle).

#### 4.1.3 Principios generales de la técnica

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) consiste en calentar una muestra (S) así como una muestra llamada referencia (R) de tal manera que la temperatura es en todo momento igual en R y en S. Esto se consigue midiendo las temperaturas con sensores y ajustando las potencias de calentamiento. Se aplican velocidades

de calentamiento (en °C /s) uniformes a la muestra y a la referencia para realizar el barrido de temperatura. La representación de la potencia de calentamiento frente a la temperatura es lo que se denomina diagrama DSC o, dado que se realiza en función de la temperatura, termograma. Un ejemplo de termograma se encuentra en el gráfico 22. El DSC detecta transiciones que implican intercambio de energía, sea almacenamiento de calor (procesos endotérmicos) o liberación de calor (procesos exotérmicos). Ejemplos de estos procesos son las transiciones de fase sólido-sólido o sólido-líquido, procesos de cristalización, oxidaciones irreversibles, deshidrataciones, etc. Esta técnica también resulta adecuada para comprobar la pureza de un material, examinando la forma y la anchura del pico obtenido.

Figura 22. Termograma DSC



Fuente: Principios de Análisis Instrumental – 5ª Edición (Skoog Holle).

#### 4.1.4 Calorímetro DSC

Un calorímetro DSC es un instrumento que permite observar y cuantificar las diferentes transiciones energéticas que puede sufrir un material, ya sea por calentamiento o enfriamiento, con o sin cambio de fase o bien por reacción química.



Si se asume que el calor de reacción y el grado de conversión son directamente proporcionales, la velocidad de reacción y el grado de conversión se pueden calcular utilizando la Ecuación

$$\frac{da}{dh} = \frac{(dH/dt)}{\Delta H_{\text{total}}} \quad (1)$$

$$\alpha = \frac{\int_0^t (dH/dt)_t dt}{\Delta H_{\text{total}}} = \frac{\Delta H}{\Delta H_{\text{total}}} \quad (2)$$

Donde  $(dH/dt)_t$ , representa el calor liberado en un tiempo  $t$ ,  $\Delta H_{\text{total}}$  es el calor liberado durante todo el proceso reactivo y  $\Delta H_t$  es el calor liberado hasta un instante  $t$ .

Los datos obtenidos de velocidad y grado de conversión en experiencias dinámicas, donde se mide la variación de la entalpía con la temperatura, se utilizarán para la obtención de parámetros cinéticos de la reacción, como la constante de velocidad y el modelo cinético.

Teóricamente, los datos cinéticos obtenidos a partir de experiencias isotérmicas, reflejan adecuadamente la realidad del proceso que se desarrolla. Pero presentan ciertas dificultades experimentales que complican la obtención de una cantidad suficiente de datos fiables para una correcta realización del análisis. Si se realizan experiencias a temperaturas demasiado elevadas, el calor de reacción se libera muy rápidamente, causa por la que el DSC no puede llegar a registrar correctamente el calor liberado en los instantes iniciales. Por el contrario, a temperaturas demasiado bajas, el calor se libera tan lentamente y puede ser tan bajo que quede por debajo de los límites de detección del instrumento.

#### 4.1.5 Equipo utilizado

Los análisis térmicos DSC (calorimetría diferencial de barrido) se efectuaron con un calorímetro diferencial de barrido Q100, dotado de un sistema automático de manejo de muestras (DSC Autosampler; muestreador Automático 50 posiciones y 5 Standards) y un sistema de refrigeración y control programado para ciclos de ascenso y descenso de temperatura (RCS), que permite manejar un rango de

temperatura de  $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ . El equipo se calibra con indio ( $T_f = 429,75\text{ K}$ ,  $H_f = 3,267\text{ KJ/mol}$ ); en la figura 23 se puede observar una fotografía del calorímetro utilizado.

Figura 23. Calorímetro diferencial de barrido Q100 (DSC)



Fuente: Principios de Análisis Instrumental – 5ª Edición (Skoog Holle).

El horno tiene dos plataformas, una para la muestra y otra para la referencia.

El sistema de muestreo automático (figura 24) utiliza dos brazos robóticos independientes. Uno de ellos se utiliza para mover la tapa protectora del calor que proporciona el aislamiento termal a la célula DSC. El brazo de la muestra maneja las cápsulas de la muestra y de la referencia en orden secuencial o al azar. Un sensor óptico, que asegura la posición exacta de las cápsulas, dirige el brazo de la muestra.

Figura 24. Muestreador automático



Fuente: Principios de Análisis Instrumental – 5ª Edición (Skoog Holle).

El equipo también incluye un sistema de refrigeración y control programado para ciclos de ascenso y descenso de temperatura (RCS) como el de la figura 25, que permite una variación de la temperatura entre  $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Figura 25. Sistema de refrigeración y control programado de la temperatura (RCS)



Fuente: Principios de Análisis Instrumental – 5ª Edición (Skoog Holle).

Cuando la muestra experimenta una transición, los calefactores suministran la energía adicional al material para mantener el equilibrio térmico entre muestra y referencia y estos datos son los que se registran. De esta manera, el termograma obtenido muestra el flujo de calor o entalpía frente al tiempo. Como la velocidad de calentamiento o enfriamiento es constante, el termograma equivale a una representación del flujo de calor frente a la temperatura.

El nuevo termopar con tecnología Tzero de cromo-constantan tiene la ventaja de proporcionar medidas independientes de los flujos de calor en la muestra y en la referencia.

Existen una serie de factores que afectan a una curva DSC, que se pueden clasificar en tres categorías:

a) Factores instrumentales: los más destacados son la velocidad de operación, la naturaleza y estado de las cápsulas y el tipo de sensores de temperatura que utiliza el aparato.

b) Factores debidos a la muestra: el tamaño de partícula y su empaquetamiento, además de los pretratamientos a los que puede someterse una muestra antes de efectuar el registro.

c) Factores debidos al material de referencia: en este caso no existen ya que la referencia consiste en una cápsula vacía.

#### **4.1.4. Aplicaciones básicas de DSC**

La calorimetría de barrido diferencial puede ser utilizada para medir varias propiedades características de una muestra. Usando esta técnica es posible caracterizar procesos como la fusión y la cristalización así como temperaturas de transiciones vítreas ( $T_g$ ). El DSC puede ser también utilizado para estudiar la oxidación, así como otras reacciones químicas [27, 28,29]

Las transiciones vítreas se presentan cuando se aumenta la temperatura de un sólido amorfo. Estas transiciones aparecen como una alteración (o peldaño) en la línea base de la señal DSC registrada. Esto es debido a que la muestra experimenta un cambio en la capacidad calorífica sin que tenga lugar un cambio de fase formal [27,29].

