

DETERMINACIÓN DE LA VIDA DE ANAQUEL DEL CAFÉ SOLUBLE
ELABORADO POR LA EMPRESA DECAFÉ S.A. Y EVALUACIÓN DEL TIPO DE
EMPAQUE EN LA CONSERVACIÓN DEL PRODUCTO

Jaime Andrés Ocampo Muñoz

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
SEDE MANIZALES
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
INGENIERÍA QUÍMICA

DETERMINACIÓN DE LA VIDA DE ANAQUEL DEL CAFÉ SOLUBLE
ELABORADO POR LA EMPRESA DECAFÉ S.A. Y EVALUACIÓN DEL TIPO DE
EMPAQUE EN LA CONSERVACIÓN DEL PRODUCTO

Jaime Andrés Ocampo Muñoz

Trabajo de grado
bajo la modalidad pasantía
para optar por el título
de Ingeniero Químico

DIRECTOR:

GLORIA INES GIRALDO
Especialista en Ciencia y
Tecnología de los Alimentos

DIRECTOR AD HOC:

LUIS FELIPE MEJIA ARANGO
Ingeniero Químico

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
SEDE MANIZALES
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
INGENIERÍA QUÍMICA

A mis padres
Arnulfo y Omaris, mis hermanos
Alejandro y Carolina...
por supuesto,
y a Dios por el apoyo incondicional.

AGRADECIMIENTOS

El autor ofrece sus mas sinceros agradecimientos a:

Gloria Inés Giraldo, directora del presente trabajo, por sus invaluable consejos que permitieron el alcance de todos los objetivos planteados.

Luis Felipe Mejia, director Ad-Hoc de este trabajo, por su confianza en las capacidades del autor.

El panel de catación de Decafé S.A., en especial a Jhon Jairo Ángel por compartir su experiencia con el autor; Carlos Alberto López y Julián Mauricio Alzate por su ardua colaboración en el desarrollo del presente estudio.

La Universidad Nacional de Colombia Sede Manizales y a todos los profesores de la facultad de Ingeniería y Arquitectura por la formación ofrecida.

Y a todas las personas cercanas que durante este proceso acompañaron y prestaron su valiosa ayuda.

RESÚMEN

El objetivo de este trabajo es determinar la vida de anaquel del café soluble en polvo, seco por aspersión, elaborado por la empresa Decafé S.A, y evaluar la influencia del empaque en la conservación del producto. Para esto se realizaron experimentos acelerados de vida de anaquel sobre el café soluble en tres modalidades de empaque; papel laminado, cartón y vidrio; a 25, 30, 35 y 40 °C a 90 % de humedad relativa. Durante el tiempo de almacenamiento se realizaron pruebas fisicoquímicas, microbiológicas y sensoriales sobre el café soluble. Adicionalmente se realizó seguimiento sobre el comportamiento de la actividad del agua del café soluble en los tres empaques, además de la construcción de tres isotermas de adsorción de agua así como la determinación experimental de la permeabilidad del papel laminado. La información recopilada permitió calcular la vida de anaquel del café soluble a una condición de almacenamiento de 18 °C y 90 % de humedad relativa utilizando un método estadístico en el que se usó el análisis de la función de riesgo de Weibull obteniendo 279, 466 y 624 días de vida para el café soluble empacado en papel laminado, cartón y vidrio respectivamente. Adicionalmente se utilizó un método fisicoquímico que dio como resultado una durabilidad de 271 y 456 días para el café soluble empacado en papel laminado y cartón respectivamente. Finalmente se calculó la vida de anaquel del producto empacado en papel laminado como el tiempo necesario para el transporte de cierta cantidad de agua desde el ambiente hasta el interior del empaque obteniendo 315 días como resultado final. Se encontró que el vidrio es el material que mayor esperanza de vida de anaquel ofrece.

ABSTRACT

The objective of this work is to determine the shelf life of the powdered soluble coffee, dry for aspersion, elaborated by the company Decafé S.A, and to evaluate the influence of the packing in the conservation of the product. For this they were carried out quick experiments of shelf life on the soluble coffee in three modalities of packing; laminate paper, cardboard and glass; at 25, 30, 35 and 40 °C to 90% of relative humidity. During the time of storage they were carried out tests physiochemical, microbiology and sensorial on the soluble coffee. Additionally it was carried out pursuit on the behavior of the activity of the water of the soluble coffee in the three packings, besides the construction of three isotherms of adsorption of water as well as the experimental determination of the permeability of the laminate paper. The gathered information allowed to calculate the shelf life from the soluble coffee to a condition of storage of 18 °C and 90% of relative humidity using a statistical method in which the analysis of the function of risk of Weibull was used obtaining 279, 466 and 624 days of life for the soluble coffee packed in laminate paper, cardboard and glass respectively. Additionally a physiochemical method was used that gave as result a durability of 271 and 456 days for the soluble coffee packed in laminate paper and cardboard respectively. Finally the shelf life of the product packed in laminate paper was calculated as the necessary time for the transport of certain quantity of water from the atmosphere until the interior of the packing obtaining as final result 315 days. It was found that the glass is the material that bigger hope of shelf life offers.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	15
1 OBJETIVOS	17
1.1 OBJETIVO GENERAL	17
1.1.1 Objetivos específicos	17
2 REVISION BIBLIOGRÁFICA	18
2.1 ESTUDIO ACELERADO DE VIDA DE ANAQUEL	18
2.1.1 Gráficos de vida de anaquel	19
2.1.2 Limitaciones del estudio acelerado de vida de anaquel	20
2.2 MÉTODOS DE ESTIMACIÓN DE LA VIDA DE ANAQUEL	22
2.2.1 Métodos fisicoquímicos	23
2.2.2 Métodos probabilísticos	24
2.2.2.1 Función de riesgo	25
2.2.2.2 Construcción de la curva de riesgo y distribución de Weibull	26
2.2.3 Vida de anaquel dependiente del empaque y de las condiciones de almacenamiento	28
2.2.3.1 Permeabilidad	28
2.2.3.2 Transferencia de vapor de agua a través del empaque	30
2.3 ANTECEDENTES	33
3 MATERIALES Y MÉTODOS	37
3.1 LOCALIZACIÓN	37
3.2 MATERIALES	37
3.3 EQUIPOS	39

3.4	MÉTODOS DE ANÁLISIS	39
3.5	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	40
3.5.1	Experimentos acelerados de vida de anaquel	41
3.5.2	Establecimiento de la vida de anaquel a través de un método probabilístico	41
3.5.2.1	Determinación de la vida de anaquel a temperatura normal	41
3.5.3	Evaluación de la vida de anaquel a través de métodos fisicoquímicos	42
3.5.4	Establecimiento de la vida de anaquel dependiendo del empaque y de las condiciones de almacenamiento	42
3.5.4.1	Construcción de las isotermas de adsorción	42
3.5.4.2	Determinación de la permeabilidad del laminado	43
3.5.4.3	Solución del balance de materia para el agua y cálculo de la vida útil a temperatura normal	44
3.5.5	Diseño experimental	46
4.	PRESENTACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	47
4.1	SEGUIMIENTO SOBRE LAS VARIABLES FISICOQUÍMICAS	47
4.2	VIDA DE ANAQUEL A TRAVÉS DEL ANÁLISIS DE LA FUNCIÓN DE RIESGO DE Weibull	52
4.2.1	Prueba de bondad de ajuste	55
4.2.2	Predicción de la vida de anaquel del café soluble a temperatura ambiente a través del modelo de Arrhenius	57
4.2.3	Cálculo del parámetro Q_{10}	58
4.3	VIDA DE ANAQUEL A TRAVÉS MÉTODOS FISICOQUÍMICOS	60
4.4	VIDA DE ANAQUEL DEPENDIENDO DEL EMPAQUE Y DE LAS CONDICIONES DE ALMACENAMIENTO	64
4.4.1	Ajuste de las isotermas de adsorción de agua al modelo de G.A.B	64
4.4.2	Determinación de la permeabilidad al vapor de agua a través del laminado	67
4.4.3	Solución del balance de materia para el agua transportada	70
4.5	ANÁLISIS DE RESULTADOS	71

5	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	74
	BIBLIOGRAFÍA	76
	ANEXOS	80

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A: Metodología para las pruebas fisicoquímicas y microbiológicas.	81
ANEXO B: Formato para la prueba sensorial.	85
ANEXO C: Formato para la prueba triangular.	86
ANEXO D: Metodología para las pruebas sensorial y triangular.	87
ANEXO E: Tabla para la prueba de Kolmogorov-Smirnov.	88
ANEXO F: Sales utilizadas en la construcción de las isotermas.	89
ANEXO G: Diseño factorial para el experimento de vida de anaquel.	90
ANEXO H: Tablas de datos y resultados estadísticos.	91

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Gráficos de vida de anaquel.	20
Figura 2. Mecanismo de permeación.	29
Figura 3. Empaques utilizados.	38
Figura 4. Montaje utilizado para medir permeabilidad del laminado.	43
Figura 5. Diagrama de flujo del estudio de vida de anaquel.	45
Figura 6. Contenido de humedad para el café empacado en laminado.	47
Figura 7. pH contra tiempo. Laminado.	48
Figura 8. Acidez contra tiempo. Laminado.	48
Figura 9. Color contra tiempo. Laminado.	49
Figura 10. Humedad contra tiempo. Cartón.	49
Figura 21. Acidez contra tiempo. Cartón.	49
Figura 12. Color contra tiempo. Cartón.	49
Figura 13. pH contra tiempo. Cartón.	49
Figura 14. Humedad contra tiempo. Vidrio.	50
Figura 15. Acidez contra tiempo. Vidrio.	50
Figura 16. Color contra tiempo. Vidrio.	50
Figura 17. pH contra tiempo. Vidrio.	50
Figura 18. Gráfico del riesgo de Weibull.	54
Figura 19. Grafico de vida de anaquel, $\ln t$ Vs. $1/T$ (K^{-1}).	57
Figura 20. Grafico de vida de anaquel, $\ln t$ Vs. T ($^{\circ}C$).	58
Figura 21. Ajuste de los datos cinéticos a una reacción de primer orden.	61
Figura 22. Variación de la constante de velocidad de reacción k , con la temperatura.	62

Figura 23. Isotermas de adsorción de agua experimentales.	65
Figura 24. Linealización del modelo de G.A.B a 25 °C.	65
Figura 25. Variación del parámetro K con la temperatura.	67
Figura 26. Humedad transportada a través del papel laminado a 25 °C.	68
Figura 27. Variación de la permeabilidad del papel laminado con la temperatura.	69

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Temperaturas recomendadas para estudios de vida de anaquel acelerados.	22
Tabla 2. Características del café soluble.	37
Tabla 3. Resultados de la evaluación sensorial.	52
Tabla 4. Rango y riesgo acumulado.	53
Tabla 5. Resultados de la prueba de bondad de ajuste.	55
Tabla 6. Tiempos de vida de anaquel calculados a través de la función de Weibull.	56
Tabla 7. Valores del parámetro Q_{10} , E_A y tiempos de vida de anaquel a 18 °C.	59
Tabla 8. Comparación de tiempos de vida de anaquel: Reportada-Weibull.	59
Tabla 9. Actividad del agua medida al café soluble empacado en papel laminado.	60
Tabla 10. Constantes de velocidad de reacción.	61
Tabla 11. Comparación de tiempos de vida de anaquel: Reportada-Fisicoquímica.	63
Tabla 12. Contenido de humedad en base seca.	64
Tabla 13. Parámetros del modelo de G.A.B para el café soluble.	66
Tabla 14. Valores de α , β , γ , ΔH_y , ΔH_k y Ω para el café soluble.	67
Tabla 15. Parámetros del modelo de G.A.B y permeabilidad del laminado a 18 °C.	70
Tabla 16. Tiempos de vida de anaquel obtenidos en el presente trabajo.	72
Tabla 17. Datos del seguimiento de las variables fisicoquímicas.	91
Tabla 18. Resultados microbiológicos.	92
Tabla 19. Evaluación sensorial. Laminado a 30 °C y 90 % de HR.	93
Tabla 20. Evaluación sensorial. Laminado a 35 °C y 90 % de HR.	93
Tabla 21. Evaluación sensorial. Laminado a 40 °C y 90 % de HR.	94

Tabla 22. Evaluación sensorial. Cartón a 25 °C y 90 % de HR.	94
Tabla 23. Evaluación sensorial. Cartón a 30 °C y 90 % de HR.	95
Tabla 24. Evaluación sensorial. Cartón a 35 °C y 90 % de HR.	95
Tabla 25. Evaluación sensorial. Cartón a 40 °C y 90 % de HR.	96
Tabla 26. Evaluación sensorial. Frasco a 25 °C y 90 % de HR.	96
Tabla 27. Evaluación sensorial. Frasco a 30 °C y 90 % de HR.	97
Tabla 28. Evaluación sensorial. Frasco a 35 °C y 90 % de HR.	98
Tabla 29. Evaluación sensorial. Frasco a 40 °C y 90 % de HR.	97
Tabla 30. Resultado de las pruebas triangulares.	98
Tabla 31. Seguimiento sobre a_w para el café empacado en cartón.	99
Tabla 32. Seguimiento sobre a_w para el café empacado en frasco de vidrio.	99
Tabla 33. Transporte de humedad a través del laminado a 25 y 35 °C.	100
Tabla 34. Resultados del análisis de varianza para la humedad.	101
Tabla 35. Resultados del análisis de varianza para el pH.	102
Tabla 36. Resultados del análisis de varianza para la Acidez.	103
Tabla 37. Resultados del análisis de varianza para el Color.	104

INTRODUCCIÓN

La vida de anaquel de un alimento se puede definir como el tiempo, después de la producción o empaque, durante el cual el producto conserva ciertas características de calidad establecidas por el proveedor, características que pueden ser de ámbito fisicoquímico, microbiológico o sensorial. Este tiempo depende de muchos aspectos, y de igual forma, un estudio de vida de anaquel se puede enfocar hacia la evaluación de la importancia de uno o más de éstos aspectos como son: la influencia del empaque, la composición de la atmósfera en el espacio de cabeza, condiciones de almacenamiento como temperatura y humedad relativa, algún aditivo, el uso de un antioxidante en especial, etc.