A medida que la temperatura aumenta, un sólido amorfo se hará menos viscoso. En algún momento las moléculas pueden obtener suficiente libertad de movimiento para disponerse por sí mismas en una forma cristalina. Esto es conocido como temperatura de cristalización ( $T_c$ ). Esta transición de sólido amorfo a sólido cristalino es un proceso exotérmico y da lugar a un pico en la curva DSC. A medida que la temperatura aumenta, la muestra alcanza eventualmente su temperatura de fusión ( $T_f$ ). El proceso de fusión resulta evidenciado por un pico endotérmico en la curva DSC. La capacidad para determinar temperaturas de transición y entalpías hace de las curvas DSC una herramienta valiosa para producir diagramas de fase para diversos sistemas químicos [27]

El DSC puede también ser utilizada para el estudio de cristales líquidos. En tanto pueden ser definidos como transiciones entre sólidos y líquidos, también pueden ser considerados como un tercer estado, que exhibe propiedades de ambas fases. Éste líquido anisótropo es conocido como un líquido cristalino o un estado mesomorfo. Utilizando la DSC, es posible caracterizar los pequeños cambios energéticos que acompañan a las transiciones desde un sólido a un cristal líquido y desde un cristal líquido a un líquido isótropo [28]

El DSC es de utilización frecuente en las industrias farmacéuticas y de polímeros [30] [31, 32, 33]. Para químicos de polímeros, el DSC es una herramienta común para estudiar procesos de curado, que permite el ajuste fino de propiedades poliméricas. El entrecruzamiento (cross-linking) [34] de moléculas poliméricas que

tiene lugar en el proceso de curado es exotérmico y da lugar a un pico positivo en la curva DSC que usualmente aparece sucesivamente a la temperatura de transición vítrea [27][28][29]. En la industria farmacéutica es necesario disponer de fármacos y drogas bien caracterizados para definir parámetros de procesado y a efectos de dosificación clínica. Por ejemplo, si es necesario administrar un fármaco en forma amorfa, es deseable procesar el fármaco a temperaturas por debajo de aquella a la que la cristalización pueda presentarse [28]

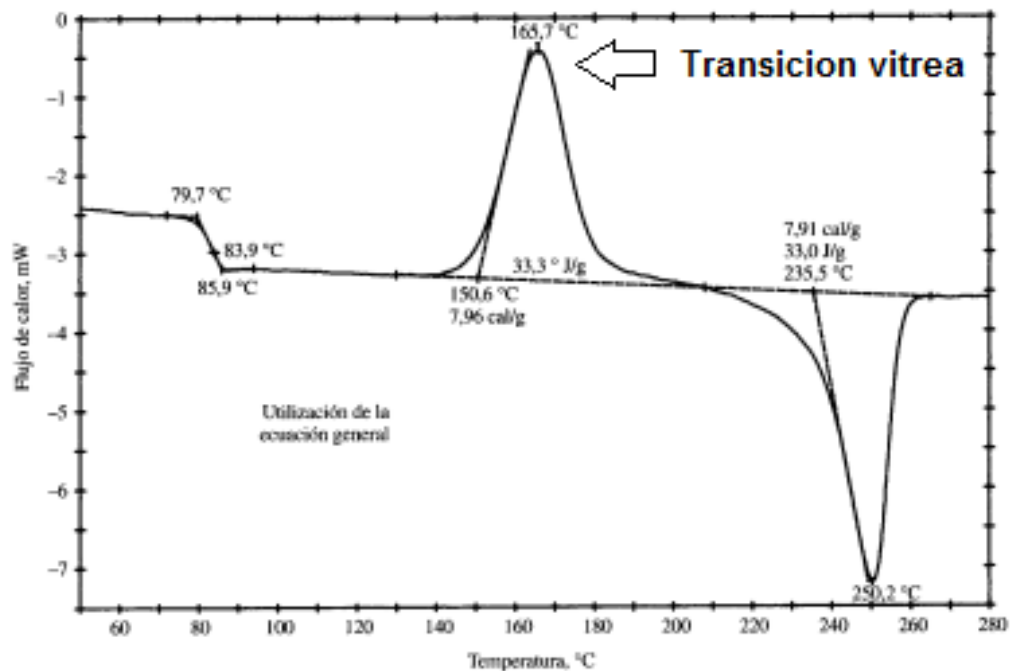
En investigación de alimentos [34], el DSC se utiliza conjuntamente con otras técnicas térmicas analíticas para determinar la dinámica del agua contenida en ellos. Cambios en la distribución del agua pueden ser correlacionados con cambios en la textura. De modo similar a lo que sucede en ciencia de materiales, también puede ser analizado el efecto del curado sobre los productos preparados. El registro de las curvas DSC encuentra también aplicación en la valoración de la pureza de fármacos y polímeros. Esto es posible debido a que el intervalo de temperaturas en que funde una mezcla de compuestos es dependiente de los elementos que lo constituyen. Este efecto es debido a un fenómeno conocido como depresión del punto de congelación, que se presenta cuando se adiciona a una solución un soluto extraño. La disminución del punto de congelación del agua por adición de un anticongelante evita la formación de hielo y permite el movimiento del automóvil en invierno. Consecuentemente, los compuestos menos puros exhibirán un ensanchamiento del pico de fusión que comienza a temperaturas más bajas que las que presenta un compuesto puro [28][29].

La calorimetría diferencial de barrido ha encontrado aplicaciones en el establecimiento de rutas metabólicas [30], en taxonomía bacteriana y fúngica [31] y en infectividad [34], entre otras. Actualmente se usa en la caracterización de polímeros; es decir en la determinación de sus temperaturas de transición vítrea, puntos de fusión, viscoelasticidad y otras propiedades intrínsecas.

En los últimos años esta tecnología ha sido involucrada en el estudio de materiales metálicos. La caracterización de este tipo de materiales con DSC no es todavía fácil debido a la escasez de bibliografía relacionada al tema. No obstante, se sabe que es posible utilizar DSC para encontrar temperaturas sólidas y líquidas de una aleación metálica, pero las aplicaciones más prometedoras son, en la actualidad, en el estudio de precipitaciones, zonas Guiner Preston, transiciones de fase, movimiento de dislocaciones, crecimiento de grano, etc.

En la figura 6 se muestra la curva DSC para una muestra amorfa de terftalato de polietileno. En esta gráfica la ordenada es la energía de entrada, en milivatios. Los picos iniciales surgen de la formación de microcristales y de la fusión. Es también evidente una transición vítrea, no se ve pico de oxidación ya que el experimento se lleva a cabo en un atmosfera de nitrógeno.

Figura 26. Curva DSC para una muestra amorfa de terftalato de polietileno

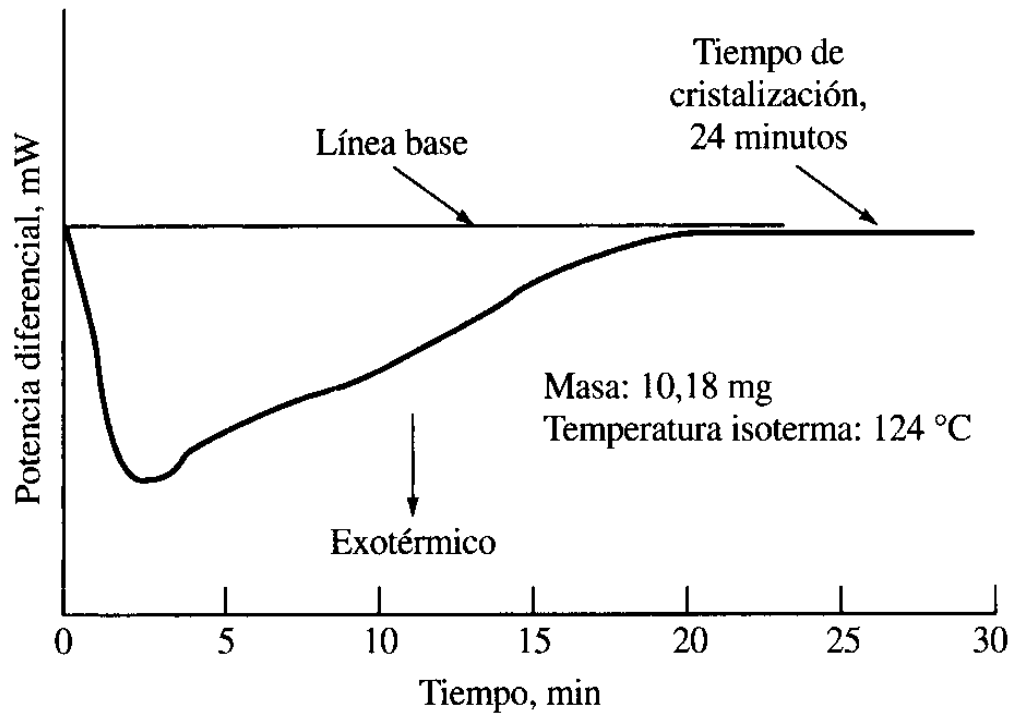


Fuente: Principios de Análisis Instrumental – 5ª Edición (Skoog Holle).