Cuando el tiempo de vida de anaquel esperado de un alimento es grande, o no se cuenta con suficiente tiempo para la experimentación que requiere la recopilación de la información necesaria para la determinación de la vida de anaquel, el estudio de durabilidad se puede llevar de manera acelerada. Un estudio de vida de anaquel acelerado consiste en someter el conjunto alimento empaque a analizar a condiciones de almacenamiento drásticas en comparación con las que normalmente son utilizadas. Existen muchas formas de acelerar el deterioro de los alimentos, como son contenidos altos de cierto gas en el espacio de cabeza, contenidos de humedad altos en el producto o en el aire en el interior del empaque. Se considera que la temperatura es la variable que ejerce mayor influencia sobre la mayoría de las reacciones que causan el deterioro de los alimentos.

El presente estudio tiene como propósito determinar la vida de anaquel del café soluble seco por aspersión elaborado por la empresa Decafé S.A empackado en tres empaques a saber: papel laminado, cartón y vidrio. Estos tiempos de vida de anaquel permitirán conocer de forma científica que empaque ofrece mayor esperanza de vida al producto,

además el seguimiento sobre las variables fisicoquímicas, sensoriales y microbiológicas arrojará información que indicará cuales de estas variables están relacionadas con la perdida progresiva de la calidad del producto, así de cómo la temperatura y el empaque ejercen influencia sobre las mismas.

1 OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

Determinación de la vida de anaquel del café soluble elaborado por la empresa Decafe S.A. y evaluación del tipo de empaque en la conservación del producto.

1.1.1 Objetivos específicos

- ✓ Determinar la vida de anaquel del café soluble empackado en papel laminado.
- ✓ Establecer la vida de anaquel del café soluble empackado en cajas de cartón.
- ✓ Determinar la vida de anaquel del café soluble empackado en frasco de vidrio.
- ✓ Comparar los valores de vida de anaquel del café soluble para cada empaque.
- ✓ Identificar la o las variables críticas que tengan una relación directa con la pérdida progresiva de la calidad del producto.

2 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

“ La calidad es una cualidad de los alimentos, sobre cuyo entendimiento se enfoca gran atención. La calidad alimenticia puede ser definida como la combinación de un número de propiedades que influyen el grado de aceptabilidad de los alimentos por parte del consumidor o usuario”⁽¹⁾.

“ Debido a la naturaleza de los alimentos como sistemas fisicoquímica y biológicamente activos, la calidad del alimento es un estado dinámico que continuamente esta en movimiento para reducir sus niveles (Con la notable excepción de los casos de maduración y envejecimiento, como quesos y licores). Por lo tanto, para cada alimento en particular existe un tiempo finito después de la producción, durante el cual éste retiene un nivel requerido de cualidades organolépticas y de seguridad bajo condiciones de almacenamiento estables. Este periodo de tiempo puede ser generalmente definido como *vida de anaquel* del producto alimenticio ”⁽²⁾. Para determinar la duración de este tiempo se hace un estudio de vida de anaquel, el cual consiste en seguir a través del tiempo la calidad del producto hasta que ésta llegue a niveles inaceptables.

2.1 ESTUDIO ACELERADO DE VIDA DE ANAQUEL

Los métodos acelerados de estimación de la vida de anaquel de alimentos se basan en la aplicación de los principios de la cinética química sobre el efecto que las condiciones ambientales como temperatura, presión, humedad, gases de la atmósfera y luz, tienen sobre la velocidad de la reacción ⁽³⁾.

Los métodos acelerados para la determinación de la durabilidad son útiles para reducir el tiempo dedicado a los ensayos de estimación cuando se está determinando la vida de anaquel de productos no perecederos. Se basa en someter el producto a condiciones de almacenamiento que aceleren las reacciones de deterioro, las cuales se denominan condiciones de abuso, que pueden ser temperaturas, presiones parciales de oxígeno o contenidos de humedad altos ⁽⁴⁾.

La variable que más afecta la velocidad de las reacciones de deterioro es la temperatura; los métodos que aceleran el deterioro por efecto de ésta se basan en el cumplimiento de la ley de Arrhenius; la ecuación para calcular el efecto de la temperatura sobre la vida media es:

$$t_S = t_0 * e^{-\frac{E_A}{R} \left[\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T_S} \right]} \quad (1)$$

Donde: t_S es el tiempo de vida de anaquel a la temperatura T_S , t_0 es el tiempo a la temperatura T_0 , R es la constante de los gases ideales, y E_A es la energía de activación para la reacción de deterioro.

2.1.1 Gráficos de vida de anaquel

Una forma útil de cuantificar el efecto de la temperatura sobre la calidad de un alimento es a través de los gráficos de vida de anaquel, estos consisten en graficar el logaritmo natural del tiempo de vida de anaquel contra la temperatura o su inverso. De estos gráficos se pueden obtener parámetros importantes como son la energía de activación, E_A , y el parámetro Q_{10} , el cual se define como la razón entre la vida de anaquel a una temperatura T y la vida de anaquel a otra temperatura $T+10$; así:

$$Q_{10} = \frac{\text{Vida Anaquel a Temperatura } (T)}{\text{Vida Anaquel a Temperatura } (T + 10)} \quad (2)$$

La forma de los gráficos de vida de anaquel y la relación que existe entre sus pendientes y los parámetros arriba mencionados se muestra en la figura 1 ⁽³⁾.

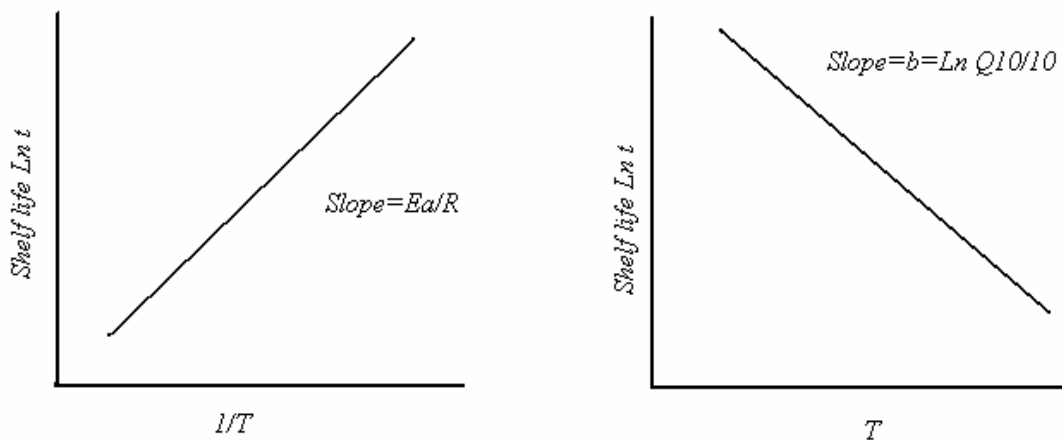


Figura 1. Gráficos de vida de anaquel.

2.1.2 Limitaciones del estudio acelerado de vida de anaquel

Existen una serie de limitaciones prácticas en las cuales no es adecuado utilizar las técnicas de abuso térmico para predecir el deterioro a temperaturas mas bajas mediante la ley de Arrhenius ⁽⁵⁾:

- Puede haber error en la evaluación analítica o sensorial. Generalmente, cualquier medición debe tener una variabilidad de menos del 10 % para minimizar lo errores en la predicción.

- Los cambios de temperatura pueden generar cambios de fase, los cuales pueden acelerar ciertas reacciones, haciendo que la vida de anaquel predicha a temperaturas menores sea mas corta que la real.
- La actividad del agua, a_w , en alimentos secos puede incrementar con la temperatura. Esto puede causar un incremento en la velocidad de reacción para productos de bajo a_w en empaques sellados y resultar en una sobre estimación de la verdadera vida de anaquel a bajas temperaturas.
- La solubilidad de gases, especialmente el oxígeno decrece al menos en un 25% por cada aumento en 10°C en la temperatura, así la velocidad de una reacción oxidativa (perdida de vitamina E, A, C o Ácido linoleico), puede ser disminuida si el oxígeno disponible es el factor limitante. Por lo tanto a altas temperaturas, la velocidad puede ser mas baja que la velocidad teórica, y esto puede a su vez resultar en una predicción de la vida de anaquel por debajo de la real a temperaturas normales de almacenamiento.
- Si dos reacciones con diferente valor de Q_{10} , causan una pérdida de la calidad, aquella con mayor valor de Q_{10} , puede predominar a altas temperaturas, pero un mecanismo diferente puede darse a condiciones normales de almacenamiento, confundiendo así la predicción.
- Si altas temperaturas son usadas , una desnaturalización de las proteínas puede darse en el alimento. Esto puede resultar en un incremento o decremento en la velocidad de reacción de ciertas cadenas laterales de aminoácidos, provocando errores en la predicción de la vida de anaquel a temperaturas moderadas. ⁽⁵⁾

Un cuadro con las temperaturas de almacenamiento recomendadas para un estudio acelerado se muestra en la tabla 1.

Tabla 1. Temperaturas recomendadas para estudios de vida de anaquel acelerados.

Tipo de Producto	Temperaturas de ensayo (°C)	Temperatura de los patrones (°C)
Conservas	20, 30, 35, 40	4
Deshidratados	25, 30, 35, 40, 45	-18
Fríos	5, 10, 15, 20	0
Congelados	-5, -10, -15	<-40

Fuente: Food Technology Vol. 39 Pág. 57-64 ⁽⁵⁾.

En general, es importante tener en cuenta que el objetivo de un estudio acelerado de vida de anaquel consiste en acelerar el mecanismo de deterioro y no transformarlo.

2.2 MÉTODOS DE ESTIMACIÓN DE LA VIDA DE ANAQUEL

La estimación de la vida de anaquel de los alimentos puede hacerse por métodos estadísticos o por modelos matemáticos.

Cuando se utilizan técnicas probabilísticas, se supone que los tiempos de vida de las unidades experimentales se distribuyen de acuerdo a una ley de probabilidad ⁽¹⁵⁾. Se requiere fundamentalmente conocer la distribución estadística de las observaciones. Una vez se ha determinado ésta, se estiman los parámetros de dicha distribución, con los que puede inferirse estadísticamente sobre el tiempo de durabilidad ⁽¹⁷⁾.

Cuando se utilizan modelos matemáticos; estos pueden ser de carácter cinético, en los cuales se determina experimentalmente la cinética de la reacción, relacionando magnitudes fisicoquímicas con el tiempo y con ello se estima la vida media del producto ⁽²⁹⁾; o analizando la interacción entre el medio ambiente de almacenamiento, el empaque y el producto por medio de balances de materia para algún elemento transportado desde ambiente hasta el interior del empaque.

2.2.1 Métodos fisicoquímicos

“ Aplicando los principios de química fundamental, la velocidad de cambio de la calidad del alimento en general puede ser expresada como una función de la composición y de factores ambientales:

$$\frac{dQ}{dt} = F(C_i, E_j) \quad (3).$$

Donde C_i son los factores de la composición, como concentración de componentes reactivos, catalizadores orgánicos, enzimas, inhibidores de la reacción, pH, actividad del agua o poblaciones microbianas; y E_j son los factores ambientales tales como la temperatura, humedad relativa, presión total y presión parcial de diferentes gases, luz... ⁽⁶⁾”.

Excluyendo el efecto de los factores ambientales, E_j , asumiendo que estos permanecen constantes, la ecuación (3) se simplifica y expresa el cambio de los constituyentes relacionados con la calidad del alimento, como función del tiempo ⁽²⁾.

$$\frac{dA}{dt} = -k * A^n \quad (4).$$

Donde A es un factor físico, químico, microbiológico o sensorial de la calidad, n es el orden aparente de reacción, k es la constante de velocidad que representa la rata de variación del factor A , la cual puede ser positiva o negativa, dependiendo de si se trata de ganancia o pérdida de A . En general se tiene que las reacciones de deterioro de los alimentos pueden ser tratadas globalmente como reacciones elementales de orden aparente cero, uno o dos y por lo tanto el tratamiento cinético se hace de la misma forma que proponen los libros tradicionales de diseño de reactores y cinética química como Levenspiel, en donde a través de linealizaciones y gráficos se calculan los parámetros cinéticos y el orden de reacción ⁽⁷⁾.