Los experimentos calorimétricos de barrido se llevan a cabo normalmente en la modalidad de barrido de temperatura, pero ocasionalmente se encuentran experimentos isotérmicos.

La figura 27 ilustra la utilización de DSC para seguir la cristalización isotérmica del polietileno. El área bajo el pico exotérmico en este experimento puede usarse para estimar el grado de cristalización que ha tenido lugar a esta temperatura. Obsérvese que a 124°C se necesitan 24 minutos para desarrollar la máxima cristalinidad. Llevando a cabo experimentos similares a diferentes temperaturas es posible caracterizar completamente el comportamiento de los procesos de cristalización de este material.

Figura 27. Utilización de DSC para seguir la cristalización isotérmica del polietileno



Fuente: Principios de Análisis Instrumental – 5ª Edición (Skoog Holle).

#### 4.2 Difractometría de rayos X (DRX)

El fenómeno de la difracción de rayos X consiste básicamente en un proceso de interferencia constructiva de radiación de rayos X que se produce en determinadas direcciones del espacio.

La difracción de rayos X en muestras de polvo cristalino o muestras policristalinas se puso de manifiesto inicialmente en Alemania por P.Debye y P.Scherrer en (1916) y casi al mismo tiempo se desarrolló a través de los estudios de Hull en los Estados Unidos. El descubrimiento del fenómeno de la difracción en este tipo de muestras se convierte rápidamente en una técnica experimental de extendido uso, debido básicamente al amplio campo de aplicación que podemos encontrar para el estudio de sustancias cristalinas. Hoy día, esta técnica constituye una habitual herramienta de trabajo con una extraordinaria utilidad en distintas disciplinas científicas y tecnológicas, por el carácter polifacético, en lo que se refiere a la gran variedad de información que proporciona.

La identificación de una fase cristalina por este método se basa en el hecho de que cada sustancia en estado cristalino tiene un patrón de rayos X que le es característico. Estos diagramas están coleccionados en fichas, libros y bases de datos del Joint Committee on Powder Diffraction Standards y agrupados en índices de compuestos orgánicos, inorgánicos y minerales. Se trata, por lo tanto, de encontrar el mejor ajuste del diagrama problema con uno de los coleccionados.

La técnica DRX analiza la estructura cristalina de los materiales con base en la ley de Bragg [34]. Por este método se puede identificar el ángulo de difracción de los planos cristalinos y determinar los parámetros de red. Se pueden identificar las fases presentes utilizando las bases de datos de sólidos cristalinos orgánicos e inorgánicos.

#### **4.2.1. Instrumentación**

##### **4.2.1.1. Difractómetro BRUKER AXS D8, Advance**

El D8 Advance tiene capacidades que van mucho más allá de la difracción de rayos X. Facilita más de 10.000 combinaciones posibles de diferentes fuentes de rayos X, sistemas ópticos, cambia muestras y detectores, alcanzando siempre la óptima configuración. Además, el diseño modular del sistema permite el cambio fácil y directo de la configuración.

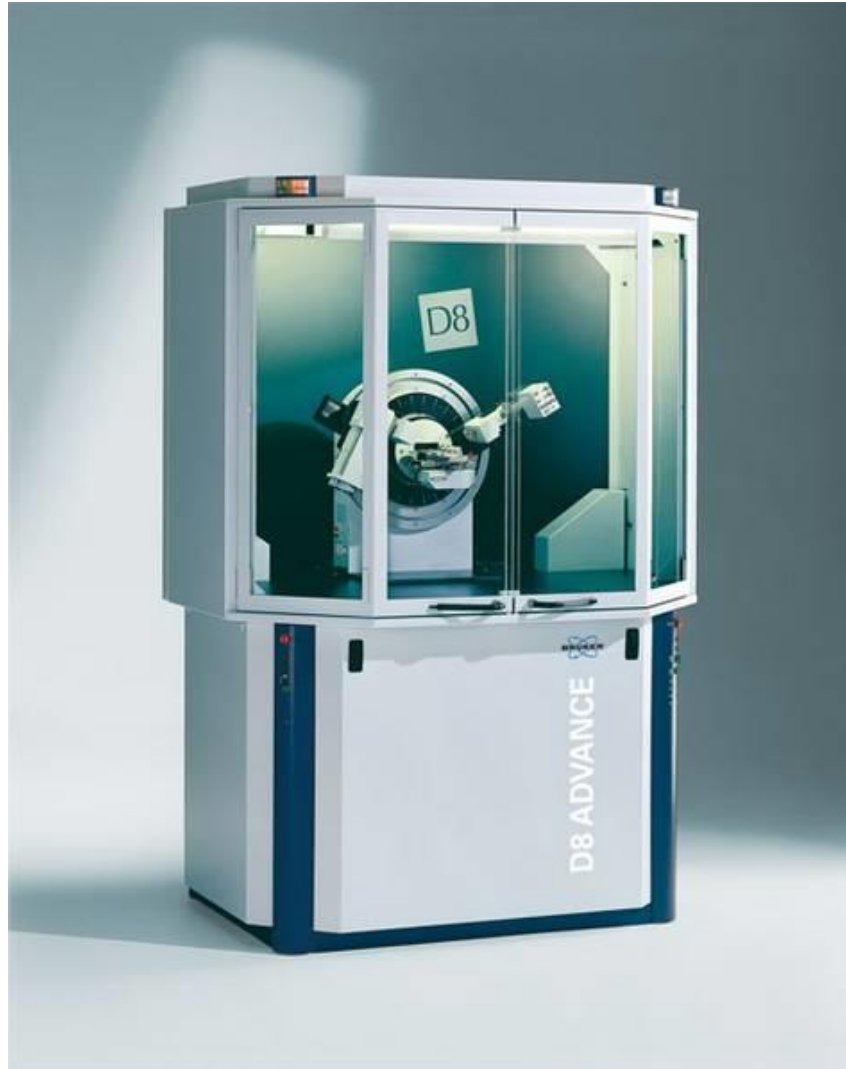
Para la difracción de materiales en polvo el D8 ADVANCE cuenta con un monocromador de focalización Vario1 Johansson que facilita la radiación  $\text{Cu}_{K\alpha}$  de alto flujo para experimentos de reflexión, de transmisión de lámina.

Independientemente de la configuración de la solución de difracción individual, el sistema D8 ADVANCE es capaz de realizar una gran variedad de aplicaciones, desde la identificación de fase cualitativa y cuantitativa, en condiciones ambientales o especiales, hasta en polvo, la determinación del tamaño de cristalito, el valor de microtensión, en tensión residual y la orientación preferencial.

El equipo de Difracción de rayos X, BRUKER D8 ADVANCE posee una cámara de alta temperatura que se opera en un rango de 25<sup>0</sup>C y 1000<sup>0</sup>C para simular condiciones de calentamiento.



Figura 28. Rayos X, BRUKER D8 ADVANCE



Fuente: Principios de Análisis Instrumental – 5ª Edición (Skoog Holle).

### 4.3 Preparación de muestras

Se seleccionaron muestras de café procedentes de fincas certificadas por la Federación Nacional de cafeteros como fincas de producción de café orgánico.

Estas fincas se ubican en el departamento del Cauca y comprende los municipios de Tambo, Timbio, Piendamó y Caldonó.