2.2.2 Métodos probabilísticos

Los métodos probabilísticos de estimación de la vida de anaquel se utilizan principalmente cuando el estudio se hace a través de evaluaciones sensoriales, la esencia de estos métodos consiste en considerar la vida de anaquel como una variable aleatoria y describir su comportamiento mediante un modelo estadístico.

Se requiere fundamentalmente conocer la distribución estadística de las observaciones. Algunas de las distribuciones más utilizadas son la normal, Log-normal, Weibull, exponencial y del valor extremo. Una vez se ha determinado ésta, se estiman los parámetros de dicha distribución, con los que se puede inferir estadísticamente sobre el tiempo de durabilidad ⁽⁴⁾.

La metodología utilizada para realizar un estudio de vida de anaquel mediante métodos estadísticos se puede resumir a continuación ⁽⁴⁾:

- Determinación del criterio de fallo de las unidades y de la técnica de evaluación del parámetro.
- Realización del diseño para el estudio.
- Almacenamiento de muestras y recolección de la información. Como los ensayos son destructivos, no se puede llevar el estudio de una unidad hasta el tiempo final, sino que se conservan los datos de diferentes unidades en distintos tiempos, por esto se han llamado datos incompletos de fallo.
- Determinación de la técnica probabilística a la que mejor se ajusten los datos.
- Cálculo de los parámetros de la distribución.
- Determinación del tiempo de vida de anaquel del producto.
- Prueba de bondad de ajuste de la distribución.

2.2.2.1 Función de riesgo

Para la aplicación de las técnicas estadísticas, es necesario conocer la función de riesgo, la cual es una función continua y puede describirse mediante una función de densidad probabilística $f(t)$ y la función de probabilidad acumulada $F(t)$ que describe la probabilidad de fracaso entre 0 y t y que se define como ⁽¹⁴⁾:

$$F(t) = \int_0^t f(t) dt \quad (5)$$

La probabilidad de que un producto fracase solo después de un tiempo t , es:

$$R(t) = 1 - F(t) \quad (6)$$

y se denomina función de confiabilidad. Con lo anterior se puede definir el coeficiente de riesgo:

$$h(t) = \frac{f(t)}{R(t)} \quad (7)$$

$h(t)$ también es conocida como índice instantáneo de fracaso y mide la probabilidad de que un producto que ha sobrevivido hasta un tiempo t , fracase posteriormente ⁽⁴⁾. El riesgo acumulado $H(t)$ se define como:

$$H(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{f(t)}{1 - F(t)} dt = -\text{Ln}[1 - F(t)] \quad (8)$$

2.2.2.2 Construcción de la curva de riesgo y distribución de Weibull

Cantillo ⁽¹⁵⁾ utilizó las modificaciones realizadas por Nelson, quien transformó la función de riesgo acumulado para varias distribuciones, entre ellas la de Weibull, obteniendo relaciones de primer orden entre el riesgo acumulado y los tiempos de fallo. La relación lineal que establece la función de riesgo transformada constituye la base de las técnicas de riesgo. Para su aplicación se toma el conjunto de datos de fallo, se transforman según la distribución asumida, se establece una relación lineal entre el tiempo de fallo y el riesgo acumulado, se determina la ecuación de la recta y con los parámetros de ésta se calculan la media y la desviación estándar por modelos matemáticos específicos para cada distribución ⁽⁴⁾.

Para construir una curva de riesgo, se almacenan los productos en estudio según el diseño experimental previo. Para cada valor observado se toma el tiempo, marcando aquellos valores para los cuales el producto falla. Se anota el orden del suceso en el que se suministra el tiempo, tanto para las muestras que fallan, como para las que no fallan. Este proceso genera una serie de observaciones ordenadas, luego se invierte el orden del suceso y se obtiene el rango inverso, denominado como K . Los valores de riesgo $h(t)$ para las muestras que fallan se calculan por la siguiente expresión:

$$h(t) = \frac{100}{K} \quad (9)$$

Para cada tiempo de fallo se calcula el riesgo acumulado $H(t)$ sumando al riesgo actual el valor precedente ⁽⁴⁾. Con estos datos y teniendo en cuenta que la función de probabilidad acumulada para la distribución de Weibull se expresa como ⁽¹⁶⁾:

$$F(t) = 1 - e^{-\left(\frac{t}{\alpha}\right)^\beta} \quad (10)$$

Donde α es el parámetro de escala y β es el parámetro de forma ⁽⁴⁾. La expresión anterior se puede reemplazar en la definición del riesgo acumulado, ecuación (8), obteniéndose:

$$H(t) = -Ln \left[1 - \left(1 - e^{-\left(\frac{t}{\alpha}\right)^\beta} \right) \right] = \left(\frac{t}{\alpha}\right)^\beta \quad (11)$$

$$Log[H(t)] = \beta * Log[t] - \beta * Log[\alpha] \quad (12)$$

Despejando $Log[t]$ se obtiene que:

$$Log[t] = \frac{1}{\beta} * Log[H(t)] + Log[\alpha] \quad (13)$$

En esta expresión se observa que de un gráfico del logaritmo del tiempo de fallo contra el logaritmo del riesgo acumulado se pueden calcular los parámetros de la distribución de Weibull, a partir de los cuales se establecen el valor esperado $E(t)$ y la varianza σ^2 :

$$E(t) = \alpha * \Gamma \left[1 + \frac{1}{\beta} \right] \quad (14)$$

$$\sigma^2 = \alpha^2 * \left[\Gamma \left(1 + \frac{2}{\beta} \right) - \Gamma^2 \left(1 + \frac{1}{\beta} \right) \right] \quad (15)$$

Donde Γ es la función Gamma definida por:

$$\Gamma(t) = \int_0^{\infty} t^{p-1} * e^{-t} * dt \quad \text{para } p > 0 \quad (16)$$

2.2.3 Vida de anaquel dependiente del empaque y de las condiciones de almacenamiento

Además de la temperatura, hay otros factores que influyen en la vida de anaquel de los alimentos, como la humedad relativa del ambiente de almacenamiento, la actividad del agua, el contenido de humedad del producto y las características del empaque que influyen en el transporte de sustancias desde o hacia el interior del alimento que a su vez pueden afectar la calidad del alimento ⁽²¹⁾.

2.2.3.1 Permeabilidad

La principal característica que se considera en los empaques es la permeabilidad. La permeabilidad es un fenómeno de transferencia de un gas o vapor a través de una película, este concepto está normalmente asociado con la evaluación cuantitativa de las propiedades de barrera de un material. Un buen material de barrera presenta bajos valores de permeabilidad. El fenómeno de permeabilidad tiene lugar cuando la pared de un material permeable, separa dos fases las cuales contienen especies de bajo peso molecular que tienen diferentes valores de actividad en cada una de las fases ⁽⁴⁾.

Mecanismo de Permeación

El proceso de permeabilidad involucra tres etapas como se observa en la figura 2:

- La molécula se absorbe en la superficie del polímero a una presión parcial p_I . Para presiones por debajo de una atmósfera el valor de la concentración del permeante en la interfase del polímero sigue la ley de Henry.

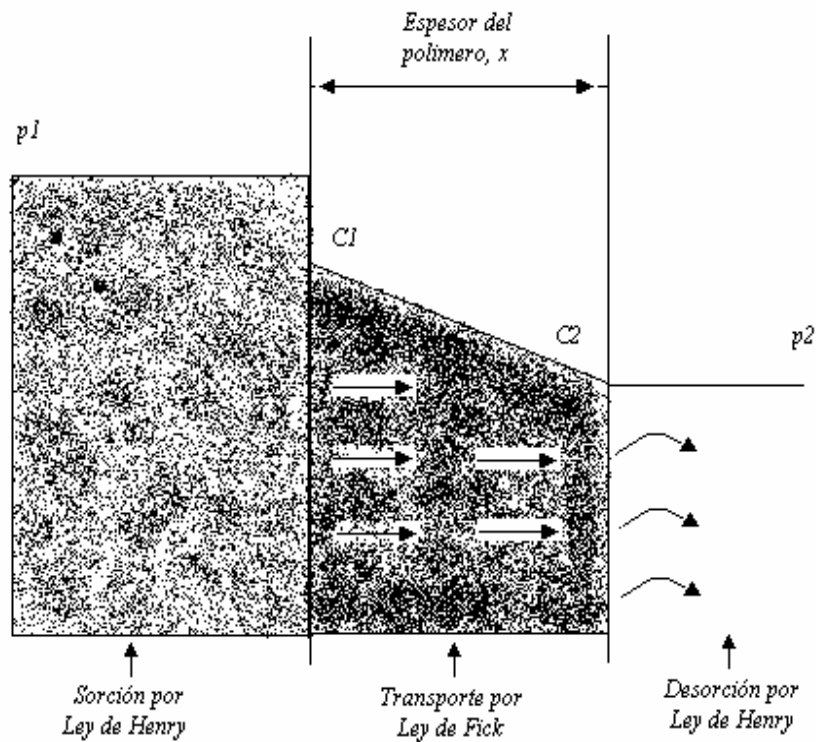


Figura 2. Mecanismo de Permeación.

- La difusión de la molécula a través del material del lado de alta concentración al lado de más baja concentración, el cual sigue la ley de Fick.
- Desorción del gas sobre la superficie opuesta, a una presión p_2 .⁽¹¹⁾

Teniendo en cuenta las consideraciones mencionadas arriba se puede establecer a través de demostraciones matemáticas sencillas que las unidades para la permeabilidad son⁽⁴⁾:

$$\frac{\text{masa} * \text{longitud}}{\text{area} * \text{tiempo} * \text{presión}}$$

Efecto de la temperatura sobre la permeabilidad

El cambio de la permeabilidad con la temperatura sigue la ley de Arrhenius y se calcula mediante la siguiente expresión:

$$B = B_0 * e^{-\frac{E_A}{R*T}} \quad (17)$$

Donde E_A , es la energía de activación, R es la constante de los gases ideales, B_0 es la permeabilidad a la temperatura T_0 y T es la temperatura a la cual se busca la permeabilidad.

2.2.3.2 Transferencia de vapor de agua a través del empaque

Los alimentos pueden ser clasificados de acuerdo a la necesidad de protección requerida en cuanto a la transferencia de vapor de agua o de otros gases hacia o desde el interior del empaque. La ventaja de esta clase de análisis es que la atención se centra en el requerimiento de barrera que un determinado empaque debe suministrar a cierto alimento. Por ejemplo para el café soluble se tiene que la ganancia máxima de oxígeno debe ser de 1-5 ppm, y la de humedad de 2 % ⁽³⁾. Lo anterior habilita cálculos para determinar si un material de empaque en particular provee la barrera requerida para que la vida de anaquel del producto sea la deseada. Los recipientes metálicos y de vidrio se consideran prácticamente impermeables al paso de gases, olores y vapor de agua, mientras los materiales a base de papel se consideran relativamente permeables. Por otro lado los materiales plásticos proveen un grado variable de permeabilidad, de acuerdo con la naturaleza de los polímeros utilizados en su manufactura.

La expresión para la transferencia en estado estable de un gas o un vapor a través de un material termoplástico es ⁽³⁾:

$$\frac{\delta w}{\delta t} = \frac{B}{\Delta x} * A * (p_1 - p_2) \quad (18)$$

Donde: $B/\Delta x$ es la permeancia (La permeabilidad B dividida por el espesor de la película Δx), A es el área de transferencia suministrada por el empaque, p_1 y p_2 son las presiones parciales de agua fuera y dentro del empaque, y $\delta w/\delta t$ es la velocidad de transferencia a través de la película.

La predicción de la transferencia de humedad a través de un empaque requiere el análisis de la ecuación (18), con ciertas condiciones de frontera. El análisis mas simple requiere suponer que la permeancia $B/\Delta x$ es constante, que el ambiente externo es constante en temperatura y humedad relativa, y que p_2 , la presión de vapor del agua en el alimento, sigue alguna función simple del contenido de humedad.

El punto critico en la ecuación (18) es que la presión de vapor interna no es constante, y varia con el contenido de humedad del alimento a través del tiempo. Así la velocidad de ganancia o perdida de humedad no es constante pero disminuye a medida que Δp se hace mas pequeña. Por lo tanto alguna expresión de p_2 , la presión de vapor interna, como función del contenido de humedad, debe ser insertada dentro de la ecuación (18), para que esta pueda ser integrada ⁽³⁾.