Después de realizar la siembra, cosecha, despulpado, lavado y secado de café de forma tradicional, es conducido a la Cooperativa de Caficultores del Cauca CAFICAUCA, entidad que se encarga de la trilla, seleccionado, almacenado y tostado.

Se realizó un muestreo a varios sacos de café procedentes del mismo cultivo y cosecha, se recolectó un total de 1000 gramos de muestra de café orgánico verde. Este café fue debidamente rotulado y empacado según el requerimiento. Cada muestra se divide en diez, una que se utilizó en pruebas como café verde y otras 9 que se someten a diferentes procesos de tuestión. Todas las muestras cumplen con un estándar de porcentaje de humedad de aproximadamente 12%.

Utilizando una balanza digital se miden 50 g de grano verde como muestra verde para analizar y 950 g de grano verde que será procesado para tuestión.

Para el proceso de tuestión se utiliza una tostadora PROBAT con límite de temperatura de 250°C.

**Variables para el tuestado:** Se tomaron tres tiempos 8, 10 y 12 minutos con una variación de temperatura de tuestión de 210, 220 y 230°C, de manera que para cada muestra de café existen 9 diferentes procesos de tuestión, para este propósito se utiliza aproximadamente 105 g. Después de cada tuestión se empacan y rotulan las muestras.

Para el análisis de la muestra se toman los granos de café verde y se muelen en un molino convencional casero. Se toman dos grupos que serán analizados por calorimetría diferencial de barrido y difracción de rayos X, para este último proceso las muestras premolidas son sometidas a un nuevo molido, esta vez utilizando un molino plantario que hace parte de la instrumentación del laboratorio CYTEMAC de la Universidad del Cauca. Este proceso dura aproximadamente doce días obteniendo como resultado un polvo de café verde, dicho polvo se pasa por un tamiz de 150 micras para obtener un polvo más fino que es analizado por difracción de rayos X y calorimetría.

Las muestras de café tostado fueron molidas utilizando un molino BUNN el cual pertenece al laboratorio de calidades de CAFICAUCA, el resultado de esta molienda fue un polvo que se tamizó en un tamiz de 150 micras y que posteriormente fue analizado utilizando las técnicas de difracción y calorimetría.

Procedimientos para análisis de DSC para muestras verde y tostadas de café orgánico:

1. Se realiza una calibración del difractómetro. Esta calibración se realiza utilizando una muestra de indio ( $T_f = 429,75 \text{ K}$ ,  $H_f = 3,267 \text{ KJ/mol}$ ) en una atmósfera de nitrógeno.
2. Se limpia el portamuestra con acetona para eliminar posibles contaminantes.
3. Se mide aproximadamente 1.2 miligramos de muestra a analizar.
4. Se coloca la muestra en el portamuestra y se sella a presión con una prensa especial.
5. Se preparan las demás muestras de café ya que el calorímetro permite almacenar hasta 50 muestras y tenerlas en fila para realizar su análisis.
6. Se programa el calorímetro con un rango de barrido que va desde  $20^\circ\text{C}$  hasta  $250^\circ\text{C}$  con una velocidad de calentamiento de  $5^\circ\text{C/min}$ .
7. Se obtiene cada termograma perteneciente a cada muestra procesada.

Procedimiento para análisis de DRX para muestras en verde y tostadas de café orgánico.

1. Se realiza la calibración del difractómetro de rayos X.
2. Se limpia el portamuestra utilizando acetona.
3. Se llena en interior del portamuestra con la muestra analizar en este caso café en verde o tostado, utilizando acetona se limpia y se fabrica una pastilla.
4. Se coloca el portamuestra dentro del difractómetro
5. Se direcciona el blanco del difractómetro a la muestra, se realiza el bombardeo
6. Se obtiene el respectivo difractograma.
7. Se realiza los anteriores pasos para cada muestra de café en verde o tostado.

---

## Capítulo 5

### 5. ANALISIS Y RESULTADOS

---

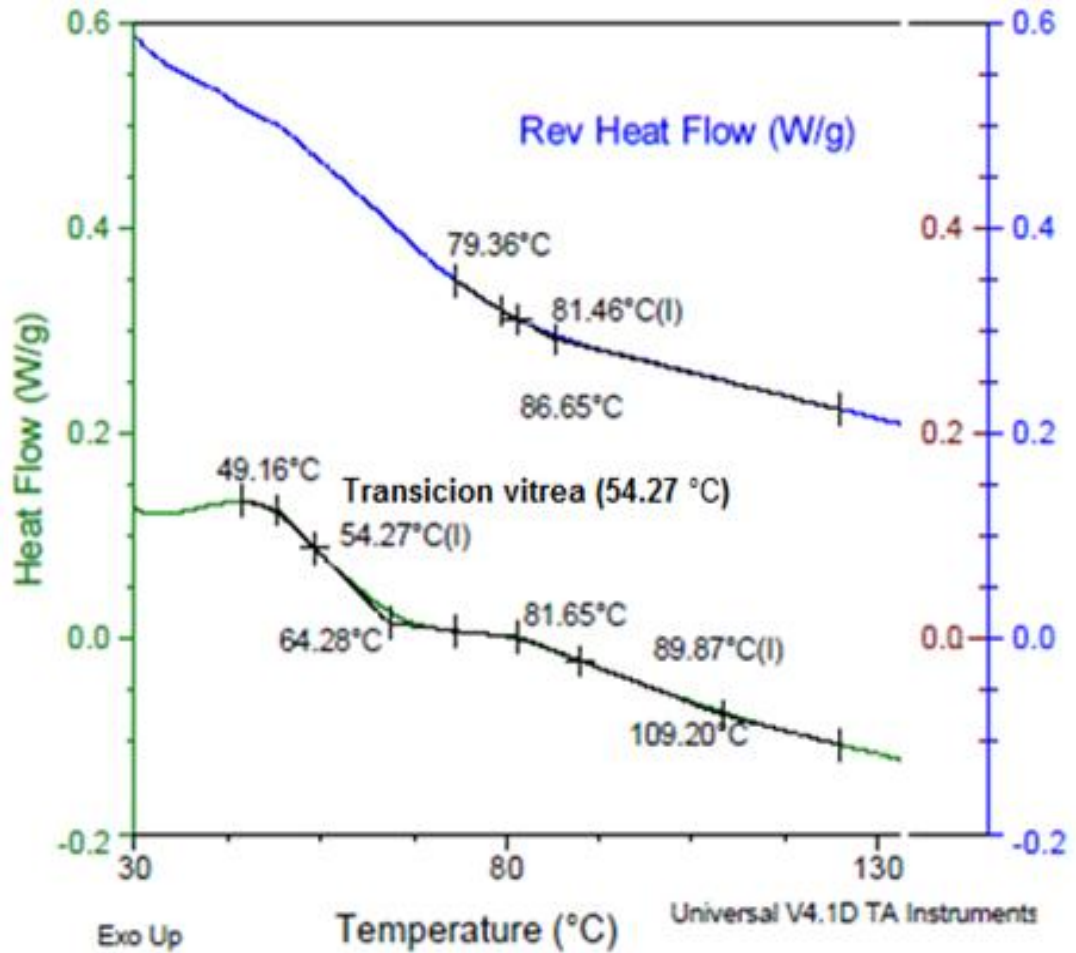
#### 5.1 Análisis Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

En la caracterización por DSC se analizaron muestras de café en verde y tostado procedentes de diferentes zonas productoras de café orgánico (Timbio, Tambo, Piendamó y Caldono) del departamento del Cauca. Para el caso de café tostado se seleccionaron temperaturas de 210, 220 y 230°C, manejando tiempos de tostión de aproximadamente 8,10 y 12 minutos.

El calorímetro después de ser calibrado fue programado para que realizara un barrido entre 30°C y 250°C a cada muestra de café verde procedente de las distintas regiones mencionadas. Los resultados mostraron un comportamiento similar en algunas regiones de las gráficas. La relación del flujo de calor en función de la temperatura da información de los cambios reversibles que experimentan las muestras. Por la observación directa de los espectros DSC y sus primeras derivadas encontramos una inflexión de la curva alrededor 54.27°C que corresponde a una transición vítrea, dicho resultado se puede observar la figura 29 que corresponde a una muestra de café en verde.

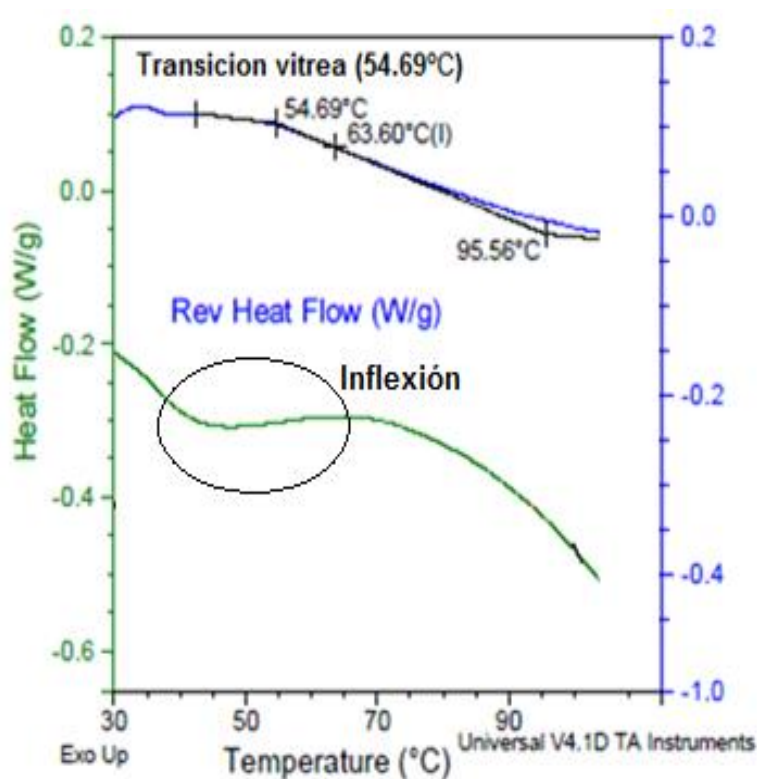
La variación de la capacidad calorífica con la temperatura es de forma lineal, la curva endotérmica que se aprecia de color verde disminuye monótonamente después de los 100°C. Al llegar a la transición vítrea las moléculas que conforman el grano de café, comienzan ya a tener lugar movimientos de segmentos de las cadenas, aumenta el volumen libre, haciéndose el material más blando (gomoso). La capacidad calorífica de este estado es diferente de la correspondiente al estado vítreo, teniendo lugar un salto en  $C_p$  a la temperatura de transición vítrea,  $T_g$ .

Figura 29. Determinación de transición vítrea de café en verde orgánico. En verde: flujo de calor. En azul: primera derivada flujo de calor.



En el termograma correspondiente a muestras de café orgánico tostado a una temperatura de 220°C (figura 30), según los requerimientos se encontraron una inflexión en la curva de color verde cuya primera derivada curva de color azul se encuentra una transición vítrea alrededor de los 54.69°C este resultado concuerda al valor encontrado en la figura 29. Comparando estos valores de transición vítrea podemos ver que estás arrojan un error del 0.42% en la medida.

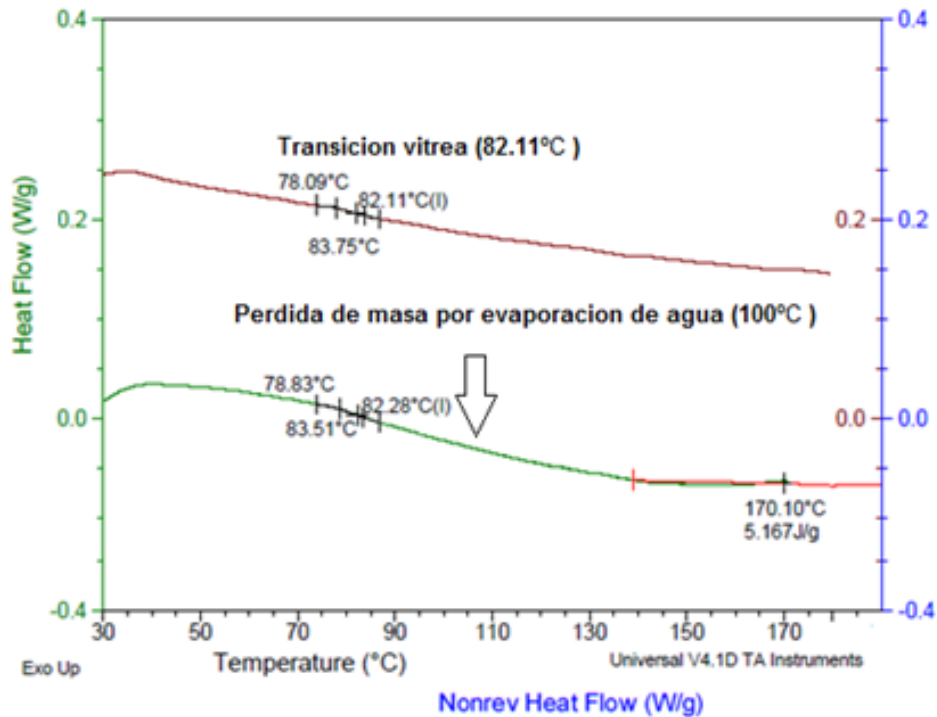
Figura 30. Determinación de transición vítrea de café tostado orgánico. En verde: flujo de calor. En azul: primera derivada flujo de calor.



El termograma de la grafica 31 corresponde a una muestra de café tostado a 220°C, este simplifica el comportamiento repetitivo de las muestras de café tostado a diferentes temperaturas; se destaca una inflexión en la curva de flujo de calor (línea de color verde) que indica un cambio en el comportamiento de la muestra. Este cambio se acentúa y es medible si se calcula la primer derivada del flujo de calor, este procedimiento como resultado una transición vítrea alrededor de los 82°C (línea de color verde).

La figura 31 también, permite ver que hay una pérdida de masa (mucho más definida para muestras de café en verde) que corresponde a la evaporación del agua presente en las muestras, el de decrecimiento de la curva de flujo de calor muestra esta pérdida que se acentúa o es más notoria alrededor de los 100°C y que tiende a estabilizarse alrededor de los 170°C, al parecer en esta etapa el café pierde parte de su masa.