En alimentos con bajo contenido de humedad, la presión de vapor es gobernada solamente por la isoterma de adsorción del alimento. Varios modelos pueden ser aplicados para la predicción de una isoterma de adsorción, uno de los mas utilizados es el modelo de G.A.B, el cual representa la isoterma de adsorción en un amplio rango de actividad del agua ($0,1 < a_w < 0,9$). La expresión para el modelo de G.A.B se muestra a continuación:

$$M_w = \frac{M_{gm} * Y * K * a_w}{(1 - K * a_w) * (1 - K * a_w + Y * K * a_w)} \quad (19)$$

Donde M_w es el contenido de humedad, M_{gm} es el contenido de humedad de la capa monomolecular Y y K son constantes relacionadas con la energía de interacción entre las moléculas de la monocapa y la multicapa. Teóricamente, éstas constantes están relacionadas con la temperatura a través de ecuaciones tipo Arrhenius:

$$Y = \alpha * e^{\left[\frac{\Delta H_y}{R*T}\right]} \quad (20) \quad K = \beta * e^{\left[\frac{\Delta H_k}{R*T}\right]} \quad (21) \quad M_{gm} = \gamma * e^{\left[\frac{\Omega}{R*T}\right]} \quad (22)$$

$$\Delta H_y = H_{mo} - H_{m\mu} \quad (23) \quad \Delta H_k = H_L - H_{m\mu} \quad (24)$$

Donde: H_{mo} , $H_{m\mu}$, y H_L , son respectivamente las entalpías de sorción de la monocapa, la multicapa y de la evaporación del agua, T es la temperatura en grados Kelvin, R es la constante de los gases ideales y α , β y γ son factores de acomodación entrópicos.

Si el modelo de G.A.B es usado para representar la isoterma de adsorción de agua, y reemplazado en la ecuación (18), se obtiene que:

$$\int_{a_{w0}}^{a_{wf}} \frac{1 + K^2 * (Y - 1) * a_w^2}{(a_{we} - a_w) * (1 - K * a_w + Y * K * a_w)^2} da_w = \frac{p_0}{M_{gm} * Y * K} * \frac{B}{\Delta x} * \frac{A}{W_s} * t \quad (25)$$

Donde M_{gm} , Y y K son los parámetros del modelo de G.A.B a la temperatura de almacenamiento, B es la permeabilidad del material, p_0 es la presión de vapor del agua pura, Δx es el calibre del empaque, A el área de transferencia, W_s es el peso de sólido seco, a_{we} es la actividad del agua de equilibrio en el sitio de almacenamiento, a_{w0} y a_{wf} son la actividad del agua inicial y final respectivamente, y por ultimo t es tiempo necesario para que la actividad del agua cambie desde su valor inicial hasta el final a cierta condición de almacenamiento.

2.3 ANTECEDENTES

Deterioro del café

El deterioro de la calidad inicial o generación de rancidez en el café ha sido atribuida durante mucho tiempo a reacciones con el oxígeno del espacio de cabeza ⁽²²⁾. Sivetz y Foote, en 1963, concluyeron que este cambio de sabor podía ser pequeño en un periodo de 6 meses a varios años, si el café soluble era empacado con un pequeño espacio de cabeza y almacenado a 21 °C ⁽²³⁾. Por otro lado Clarke ⁽³²⁾ dice que la máxima causa de la pérdida de calidad en el café soluble es provocada por la ganancia de humedad, que da lugar a la compactación del producto cuando ésta llega a valores entre 7 y 8 %.

Desde el punto de vista microbiológico, se puede decir que el café soluble tiene amplias ventajas frente a otros alimentos, pues dado a su carácter ácido no hay peligro de crecimiento de bacterias patógenas en el mismo. Por otro lado, los microorganismos no se multiplican por debajo de una actividad del agua de 0,6, lo cual también favorece el café soluble ya que éste tiene una a_w inicial de alrededor de 0,2, valor que se conserva poco variable si el producto en cuestión se empaca y almacena apropiadamente ^(8,9).

Estudios de durabilidad

Taoukis ⁽²⁴⁾ realizó estudios de durabilidad sobre dos productos congelados ampliamente consumidos con ensaladas en Grecia, Rusia y Egipto. Estos productos fueron microbiológicamente estables durante el almacenamiento a temperaturas de refrigeración. Para alimentos con tal estabilidad microbiológica el fin de la vida de anaquel es usualmente señalado por una pérdida inaceptable de los atributos sensoriales. Taoukis ⁽²⁴⁾ condujo ensayos de vida de anaquel a temperaturas desde 4 a 15 °C. El fin de la vida de anaquel, fue basado en una inaceptabilidad global debida al desarrollo de rancidez. El uso del análisis de la función de riesgo de Weibull facilitó la determinación de la vida de anaquel y el modelamiento de los datos sensoriales. Se encontraron bajas energías de activación para

la pérdida de calidad de los dos productos estudiados, los valores estuvieron desde 21 a 31,5 kJ/mol.

Duyvesteyn ⁽²⁵⁾ llevó a cabo estudios de vida de anaquel sobre leche pasteurizada a 2, 5, 7, 12 y 15 °C, realizando pruebas microbiológicas, para determinar la velocidad de crecimiento, al igual que pruebas sensoriales con el objeto de estudiar la relación entre el crecimiento total microbiano y su vida de anaquel sensorial determinada a través del análisis de la función de riesgo de Weibull. Duyvesteyn ⁽²⁵⁾ encontró que la velocidad de crecimiento microbiológico al igual que la pérdida de calidad sensorial responden a la temperatura siguiendo la ecuación de Arrhenius. Por otro lado se demostró que no existe correlación entre el crecimiento microbiano y la pérdida de calidad sensorial en la leche.

Labuza ⁽²⁶⁾ estudió el efecto de la presión parcial del Oxígeno (0,5-21,3 kPa), a_w (0,106-0,408) y la temperatura (4-35 °C) sobre café tostado y molido. La aceptabilidad del producto fue seguida usando el análisis de la función de riesgo de Weibull donde el final de la vida de anaquel fue estimado como el tiempo en el cual el 50 % de los consumidores encontró el producto inaceptable. El efecto del O_2 , a_w y la temperatura fue estudiado desde un punto de vista cinético. El incremento del Oxígeno desde 0,5 a 21,3 kPa aceleró el deterioro 20 veces. Un incremento en la actividad del agua de 0,1 produjo un incremento en la aceleración del deterioro de un 60 % lo cual sugiere actividad de pardeamiento no enzimático, mientras un incremento de 10 °C aumenta la velocidad de deterioro en un 15 a 23 %. Se encontró una energía de activación para la vida de anaquel de 13 kJ/mol.

Cardelli ⁽³⁰⁾ desarrolló una estimación del tiempo de almacenamiento para el café tostado y molido en varias presiones parciales de Oxígeno, asumiendo una cinética de orden cero y usando la tasa de deterioro al principio del almacenamiento. Cardelli ⁽³⁰⁾ encontró que se debe lograr un tiempo de almacenamiento de 6 meses si cada gramo de producto absorbe 224 miligramos de O_2 a temperatura ambiente y 0,33 a_w .

Hinman ⁽³¹⁾ estudió el efecto de los porcentajes de oxidación del café tostado y molido sobre la conservación de la calidad. La adsorción de oxígeno en el café tostado y molido es una reacción de primer orden. Las constantes de proporción en $\mu\text{l/g}\cdot\text{h}$ a $30\text{ }^\circ\text{C}$ fueron medidas, así como los efectos de la velocidad del tostado, tamaño de partícula y contenido de humedad fueron determinados. Se aplicó un modelo para la descomposición de la frescura sensorial usando la cantidad de Oxígeno reaccionante como parámetro sobre los datos encontrados en la literatura, encontrándose que puede esperarse una reducción del 2 al 8 % en el tiempo de almacenamiento por cada hora de exposición.

A pesar de que la manufactura de café instantáneo es ahora substancial en volumen en los Estados Unidos, Europa y Brasil, existe un número limitado de referencias sobre estudios de su estabilidad en almacenamiento; entre los más representativos, se encuentran los realizados por Clinton y Harris ⁽²⁷⁾.

Harris ⁽²²⁾ condujo estudios sobre dos tipos de café soluble, deshidratado por aspersion y deshidratado por congelamiento. Las unidades experimentales fueron empacadas en recipientes metálicos herméticamente sellados para probar el efecto de tres atmósferas diferentes; aire, 2 % de O_2 en N_2 y 0 % de O_2 ; sobre la conservación de la calidad del producto. Los recipientes fueron almacenados a $37,8\text{ }^\circ\text{C}$ por periodos de mas de 12 meses. Se encontró que el aire envasado tuvo menos efecto deteriorante en el sabor del café deshidratado por congelamiento que el esperado. El envase con N_2 del café seco por congelamiento puede no ser esencial. Por el contrario, el sabor del café seco por aspersion cambio significativamente después de 9 meses de almacenamiento a $37,8\text{ }^\circ\text{C}$. Después de 12 meses de almacenamiento el panel de catadores encontró esta muestra significativamente menos aceptable que todas las otras. Esto sugiere que los empaques con bajo O_2 pueden ser útiles para proteger el café soluble de la humedad alta. La concentración de CO_2 en los gases volátiles fue independiente del contenido de O_2 y fue una función del tiempo. Después de dos meses de almacenamiento el café soluble empacado en ausencia de O_2 desarrolló olores indeseables similares a la laca.

Clinton ⁽²⁸⁾ también condujo estudios sobre muestras comerciales de café soluble aglomerado, en donde éstas fueron almacenadas a 21 °C con un contenido específico de oxígeno. El panel de catación encontró una rápida caída en la calidad de la muestra seca por liofilización, mientras que la muestra de seca por aspersion mantuvo su calidad por un periodo de 72 semanas.

Por otro lado “...empíricamente se conoce que el café soluble seco por aspersion y por liofilización, que es empacado en frascos, latas u otros empaques con aire en su espacio de cabeza (21 % O_2), con un contenido de humedad entre en 4-5 % (P/P), puede retener sus cualidades originales hasta por dos años a condiciones ambiente...” ⁽²⁸⁾.

Los estudios realizados por Clinton y Harris ^(28,22) enfocan sus esfuerzos en evaluar la influencia de la composición de la atmósfera en contacto con el producto en el interior del empaque, variando la composición del O_2 en el espacio de cabeza. Por lo tanto esto indica que hay una deficiencia en estudios de vida de anaquel manteniendo la composición del oxígeno en el espacio de cabeza constante, y variando la temperatura de almacenamiento, lo cual se llevará a cabo en el presente estudio.

3. MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 LOCALIZACIÓN

Este trabajo se desarrolló como pasantía en la empresa Decafé S.A en la ciudad de Manizales, en el Departamento de Caldas.

La parte experimental, los análisis microbiológicos, sensoriales y fisicoquímicos se realizaron en el Laboratorio de Control de Calidad de la empresa. La medición de la actividad del agua y la construcción de las isotermas de adsorción se llevaron a cabo en los laboratorios de Instrumental y de Alimentos de la Universidad Nacional de Colombia Sede Manizales.

3.2 MATERIALES

Café soluble en polvo seco por aspersion elaborado por la empresa Decafé S.A, con las siguientes especificaciones de calidad:

Tabla 2. Características del café soluble.

Parámetro	Unidades	Valor
Humedad	%	< 4,0
pH		4,9+/-0,2
Acidez	milieq-NaOH/100 ml de sln	45+/-10
Color	L	24+/-2
Mesófilos	UNFC/g	<3000
Hongos y Levaduras	UNFC/g	<300

Fuente: Laboratorio de Control de Calidad. Decafé S.A.

Los empaques utilizados se muestran en la figura 3 y consistieron en tres modalidades:



Figura 3. Empaques utilizados.

- ✓ Papel Laminado: Utilizado para empaque sobres por 1,5 g. Esta compuesto por tres capas, la primera o externa es una película de poliéster impreso, la segunda, poliéster metalizado y la tercera, polietileno lineal de baja densidad. El espesor total del laminado es de 83 μm .
- ✓ Cartón con doble bolsa de polietileno: Utilizado para el empaque a granel en cajas por 45 Kg. Esta compuesto por dos bolsas de polietileno lineal de baja densidad con calibre de 75 μm cada una, en las cuales es depositado el café soluble, para luego ser introducido en una caja de cartón corrugado de doble pared con resistencia a la compresión lateral. Debido al gran tamaño de esta caja, para el

estudio de vida útil se utilizó un modelo a escala de la misma con los mismo calibres y con aproximadamente 300 g. de producto.

- ✓ Frasco de vidrio con tapa rosca y linner: Utilizado para el empaque al detal en frascos por 50 g. La tapa de rosca esta elaborada en polipropileno de 2,25 mm de calibre, en su parte interior lleva una lamina de cartón Kraft parafinado y en contacto con el café se encuentra una membrana compuesta por papel, polietileno aluminio y tintas.

3.3 EQUIPOS

Se utilizaron los siguientes equipos:

Para el almacenamiento controlado de la muestras:

- ✓ Tres estufas DIEZ de circulación forzada y control automático de temperatura ON/OFF con volúmenes de 92, 32 y 27 litros respectivamente.

Para los análisis fisicoquímicos:

- ✓ Balanza analítica Mettler AJ150 con capacidad hasta 150 g y precisión de 0,0001 g.
- ✓ Balanza Mettler Toledo PB3002 con capacidad hasta 3,2 Kg.
- ✓ Desecador infrarrojo LJ16.
- ✓ Titroprocesador SCHOTT GERATE modelo TR 156.
- ✓ Colorímetro Hunter Lab DP 9000.
- ✓ Medidor de actividad del agua NOVASINA TH 200 Thermoconstanter.