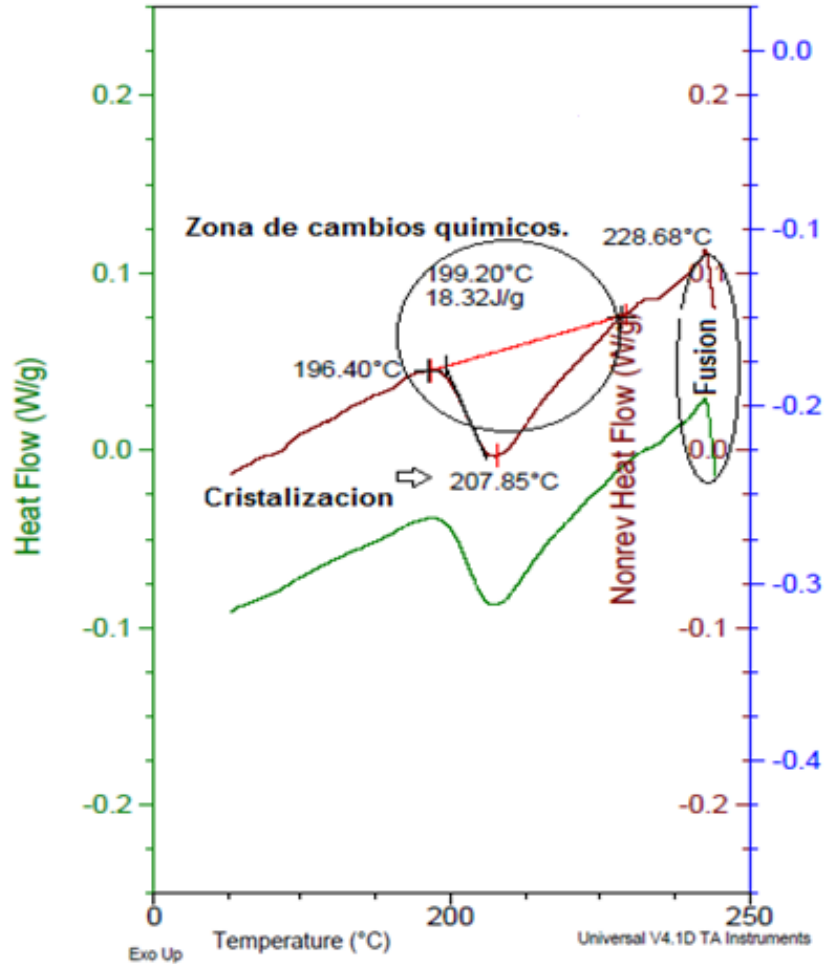
Figura 31. Determinación de transición vítrea de café verde y tostado orgánico. En verde: flujo de calor. En rojo: primera derivada flujo de calor



La figura 32 corresponde a una muestra de café tostado a 210°. En la curva de flujo de calor (línea de color rojo) se pueden observar un comportamiento diferente a los anteriormente mencionados, esta variación se encuentra principalmente en un rango entre 196.40°C y 228.68°C. Este comportamiento según la teoría estudiada corresponde a los cambios químicos en la tostión del café que aparecen alrededor de los 200°C y se extiende hasta aproximadamente los 220°C, es aquí donde el café tostado adquiere su olor, color y propiedades organolépticas correspondientes, estas se ven afectadas por la temperatura de tostión y por el tiempo que esta dure. Para el caso que nos corresponde estas variables no afectan de manera significativa el análisis DSC. En este nivel la elevada temperatura facilita la movilidad molecular en las regiones amorfas en el grano de café, hay una liberación de aceites en estas etapa, siendo un proceso reversible y permitiendo el hinchamiento del grano (expansión). Posteriormente se produce una transición molecular irreversible, la disociación de las dobles hélices propias de la región cristalina, eventualmente se forman cristales, acompañados por un incremento gradual en la rigidez, la textura, digestibilidad del café como tal. El proceso de cristalización es un proceso exotérmico, manifestándose en el termograma mediante un pico que se hace notorio alrededor de los 207°C y se

puede apreciar en el figura 32 (línea de color rojo); este comportamiento es reciproco tanto para café tostado y verde.

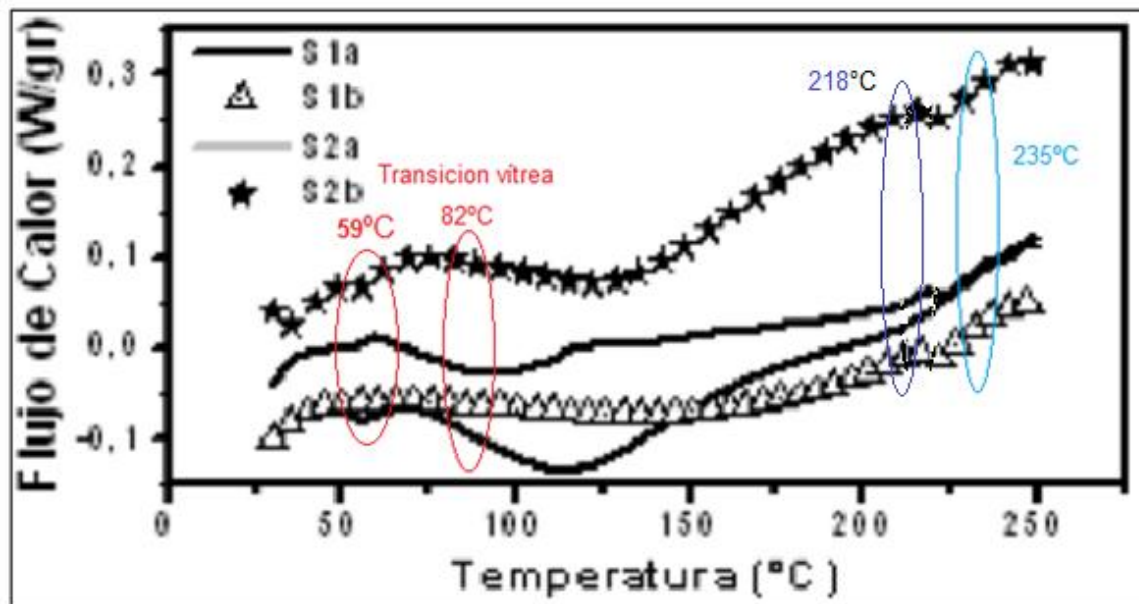
Figura 32. Formación de cristales en la tostión de café. En verde: flujo de calor. En azul: primera derivada flujo de calor. En rojo: segunda derivada de flujo de calor



De acuerdo con la figura 32 (línea de color rojo), al seguir aumentado la temperatura la grafica empieza a crecer y cae súbitamente. Este comportamiento corresponde al proceso de fusión que da lugar a un pico endotérmico a la temperatura de fusión. Se encuentra también que a partir de los 230°C hay un comportamiento que puede corresponder a la fusión en el café pero esto no es algo contundente, se puede hablar aquí de la fusión de la cafeína que ocurre alrededor de esta temperatura [25], lo que sí se puede afirmar es que a partir de esta temperatura el grano de café verde o tostado empieza a sufrir un proceso conocido como degradación [17].



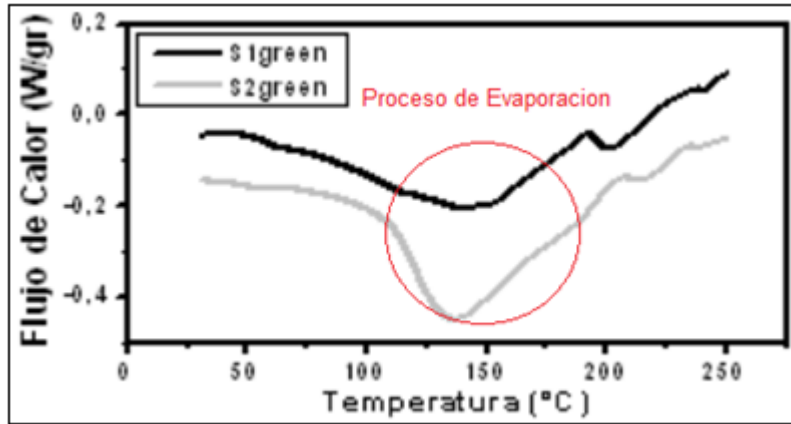
Figura 33. Espectro DSC de muestras S1a tostada a 210°C, S1b tostada a 230°C, S2a a 210 °C, y S2b tostada a 230 °C (b) derecha espectro de MDSC de café sin tostar (verde), S1verde, y S2verde.