3.4 MÉTODOS DE ANÁLISIS

Durante el tiempo de almacenamiento se realizaron las siguientes pruebas:

- ❖ Fisicoquímicas y microbiológicas.
 - ✓ Humedad: Medida en desecador infrarrojo.
 - ✓ pH y Acidez: Medidos en titroprocesador.

- ✓ Color: Medida en colorímetro.
- ✓ Actividad del agua: Medida en medidor de actividad del agua. Este seguimiento se realizó, para el café empacado en laminado a 35, 30 y 25 °C, y para el café empacado en cartón y frasco de vidrio a 30 y 25 °C.
- ✓ Pruebas microbiológicas para hongos, levaduras y mesófilos.

El procedimiento y la descripción de estas pruebas se muestran en el anexo A.

❖ Sensoriales

- ✓ Pareada: Comparación entre una muestra problema y una muestra patrón que se almacenó a -10 °C para conservar su calidad sensorial. Esta prueba se realizó para determinar si la muestra problema era considerada como rechazada frente a la patrón.
- ✓ Prueba triangular: Identificación de la muestra problema para determinar si ésta es significativamente diferente del patrón.

Esta pruebas sensoriales fueron realizadas con la ayuda de un panel calificado como entrenado constituido por cinco catadores con edades entre los 26 y los 49 años.

El fin del seguimiento se consideró cuando, durante dos sesiones de catación consecutivas mas del 50 % del panel encontrara la muestra problema como rechazada frente al patrón, y que ésta misma muestra problema fuera identificada en una prueba triangular con mas del 50 % de acierto. Los formatos para las pruebas sensorial y triangular se muestran en los anexos B y C. En el anexo D se encuentran las metodologías para dichas pruebas.

3.5 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

En esta metodología se describen los procedimientos utilizados para el almacenamiento de las muestras experimentales, así como los experimentos realizados para cumplir con los objetivos planteados en el presente trabajo.

3.5.1 Experimentos acelerados de vida de anaquel

Las muestras de café soluble seco por aspersión en los tres empaques analizados fueron almacenadas en cuatro ambientes diferentes a saber:

- ✓ Ambiente 1: 40 °C y 90 % de humedad relativa.
- ✓ Ambiente 2: 35 °C y 90 % de humedad relativa.
- ✓ Ambiente 3: 30 °C y 90 % de humedad relativa.
- ✓ Ambiente 4: 25 °C y 90 % de humedad relativa.

La humedad relativa del 90 % se logro con una solución de NaCl cuya concentración fue de 2,5 mol de NaCl por cada Kg de agua ⁽¹³⁾.

3.5.2 Establecimiento de la vida de anaquel a través de un método probabilístico

Se calculó la vida de anaquel para cada condición de almacenamiento acelerado utilizando la metodología propuesta por Cantillo⁽¹⁵⁾, asumiendo como modelo probabilístico la función de riesgo de Weibull.

Se realizó una prueba de bondad de ajuste de los datos a la distribución asumida para cada condición de almacenamiento con un nivel de confiabilidad del 95 %. La prueba de bondad realizada fue la de Kolmogorov Smirnov, la cual, según la bibliografía, resulta aceptable para la distribución de Weibull ⁽⁴⁾. En el anexo E se muestra la tabla de Kolmogorov Smirnov.

3.5.2.1 Determinación de la vida de anaquel a temperatura normal

Los datos de tiempo promedio de vida de anaquel para cada condición de almacenamiento y cada empaque se ajustaron al modelo de Arrhenius. De este ajuste se determinan el factor

preexponencial, la energía de activación del modelo y el valor del parámetro Q_{10} para el café soluble en cada empaque.

Teniendo todos los parámetros arriba mencionados se calcula el tiempo promedio de vida de anaquel a 18 °C, la cual, se considera como la temperatura normal de almacenamiento.

3.5.3 Evaluación de la vida de anaquel a través de métodos fisicoquímicos

Se construyeron gráficos de la actividad del agua medida contra el tiempo de los cuales se determinó el orden de reacción y la constante de velocidad de reacción. Para el café soluble empacado en papel laminado se construyeron gráficos a 35, 30 y 25 °C y para el producto empacado en cartón a 30 y 25 °C. Los valores obtenidos de la constante de velocidad de reacción para cada temperatura y cada empaque permitieron calcular el valor de la misma a 18 °C y estimar el tiempo necesario para que la actividad del agua llegue al valor donde se haga presente el rechazo sensorial.

3.5.4 Establecimiento de la vida de anaquel dependiendo del empaque y de las condiciones de almacenamiento

Este método solo se aplicó para el café empacado en papel laminado debido a que solo para este empaque fue posible calcular, vía experimental, su permeabilidad. Consistió en la solución de un balance de materia para el agua transportada desde el ambiente hasta el interior del empaque. Para dar solución a la ecuación resultante del balance citado fue necesario la construcción de tres isotermas de adsorción de agua para el café soluble además de la determinación de la permeabilidad del empaque.

3.5.4.1 Construcción de las isotermas de adsorción

Se construyeron tres isotermas de adsorción de agua para el café soluble a 25, 30 y 35 °C utilizando el método gravimétrico sugerido por Fenema ⁽¹⁹⁾. Estas isotermas fueron

ajustadas al modelo de G.A.B para lo cual se siguió el procedimiento presentado por la bibliografía ⁽²⁰⁾. Con los valores de los parámetros del modelo de G.A.B, K , Y y M_{gm} , a cada temperatura se calculan los valores de éstos a 18 °C.

En el anexo F se muestran las sales utilizadas en la construcción de las isothermas, además de la actividad del agua suministrada por cada una de ellas.

3.5.4.2 Determinación de la permeabilidad del laminado

Para la determinación de la permeabilidad del laminado se llevaron a cabo dos experimentos a 25 y 35 °C. El método utilizado fue similar, en la medida de lo posible, al método del desecante ⁽¹⁸⁾. El procedimiento para determinar la permeabilidad del laminado consistió en la elaboración de cuatro sobres con este mismo material dentro de los cuales se depositó una cantidad conocida de CaCl_2 , estos sobres fueron introducidos en dos recipientes de vidrio (dos sobres en cada vaso), cada uno con fondo falso en cuyo interior se depositó una solución saturada de BaCl la cual genera una humedad relativa de 90 %. Finalmente estos recipientes fueron llevados a dos cámaras con control de temperatura, a 25 y 35 °C. La figura 4 muestra el montaje utilizado en esta prueba.

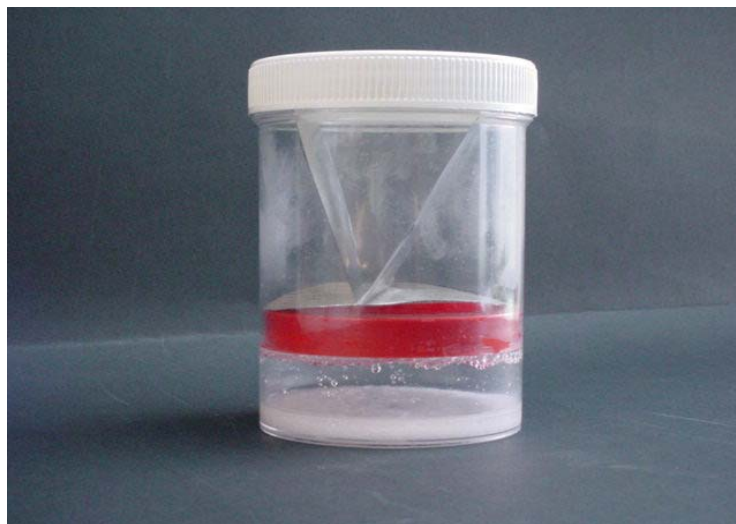


Figura 4. Montaje utilizado para medir permeabilidad del laminado.

La ganancia de agua se determino gravimetricamente, pesando los sobres en una balanza analítica. A través de un gráfico de la ganancia de peso en función del tiempo se obtuvo la transmisión de vapor de agua denotada por WTA, la cual es la razón entre la pendiente de éste grafico y el área de transferencia, y por ultimo se calcula la permeabilidad a esta temperatura mediante la siguiente expresión ⁽¹⁸⁾:

$$B = \frac{WVT * \Delta x}{\frac{p_o}{100} * (HR_1 - HR_2)} \quad (26)$$

Donde: Δx es el calibre del laminado en μm , p_o es la presión de vapor del agua pura a la temperatura del ensayo en kPa, HR_1 y HR_2 son las humedades relativas dentro y fuera del empaque.

Según lo anterior se cuenta con dos valores de permeabilidad a diferentes temperaturas, 25 y 35 °C, luego, como la dependencia de la permeabilidad se explica a través de una ecuación de Arrhenius, se grafican los valores del logaritmo natural de la permeabilidad contra el inverso de la temperatura, de la pendiente de este grafico se determina la energía de activación de este modelo y del termino independiente se calcula el factor preexponencial, teniendo así una expresión para la permeabilidad del laminado en función de la temperatura, con la cual es posible calcular la permeabilidad de este material a 18 °C. La figura 4 muestra el montaje utilizado para medir la permeabilidad.

3.5.4.3 Solución del balance de materia para el agua y cálculo de la vida de vida útil a temperatura normal

Con los valores de permeabilidad y los parámetros del modelo de G.AB. a 18 °C se da solución al balance de materia para el agua transportada desde el ambiente hasta el interior del empaque, los limites de integración en función del actividad del agua se determinan del seguimiento que se hace sobre la misma; el cual permite conocer la actividad del agua

cuando el rechazo sensorial se hace presente; y la integral resultante se haya numéricamente mediante el método de Simpson. La figura 5 muestra el diagrama de flujo para la metodología.

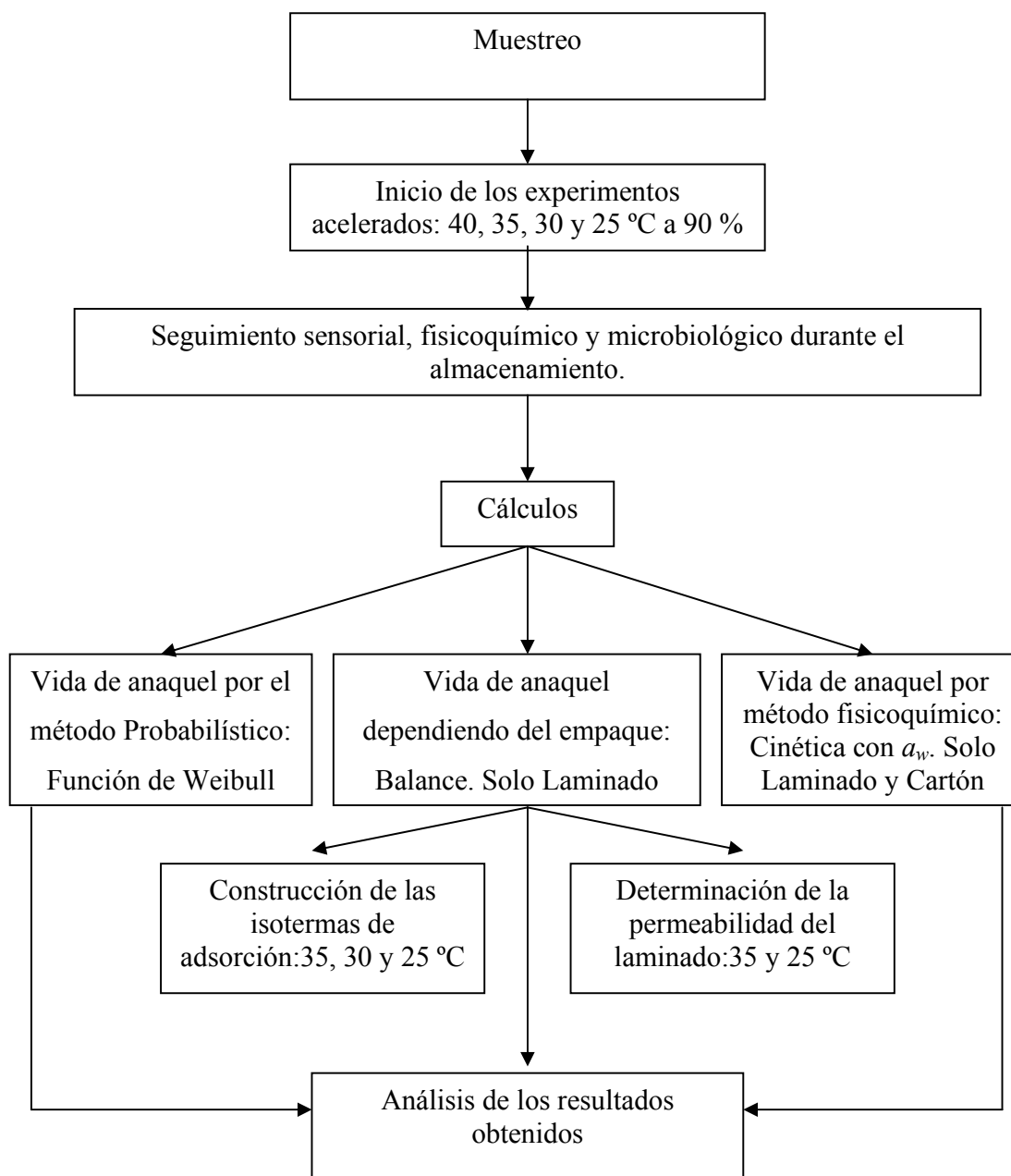


Figura 5. Diagrama de flujo del estudio de vida de anaquel.