La figura 33 muestra las curvas DSC de cuatro muestras de café de dos variedades de café procedentes de dos fincas diferentes denotadas como S1 y S2. Las muestras S1a y S2a se tostaron a 210°C y las S1b y S2b a 230°C. Por la observación directa de los espectros DSC y sus primeras derivadas encontramos una inflexión de la curva alrededor de los 59°C para las muestras de café tostado que corresponde a una transición vítrea. Otros puntos de interés en los espectros son evidentes en 82 °C, 118 °C, 218 °C, y 235 °C para la muestra S1a; en 135 °C, y 218 °C para la muestra S1b; en 115 °C y 208 °C para la muestra S2a y en 124 °C, y 218 °C para la muestra S2b. La transición en 218°C es de extraordinaria importancia ya que corresponde a la finalización de las reacciones químicas que ocurren en el café tostado.

En la figura 34, se puede advertir un comportamiento similar en las curvas de DSC para dos variedades de café verde alrededor de 201°C para la muestra S1 verde y en 213° de la muestra S2 de café verde. En el cuadro de las muestras verdes es importante observar el proceso endotérmico que se lleva a cabo por la evaporación que sufren los polvos de café a los 140°C.

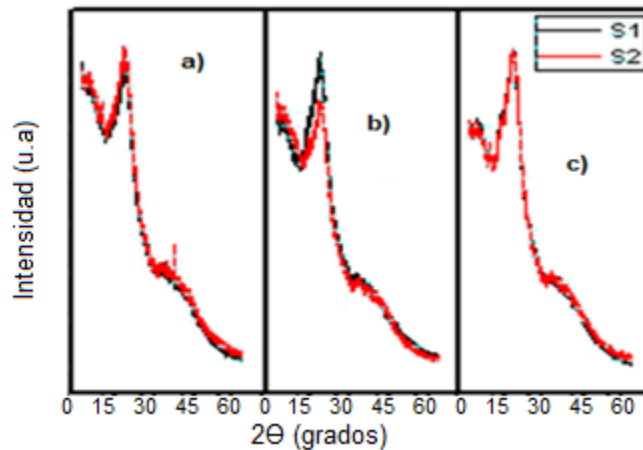
Figura 34. DSC espectro de café. Espectro de DSC de café sin tostar (verde), S1verde, y S2verde.



## 5.2 Análisis por difracción de rayos X (DRX)

En la figura 35 se presentan las muestras S1 que corresponden a un café procedente del municipio de Timbío y S2 corresponde al municipio de Tambo, aquí se observa que los difractogramas obtenidos para muestras de café verde y tostado no difieren significativamente uno del otro, se encontró que factores como la temperatura y el tiempo de tuestión no afectan los picos en donde se presentan comportamientos cristalinos de los polvos de café verde y tostado.

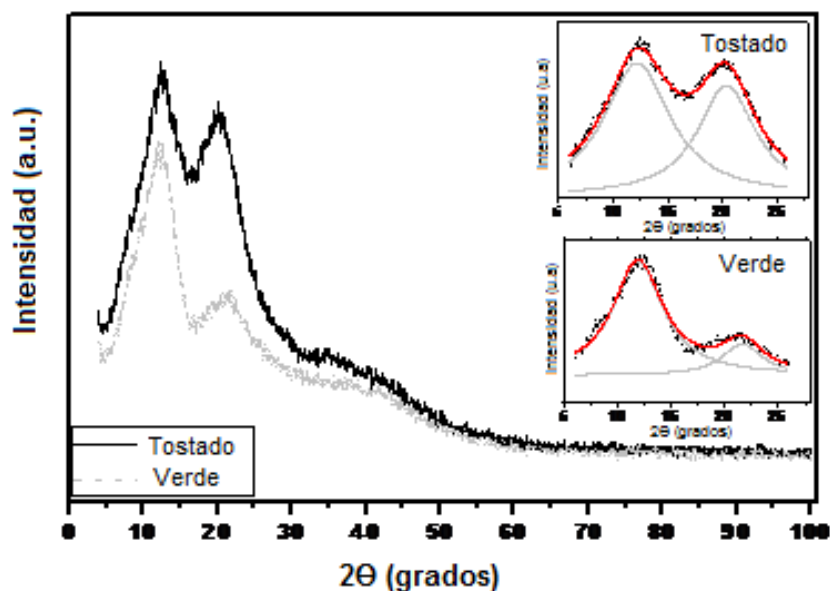
Figura 35 Difracción de Rayos X de muestras de café tostado a 220°C entre 8 y 12 minutos



Las muestras S1 y S2, estas fueron tostadas a 220°C. En la figura 35 se presentan los patrones de difracción para las muestras sometidas a tuestión por 8(a), 10 (b) y 12 (c) minutos. Los difractogramas señalan una conducta igual para

las dos muestras de café independiente del tiempo de tuestión con un pico ancho y destacado en  $20^\circ$  y dos menores en  $12^\circ$  y  $34^\circ$  que se asocian a cristales de cafeína [25]. El análisis por DRX con ángulo rasante permite diferenciar dos fases de la cafeína  $\alpha$ -polimorfica a  $12^\circ$  y la  $\beta$  – cristalina a  $20.7^\circ$  [25].

Figura 36. Difracción de Rayos X a ángulo rasante de muestra de café verde y tostado a  $220^\circ\text{C}$



En la figura 36 se presenta la deconvolución por Lorentzianas para estimar el contenido de las dos fases en café verde y tostado del difractograma de café verde y tostado a  $220^\circ\text{C}$ .

**Tabla 1.** Valores del ajuste Lorentziano para DRX mostradas en la figura 36.

Café	Pico 1 ( $2\theta$ )	Pico 2 ( $2\theta$ )	Ajuste Lorentziano		
			Área pico 1 A1	Área pico 2 A2	Radio A2/A1
Verde	$11.88^\circ$	$21.62^\circ$	1313	290	0.22
Tostado	$12.20^\circ$	$20.41^\circ$	1945	1418	0.73

Según la tabla 1, la diferencia entre los picos (0.22 para el café verde y 0.73 para la muestra tostada) evidencia un cambio en la distribución de las fases cristalinas al someter el café a un tratamiento térmico. Según datos teóricos es conocido que a los  $141^\circ\text{C}$  la fase  $\alpha$ -polimórfica de la cafeína se transforma en una fase de  $\beta$  - cristalina y que permanece así hasta el proceso de fundición a los  $236^\circ\text{C}$ [25]. Así la cafeína participa en las reacciones y las transformaciones del polvo de café al ser sometido a procesos de tuestión.

## 6. CONCLUSIONES

- Los espectros DSC revelan una transición vítrea a baja temperatura alrededor de los 59°C para todas las muestras de café verde y tostado. En una menor medida y un poco menos visible existe una transición vítrea alrededor de los 82°C, también es posible observar la pérdida de agua que ocurre en el grano de café después de los 100°C, que contribuye a una pérdida de masa que se extiende hasta los 170°C.
- El espectro DSC de las muestras de café verde muestran una rápida transformación en 200°C y 220°C correspondiente a los denominados crujidos del proceso de tuestión en donde ocurre la mayoría de las reacciones químicas que se llevan a cabo en el grano de café producto del aumento de la temperatura.
- Se puede apreciar que a partir de los 230°C el grano de café empieza a sufrir un proceso de fusión hasta llegar a su degradación después de los 250°C.
- El análisis por DRX evidencia un aumento notable en una fase cristalina de cafeína con gran actividad en  $2\Theta = 20.4^\circ$  cuando el café es tostado.
- Este trabajo contribuye a mejorar el conocimiento sobre los cambios que se presentan durante el proceso de tuestión del café y en consecuencia sirve para mejorar el procesamiento térmico del grano y potenciar su calidad.
- De acuerdo con los resultados de esta investigación para la obtención de un café de máxima calidad además de una excelente materia prima se requiere de un proceso de tuestión lento, refinado y muy bien controlado alrededor de los 218 °C precedido de un aumento gradual de temperatura a partir de 200°C.