3.5.5 Diseño experimental

El experimento de vida de anaquel obedece, con respecto al diseño experimental, a un arreglo factorial 4×3 , donde los factores son temperatura y el material de empaque, la temperatura tiene cuatro niveles 25, 30, 35 y 40 °C y el material de empaque tres Laminado, Cartón y Vidrio, además tres repeticiones para cada factor para un total de 36 ensayos. En este experimento se analizó el cambio de las variables de respuesta con respecto a los cambios de temperatura de almacenamiento para cada empaque:

✓ Variables fijas:

Humedad relativa de almacenamiento.

✓ Variables de control:

Temperatura de almacenamiento.

Tipo de empaque.

✓ Variables de respuesta:

Humedad.

pH.

Acidez.

Color.

En el anexo G se muestra el arreglo factorial para este estudio.

4 PRESENTACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1 SEGUIMIENTO SOBRE LAS VARIABLES FISICOQUÍMICAS

Los resultados del seguimiento sobre las variables fisicoquímicas se muestran en la tabla 17 del anexo H. Estos resultados permiten construir las figuras 6 a 17, las cuales muestran el comportamiento a través del tiempo de las variables fisicoquímicas seguidas para el café soluble empacado en papel laminado, cartón y vidrio.

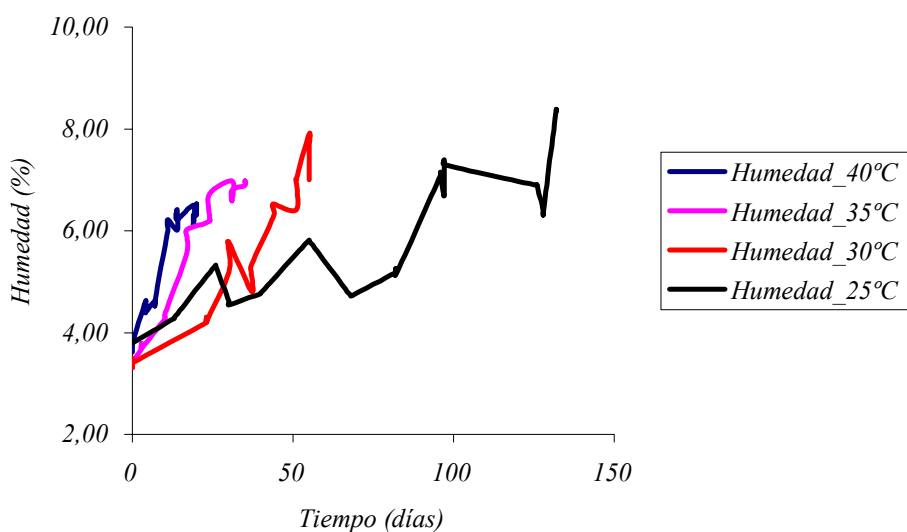


Figura 6. Contenido de humedad para el café empacado en laminado.

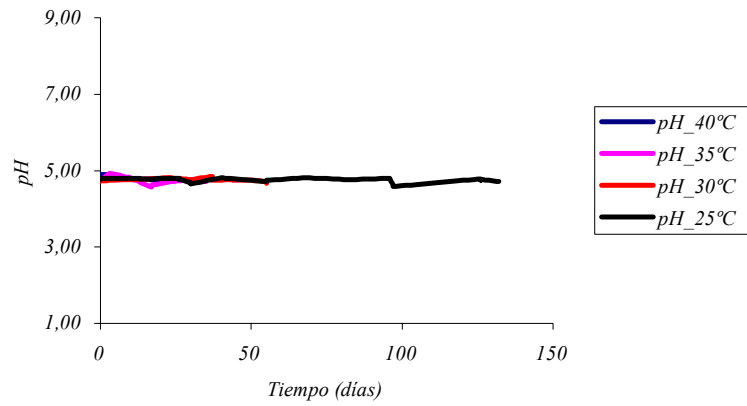


Figura 7. pH contra tiempo. Laminado.

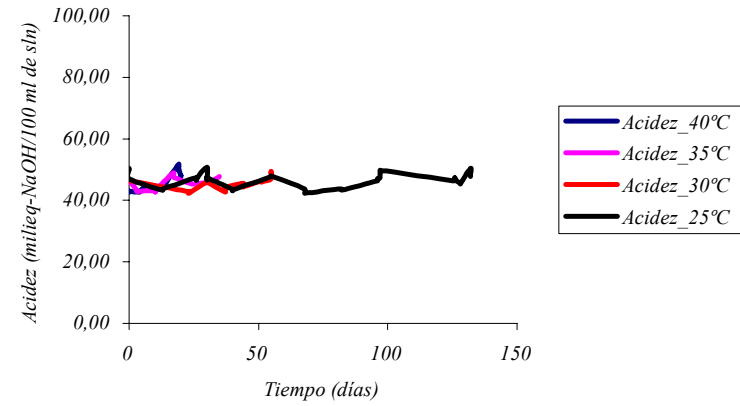


Figura 8. Acidez contra tiempo. Laminado.

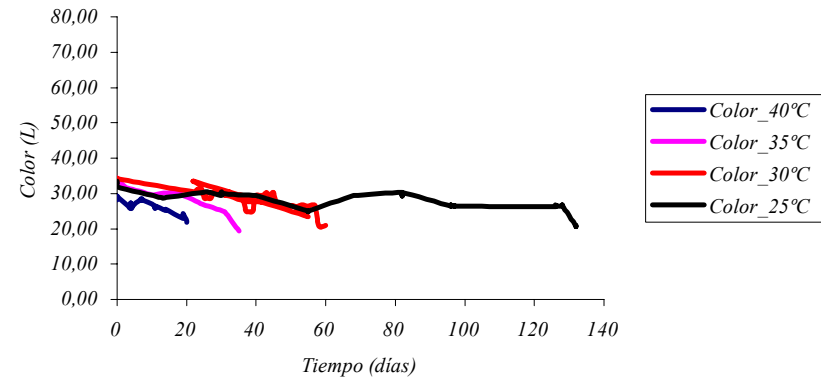


Figura 9. Color contra tiempo. Laminado.

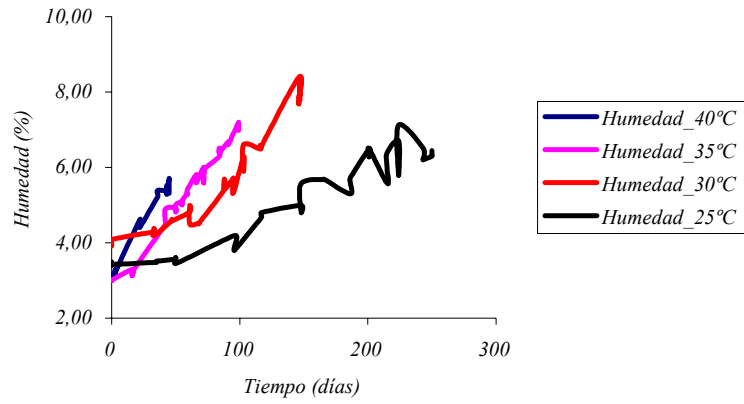


Figura 10. Humedad contra tiempo. Cartón.

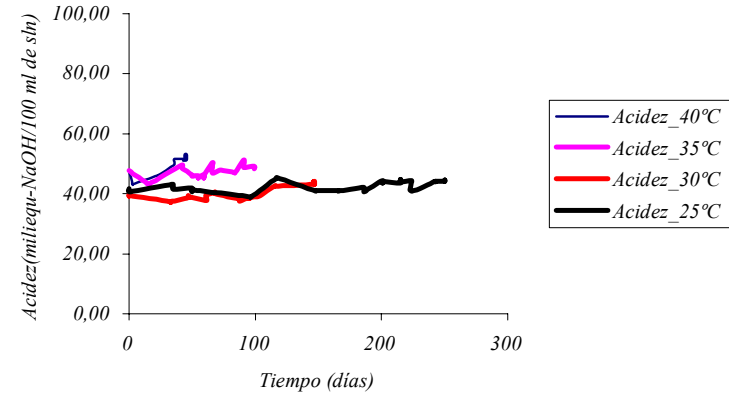


Figura 11. Acidez contra tiempo. Cartón.

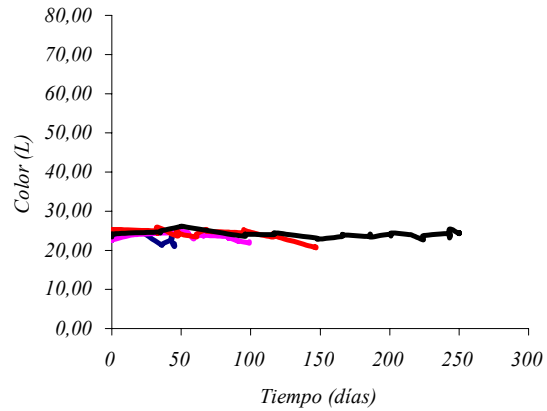


Figura 12. Color contra tiempo. Cartón.

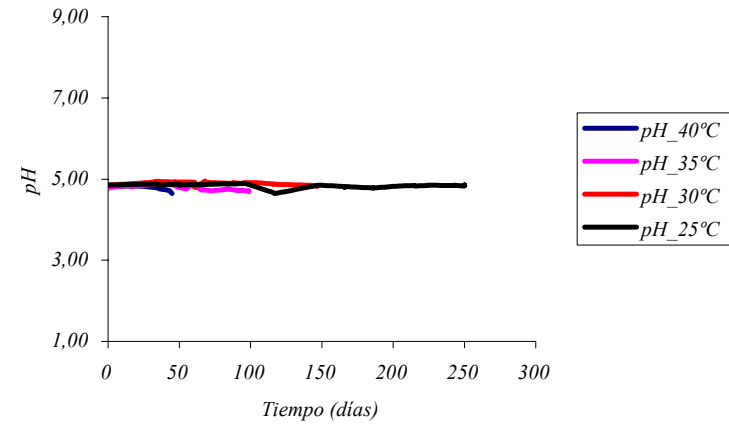


Figura 13. pH contra tiempo. Cartón.

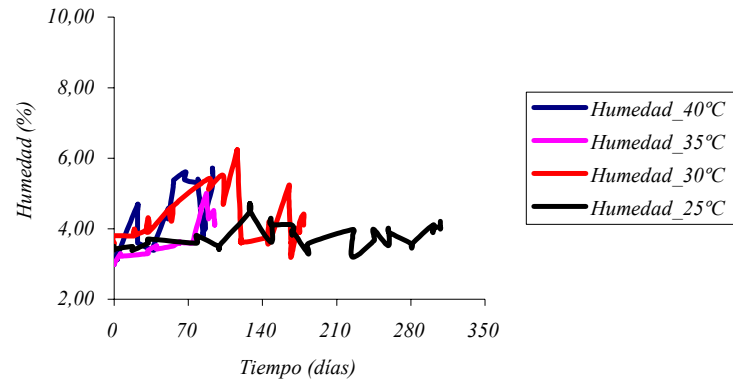


Figura 14. Humedad contra tiempo. Vidrio.

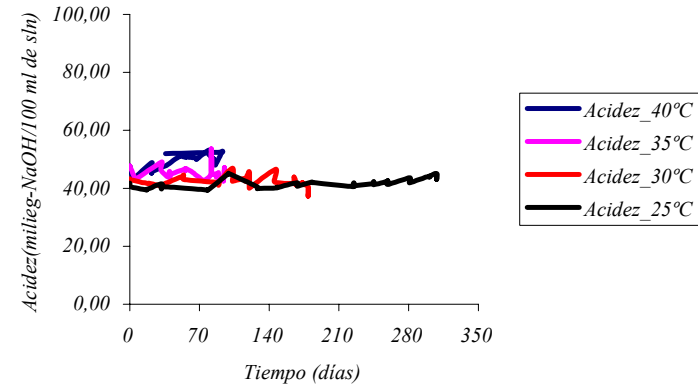


Figura 15. Acidez contra tiempo. Vidrio.

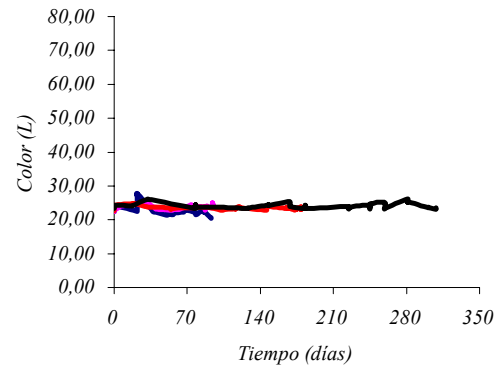


Figura 16. Color contra tiempo. Vidrio.

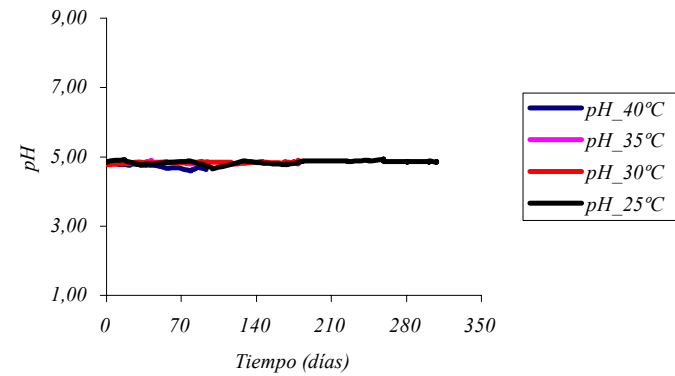


Figura 17. pH contra tiempo. Vidrio.

Las figuras 6, 7, 8 y 9 muestran el comportamiento de las variables fisicoquímicas a través del tiempo para el café soluble empacado en papel laminado. En estos gráficos se nota como el pH, la acidez y el color no muestran un cambio significativo a través del tiempo de almacenamiento. Esta situación no se cumple con la humedad la cual presentó un aumento progresivo con el paso del tiempo. Además se puede notar que la razón de cambio de esta variable con respecto al tiempo es mayor a temperaturas altas y menor a temperaturas bajas. Esta proporcionalidad se puede explicar debido al aumento de la magnitud de la permeabilidad con la temperatura. Un comportamiento similar se aprecia para el café soluble empacado en cartón lo cual se puede notar en las figuras 10 a 13.

Las figuras 14 a 17 muestran el comportamiento a través del tiempo de las variables fisicoquímicas para el café soluble empacado en vidrio. En ellas se aprecia un comportamiento similar al encontrado en las otras dos modalidades de empaque, con excepción de la humedad la cual no muestra cambios tan radicales como se mostró anteriormente, lo cual es totalmente lógico ya que la barrera presentada por este empaque es superior a la del laminado y a la del cartón.

Desde el punto de vista microbiológico el café soluble no se vio afectado durante el tiempo de experimentación bajo ninguna temperatura y en ningún empaque, lo cual está de acuerdo con la bibliografía que indica que ambientes ácidos y con bajos niveles de actividad del agua, como el café, no son aptos para la reproducción de microorganismos como los analizados en el presente trabajo. Los resultados de las pruebas microbiológicas se muestran en la tabla 18 del anexo H

Sensorialmente se encontró consenso entre los catadores con respecto a la formación de sabores y olores vinosos, así como la aparición de rancidez en el olor y el sabor, los cuales se manifestaron al final de la vida de anaquel, esta situación se generalizó para todos los empaques. El atributo sensorial más afectado por el tiempo de almacenamiento fue el aroma.

4.2 VIDA DE ANAQUEL A TRAVÉS DEL ANÁLISIS DE LA FUNCIÓN DE RIESGO DE WEIBULL

Los resultados de la evaluación sensorial realizada sobre el café soluble empacado en papel laminado y almacenado a 25 °C y 90 % de humedad relativa se muestran en la tabla 3.

Tabla 3. Resultados de la evaluación sensorial.

Días	Aceptabilidad				
0	+	+	+	+	+
13	+	+	+	+	+
26	+	+	+	+	+
30	+	+	+	+	+
40	-	+	+	+	+
40	17				
55	+	-	+	+	+
55		16			
68	+	-	+	+	+
68		15			
82	-	+	+	+	+
82	14				
96	-	-	+	+	+
96	13	12			
97	-	-	+	+	+
97	11	10			
126	-	-	+	+	+
126	9	8			
128	-	-	+	+	-
128	7	6			5
132	-	-	-	+	-
132	4	3	2		1

+ : Muestra aceptada; -: Muestra rechazada. Calificadas por un panel de 5 catadores expertos.

Los resultados de la evaluación sensorial se numeran en orden inverso de aparición como se aprecia en la tabla 3, siendo 17 el primer juicio y 1 el último. Los datos de orden inverso y el tiempo de fallo se transforman según la distribución de Weibull. Los resultados se muestran en la tabla 4.

Tabla 4. Rango y riesgo acumulado.

Rango	Tiempo (días)	H	ΣH	Log (t)	Log (H/100)
17	40	5,88	5,88	1,6021	-1,2304
16	55	6,25	12,13	1,7404	-0,9161
15	68	6,67	18,80	1,8325	-0,7259
14	82	7,14	25,94	1,9138	-0,5860
13	96	7,69	33,63	1,9823	-0,4732
12	96	8,33	41,97	1,9823	-0,3771
11	97	9,09	51,06	1,9868	-0,2919
10	97	10,00	61,06	1,9868	-0,2143
9	126	11,11	72,17	2,1004	-0,1416
8	126	12,50	84,67	2,1004	-0,0723
7	128	14,29	98,96	2,1072	-0,0046
6	128	16,67	115,62	2,1072	0,0630
5	128	20,00	135,62	2,1072	0,1323
4	132	25,00	160,62	2,1206	0,2058
3	132	33,33	193,96	2,1206	0,2877
2	132	50,00	243,96	2,1206	0,3873
1	132	100,00	343,96	2,1206	0,5365

La figura 18 muestra un gráfico del logaritmo del riesgo acumulado contra el logaritmo del tiempo de fallo. La pendiente y el intercepto de esta recta permiten calcular los valores de los parámetros α y β :

$$\beta = \frac{1}{0,3013} = 3,3190 \quad \text{y} \quad \alpha = 10^{2,0625} = 115,4782$$

Con los valores de α y β se calculan el valor esperado, utilizando la ecuación (14) de la revisión bibliográfica, lo que da como resultado:

$$E(t) = 115,4782 * \Gamma \left[1 + \frac{1}{3,3190} \right] = 104 \text{ dias}$$

Para una significancia del 95 % se calcula el intervalo de confianza para la inferencia del valor medio dando como resultado que:

$$97 \leq 104 \leq 110$$

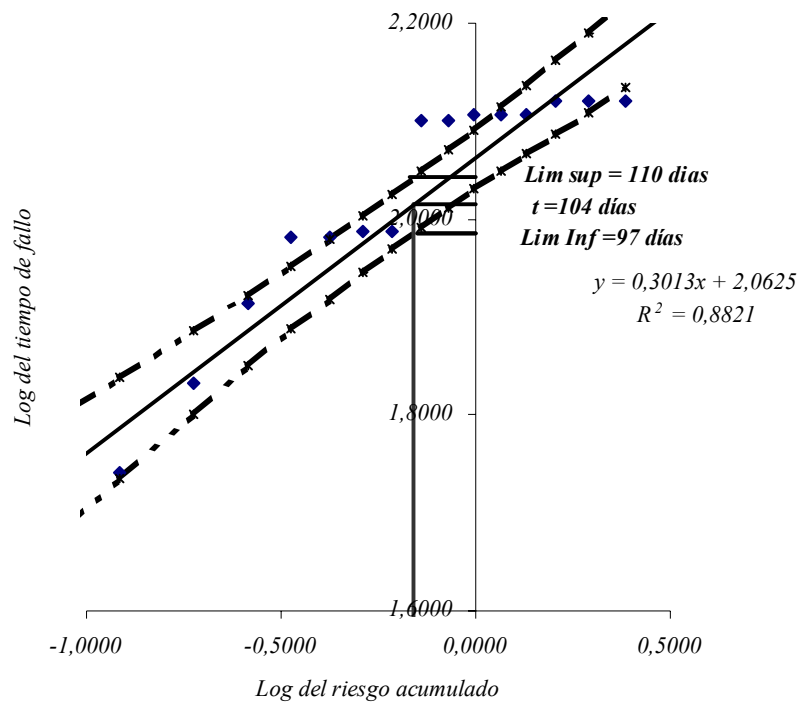


Figura 18. Gráfico del riesgo de Weibull.

Lo anterior significa que pasados 104 días de almacenamiento a 25 °C y 90 % de humedad relativa, el café empacado en papel laminado tendrá una probabilidad del 50 % de ser rechazado por el panel.

4.2.1 Prueba de bondad de ajuste

La tabla 5 muestra los resultados de la prueba de bondad de ajuste realizada sobre la distribución de Weibull para el café soluble empacado en papel laminado.

Tabla 5. Resultados de la prueba de bondad de ajuste.

Tiempo (días)	Frecuencia esperada	Frecuencia observada	Diferencia
40	0,0292	0,0571	0,0279
55	0,0817	0,1143	0,0325
68	0,1584	0,1714	0,0130
82	0,2746	0,2285	0,0461
96	0,4182	0,2856	0,1326
96	0,4182	0,3427	0,0755
97	0,4291	0,3999	0,0293
97	0,4291	0,4570	0,0278
126	0,7370	0,5141	0,2229
126	0,7370	0,5712	0,1658
128	0,7552	0,6283	0,1269
128	0,7552	0,6853	0,0699
128	0,7552	0,7424	0,0128
132	0,7896	0,7994	0,0098
132	0,7896	0,8562	0,0667
132	0,7896	0,9128	0,1232
132	0,7896	0,9679	0,1783

En esta tabla, la columna 1 muestra los tiempos de fallo, la columna 2 muestra los valores de la frecuencia esperada $F(t_e)$ según la distribución de Weibull evaluada en el tiempo de fallo.

$$F(t_e) = 1 - e^{-\left[\frac{t}{\alpha}\right]^\beta} \quad (27)$$

La columna 3 muestra los valores de riesgo acumulado convertidos en frecuencias observadas $F(t_o)$.

$$F(t_o) = 1 - e^{-H(t)} \quad (28)$$

Por ultimo, la columna 4 muestra la diferencia absoluta entre estas dos frecuencias. La máxima diferencia encontrada entre estas dos frecuencias es 0,2229. Del anexo E, con n igual a 17 y con una significancia del 5 % se tiene que la diferencia máxima permitida es de 0,3180, la cual es mayor que la diferencia máxima encontrada, por lo tanto se acepta la hipótesis de que los datos de tiempo de fallo se ajustan a la distribución de Weibull.

Los cálculos anteriores se repiten para cada empaque y para cada condición de almacenamiento utilizando los datos sensoriales reportados en las tablas 19 a 29 del anexo H. Los resultados se muestran en la tabla 6.

Tabla 6. Tiempos de vida de anaquel calculados a través de la función de Weibull.

Empaque	Temperatura (°C)	Tiempo (días)
Laminado	25	$97 \leq 104 \leq 110$
	30	$40 \leq 44 \leq 48$
	35	$26 \leq 28 \leq 31$
	40	$15 \leq 16 \leq 17$
Cartón	25	$216 \leq 224 \leq 234$
	30	$110 \leq 111 \leq 120$
	35	$68 \leq 69 \leq 72$
	40	$37 \leq 45 \leq 53$
Vidrio	25	$284 \leq 302 \leq 330$
	30	$134 \leq 143 \leq 153$
	35	$85 \leq 94 \leq 99$
	40	$46 \leq 59 \leq 71$

Los tiempos de fallo y el riesgo acumulado para cada temperatura y cada empaque se ajustaron satisfactoriamente a la distribución de Weibull; lo cual fue corroborado por las

pruebas de bondad de ajuste; además todos los valores del factor de forma β estuvieron dentro del rango insesgale de $2 < \beta < 4$ lo cual asegura predicciones del tiempo de vida de anaquel mas precisas ⁽²⁶⁾. En la tabla 6 se nota como los tiempos de vida a cada temperatura son siempre inferiores para el producto empacado en laminado y mayores para él empacado en vidrio.

4.2.2 Predicción de la vida de anaquel del café soluble a temperatura ambiente a través del modelo de Arrhenius

La figura 19 muestra un gráfico del logaritmo natural del tiempo de vida de anaquel contra el inverso de la temperatura absoluta para el café empacado en papel laminado.

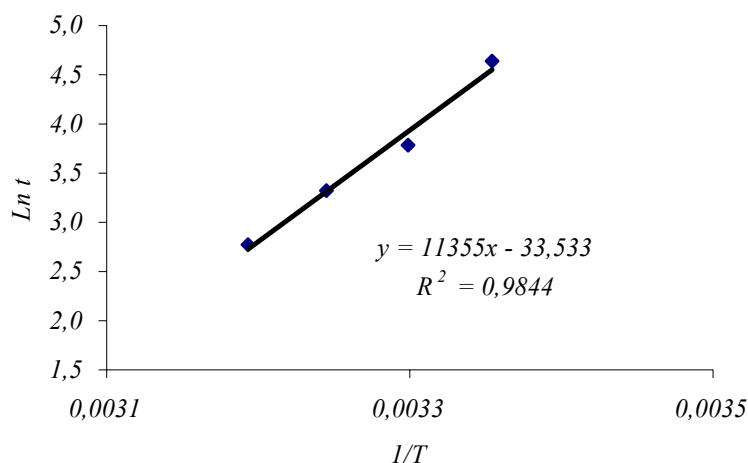


Figura 19. Gráfico de vida de anaquel, $\ln t$ Vs. $1/T$ (K^{-1}).