## 7. PUBLICACIONES

Artículos:

- ✓ “Effect of the roasting process on glass transition and phase transition of Colombian Arabic coffe beans “

Autores: Wayner Rivera, Ximena Velasco, Cristian Gálvez, Carlos Rincón, Andrés Rosales, Pedro Arango

Presentado en el XI Congreso Internacional de Ingeniería de Alimentos, llevado a cabo del 22 al 26 de Mayo de 2011 en Atenas Grecia y publicado en el Procedia Server Journal Online.

- ✓ “Estudio de transiciones de estado en el proceso de tostión de granos de café orgánico”

Autores: Wayner Rivera, Cristian Gálvez, Posidia Pineda

Presentado en el XXIII Congreso Nacional de Física, llevado a cabo del 3 al 7 de septiembre en Bogota- Colombia en proceso de juzgamiento

## 8. REFERENCIAS

- [1]Clarke. R. Coffee Chemistry. Vol 11. Gran Bretaña: 1985.p. 10-15
- [2]Clarke. R. Coffee Chemistry. Vol 11. Gran Bretaña: 1985.p. 10-15
- [3]Clarke. R. Coffee Chemistry. Vol 11. Gran Bretaña: 1985.p. 10-15
- [4]Clarke. R. Coffee Chemistry. Vol 11. Gran Bretaña: 1985.p. 10-15
- [5]DELGADO. Carlos. El Libro del Café. Madrid: Alianza Editorial, 1997. P. 86-88
- [6] Congreso Nacional de Ciencia y Tecnología en alimentos, 1996.
- [7]Muñoz. Torres Juan Carlos. Actividad enzimática de la polifenoxidasas en la caracterización y almacenamiento de café verde. Bogota: Tesis Ingeniería Química Universidad de las Américas. 2000 p.20-26
- [8] Federación Nacional de Cafeteros de Colombia. Torrefacción o Tostada del Café. En: revista Cafetera de Colombia. Bogotá. Vol. 4. Nº 38 p. 470-473
- [9] Federación Nacional de Cafeteros de Colombia. Torrefacción o Tostada del Café. En: revista Cafetera de Colombia. Bogotá. Vol. 4. Nº 38 p. 470-473
- [10] Salcedo. Pacheco Liliana. Propiedades Térmicas del Café en el Proceso de Torrefacción. Bogotá. Tesis: Ingeniería Química Universidad de América. 1996. P 11-13
- [11] Pérez. Flores Fernando. Prácticas de Ciencias de los Alimentos. Editorial Arabia.España.1984
- [12] Pagina Web Federación Nacional de Cafeteros 2010.
- [13] Peña. John. El Cultivo del Café Orgánico. UMATA- COMITECAFE. 2007
- [14] Federación Nacional de Cafeteros. Página web.
- [15] Esguerra Gutierrez. Gustavo. Federación Nacional de Cafeteros División de Estrategia y proyectos Especiales de Comercialización. Mayo de 2001.
- [15] J. Baggenstoss, A. Glabasnia, Moser, a. Rytz, E. Thomas. Centro de investigación de Nestlé, Vers - chez Blanc .Suiza. 2009
- [16] LYMAN, D.J.; BENCK, R.; DELL, S.; MERLE, S.; MURRAY W., J. Journal of Agricultural and Food Chemistry (Estados Unidos) 51(11):3268-3272. 2003.
- [17] Briandet, R.; Kemsley, E. K.; Willson, R. H. Journal of the Science of Food and Agriculture (Inglaterra) 71:359-366. 1996.
- [18] Máximo Galignani\*, Marifred Torres, Carlos Ayala, María del Rosario Brunetto. Laboratorio de Espectroscopía Molecular, Unidad de Cromatografía & Espectroscopía Molecular, Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad de los Andes (ULA).
- [19] L. S. Oliveira, A. P. Craig, A. S. Franca, Dep. Engenharia Mecânica Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos Universidade Federal de Minas Gerais, Av. Antônio Carlos.
- [20] Ariza-Calderón H y Gordillo-Delgado F, Uso de la técnica fotoacústica para la caracterización de café proveniente del eje cafetero colombiano, Revista de la

Academia Colombiana de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales 31 (119), 217—234. (2007).

- [21] Gordillo-Delgado F. et al, Estudios de la pigmentación del café orgánico con diferentes grados de humedad usando espectroscopia fotoacústica, *Revista Colombiana de Física* 37(1), 114-117 (2005)
- [22] Bohórquez D. et al, Identificación de algunos compuestos responsables del sabor en el café, *Revista Colombiana de Física* 37(1), 13-16 (2005)
- [23] Gordillo- Delgado F, García-Salcedo A, Duque-Ocampo A. Determinación de la Calidad de Grano Usado en la Tostión y del Grado de Pureza de Café Tostado en Polvo. *Revista Colombiana de Física*, Vol. 40, No. 1, Abril (2008).
- [24] López-Galilea I. et al, Application of multivariate analysis to investigate potential antioxidants in conventional and torrefacto roasted coffee, *European Food*
- [25] Dong Jia-Xin, Qiang Li, Tan Zhi-Cheng, Zhang Zhi-Heng, and Yi Liu, The standard molar enthalpy of formation, molar heat capacities, and thermal stability of anhydrous caffeine, *J. Chem. Thermodynamics* 39(1), 108-114 (2007)
- [26] Skoog. Holler. Nieman. *Análisis Instrumental*. Quinta Edición. Pag. 864
- [27] Dean, John A. *The Analytical Chemistry Handbook*. New York. McGraw Hill, Inc. 1995. pp. 15.1–15.5
- [28] Pungor, Erno. *A Practical Guide to Instrumental Analysis*. Boca Raton, Florida. 1995. pp. 181–191.
- [29] Skoog, Douglas A., F. James Holler and Timothy Nieman. *Principles of Instrumental Analysis*. Fifth Edition. New York. 1998. pp. 905–908.
- [30] De Andrés-Santos A.I., Velasco-Martín A., Hernández-Velasco E., Martín-Gil J. y Martín-Gil F.J. "Thermal behaviour of aqueous solutions of sodium hyaluronate from different commercial sources". *Thermochim. Acta*, 1994, 242, 153-160.
- [31] Ramos-Sánchez M.C., Barrio-Arredondo M.T., De Andrés-Santos M.I., Martín-Gil J. y Martín-Gil F.J. "Thermal analysis of aqueous solutions of heparins". *Thermochim. Acta*, 1995, 262, 109-115.
- [32] Martín-Gil J., Martín-Gil F.J, De Andrés-Santos A.I., Barrio-Arredondo M.T., Ramos-Sánchez M.C. y Chebib-Abuchala N. "Thermal behaviour of medical grade silicone oils". *J. Anal. Appl. Pyrol.*, 1995, 262, 109-115.
- [33] Martín-Gil F.J., Leal J.A., Gómez-Miranda B., Martín-Gil J., Prieto A. y Ramos Sánchez M.C. "Low temperatures thermal behaviour of chitins and chitin glucans". *Thermochim. Acta*, 1992, 211, 241-254.
- [34] Ramos-Sánchez M.C., Martín-Gil J., Barrio-Arredondo M.T. y Martín-Gil F.J. "Water of hydration and crosslinking in live and dead cells". *Thermochim. Acta*, 1999, 325, 19-24.