Este gráfico corresponde a la linealización del modelo de Arrhenius, el cual esta representado por la siguiente expresión:

$$t_S = t_0 * e^{-\frac{E_A}{R} \left[\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T_S} \right]} \quad (1)$$

La pendiente y el intercepto de esta recta permiten calcular los valores de los parámetros E_A y t_0 :

$$E_A = 11355 * R = 11355 * 1,986 \frac{\text{Cal}}{\text{mol}} = 24118 \frac{\text{Cal}}{\text{mol}} \quad \text{y} \quad t_0 = e^{-33,533} = 2,7340 * 10^{-15}$$

Con estos valores se puede predecir el tiempo de vida de anaquel para el café soluble empacado en papel laminado a cualquier temperatura de almacenamiento y a 90 % de humedad relativa. Para Decafe S.A, la temperatura normal de almacenamiento podría fijarse alrededor de 18 °C, para esta temperatura el valor esperado de tiempo de vida de anaquel para el café soluble en cuestión puede calcularse reemplazando los valores de energía de activación y del factor preexponencial en la ecuación 1:

$$t_{18^\circ\text{C}} = 2,7340 * 10^{-15} * e^{\frac{24118 * \left[\frac{1}{298,15+18} \right]}{1,986}} = 279 \text{ días}$$

4.2.3 Cálculo del parámetro Q_{10}

La figura 20 muestra un gráfico del logaritmo natural del tiempo de vida de anaquel para el café soluble empacado en papel laminado contra la temperatura en grados centígrados.

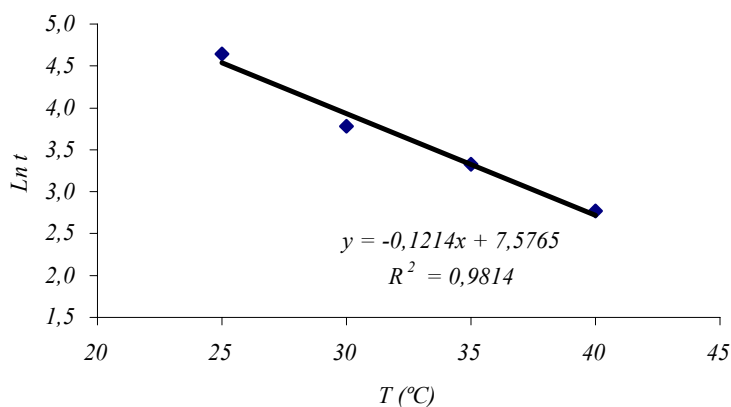


Figura 20. Gráfico de vida de anaquel, $\text{Ln } t$ Vs. T (°C).

A partir de la pendiente de esta recta se puede calcular el parámetro Q_{10} :

$$Q_{10} = e^{10*b} = e^{10*(0,1224)} = 3,4$$

De igual forma se calculan los valores de E_A y Q_{10} para el café soluble empacado en cartón y vidrio, así como los tiempos de vida de anaquel a 18 °C, estos resultados se muestran en la tabla 7.

Tabla 7. Valores de Q_{10} , E_A y tiempos de vida de anaquel a 18 °C y 90 % de HR.

Empaque	Q_{10}	E_A (Cal/mol)	Tiempo 18 °C (días)
Laminado	3,40	24118	279
Cartón	2,76	19686	466
Vidrio	2,90	19798	624

Como puede observarse en las figuras 19 y 20, la influencia de la temperatura sobre el tiempo de vida de anaquel es explicada satisfactoriamente por la ley de Arrhenius.

Los resultados muestran que, entre los empaques utilizados, el vidrio es quien mayor tiempo de vida de anaquel ofrece, siendo superior en un 55,3 % con respecto al ofrecido por el laminado y en un 25,3 % con respecto al suministrado por el cartón.

Los tiempos de vida de anaquel reportados comercialmente para el café soluble a condiciones normales de almacenamiento en los empaques tratados en este estudio se muestran en la tabla 8.

Tabla 8. Comparación entre los tiempos de vida de anaquel: Reportada-Weibull.

Empaque	Tiempo reportado comercialmente (días)	Tiempo calculado en el presente estudio (días)	Diferencia (%)
Laminado	360	279	22,5
Cartón	540	466	13,7
Vidrio	720	624	13,4

En esta tabla se reportan las diferencias porcentuales entre los tiempos reportados comercialmente en el ámbito local y los tiempos calculados en el presente estudio. Las diferencias encontradas no son muy grandes teniendo en cuenta que los tiempos calculados en el presente trabajo tienen como referencia 18 °C y 90 % de humedad relativa como condiciones de almacenamiento, mientras que la vida de anaquel reportada en la bibliografía no considera una humedad relativa de 90 % como una condición normal de almacenamiento, sino que por el contrario utiliza humedades alrededor del 80-70 %.

4.3 VIDA DE ANAQUEL A TRAVÉS MÉTODOS FISICOQUÍMICOS

La tabla 9 muestra los valores de actividad del agua medidos a través del tiempo para el café soluble empacado en papel laminado. Gráficamente se encontró que los datos del seguimiento de a_w en función del tiempo se ajustan mejor a una reacción de primer orden ⁽⁷⁾.

Tabla 9. Actividad del agua medida al café soluble empacado en papel laminado.

25 °C		30 °C		35 °C	
Tiempo (días)	a_w	Tiempo (días)	a_w	Tiempo (días)	a_w
0	0,199	0	0,202	0	0,202
27	0,214	24	0,231	11	0,262
41	0,235	31	0,264	18	0,309
55	0,251	38	0,313	25	0,354
68	0,270	45	0,340	32	0,396
83	0,318	51	0,348	39	0,449
97	0,360	59	0,455	---	---
132	0,455	---	---	---	---

La figura 21 muestra un gráfico de $\ln(a_w/a_{w0})$ contra el tiempo a 25 °C.

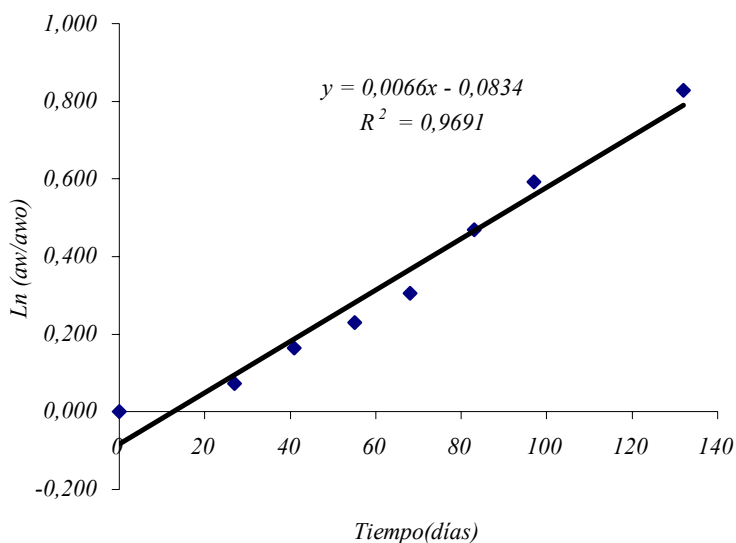


Figura 21. Ajuste de los datos cinéticos a una reacción de primer orden.

La pendiente de esta recta es equivalente a la constante de velocidad de reacción k a 25 °C. De forma similar se obtienen los valores de la constante de reacción a las otras temperaturas para el laminado y el cartón, utilizando los datos de seguimiento de la a_w que se reportan en la tabla 27 del anexo H. La tabla 10 muestra los resultados obtenidos.

Tabla 10. Constantes de velocidad de reacción.

Empaque	$K(\text{Unidades de } a_w^{-1})$		
	25 °C	30 °C	35 °C
Laminado	0,0066	0,0134	0,0204
Cartón	0,0032	0,0047	-----

La figura 22 es un gráfico del logaritmo natural de k contra el inverso de la temperatura.

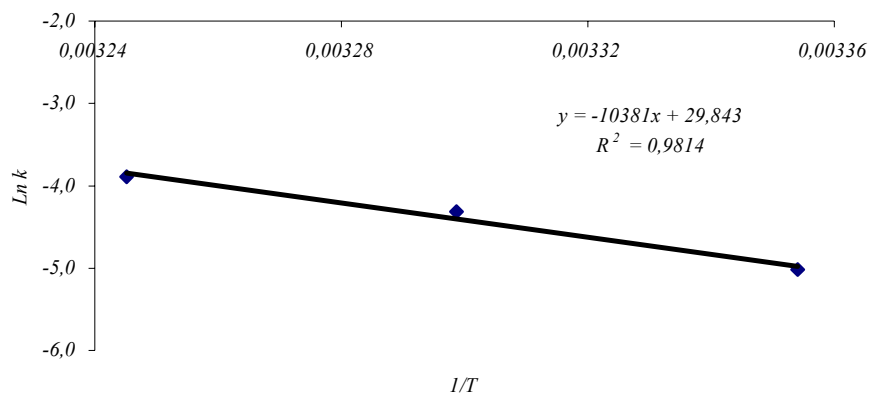


Figura 22. Variación de la constante de velocidad de reacción k , con la temperatura.

A partir de la pendiente de este gráfico y del término independiente se calculan la energía de activación y el factor preexponencial.

$$E_A = 10381 * R = 10381 * 1,986 \frac{\text{Cal}}{\text{mol}} = 20616,67 \frac{\text{Cal}}{\text{mol}} \quad \text{y} \quad k_0 = e^{29,843} = 9,1338 * 10^{12} (\text{dias})^{-1}$$

La solución de la ecuación (4) de la revisión bibliográfica para n igual a 1 y haciendo A igual a_w , da como resultado la siguiente expresión:

$$\text{Ln} \left[\frac{a_w}{a_{wo}} \right] = k * t \quad (34)$$

Esta ecuación puede resolverse para calcular el tiempo necesario para que la actividad del agua llegue a cierto valor inaceptable a cierta temperatura. Los valores de energía de activación y factor preexponencial calculados arriba permiten calcular el valor de la constante de reacción a 18 °C:

$$k_{18^\circ\text{C}} = 9,1338 * 10^{12} * e^{\left[\frac{-20616,67 * \left(\frac{1}{273,15+18} \right)}{1,986} \right]} = 2,991 * 10^{-3} \text{ dias}^{-1}$$

Reemplazando en la ecuación (34) con valores iniciales y finales de a_w de 0,2 y 0,45 respectivamente y resolviendo para t se tiene que:

$$t = \frac{\text{Ln} \left[\frac{0,45}{0,2} \right]}{2,99 * 10^{-3} \text{ dias}^{-1}} = 271 \cdot \text{dias}$$

Los valores inicial y final de a_w para el laminado se obtienen del seguimiento que se hace de esta variable paralelo al seguimiento sensorial, lo cual permite conocer el valor de la actividad del agua cuando una muestra de café es rechazada por mas del 50 % del panel durante dos sesiones de catación consecutivas y además es identificada en una prueba triangular con mas del 50 % de acierto. De igual forma se calcula el tiempo de vida de anaquel para el café soluble empacado en cartón obteniéndose un valor de:

$$t = \frac{\text{Ln} \left[\frac{0,35}{0,15} \right]}{1,9 * 10^{-3} \text{ dias}^{-1}} = 456 \cdot \text{dias}$$

Los datos cinéticos de a_w en función del tiempo se ajustaron mejor a un modelo cinético de primer orden que a uno de orden cero, lo cual se determinó con el factor de correlación encontrado para cada ajuste mostrando que para la cinética de primer orden éste factor fue mas cercano a uno. Para el café soluble empacado en vidrio no se notó una relación cinética aceptable entre la actividad del agua y el tiempo, esto debido al poco cambio observado en esta propiedad. Los tiempos de vida de anaquel encontrados por este método y su comparación con los reportados comercialmente se muestran en la tabla 11.

Tabla 11. Comparación de tiempos de vida de anaquel: Reportada-Fisicoquímica.

Empaque	Tiempo reportado en la bibliografía (días)	Tiempo calculado en el presente estudio (días)	Diferencia (%)
Laminado	360	271	24,7
Cartón	540	456	15,6

Las diferencias entre estos tiempos de vida de anaquel son pequeñas, teniendo en cuenta que los tiempos calculados tienen como condición de almacenamiento 18 °C y 90 % de humedad relativa, lo cual como se mencionó arriba, no se cumple para los datos reportados en la bibliografía los cuales tienen como referencia humedades relativas de almacenamiento entre el 80-70 %.

4.4 VIDA DE ANAQUEL DEPENDIENDO DEL EMPAQUE Y DE LAS CONDICIONES DE ALMACENAMIENTO

Para realizar este cálculo es necesario resolver el balance de materia propuesto por la ecuación (25), para lo cual se deben conocer los parámetros de G.A.B a 18 °C, al igual que la permeabilidad.

4.4.1 Ajuste de las isothermas de adsorción de agua al modelo de G.A.B

La tabla 12 muestran los datos de adsorción de agua obtenidos experimentalmente y que permiten el trazado de las diferentes isothermas de adsorción para el café soluble.

Tabla 12. Contenido de humedad en base seca.

a_w	Humedad en base seca. (m)		
	25 °C	30 °C	35 °C
0,1115	0,0144	0,0122	0,0109
0,3273	0,0601	0,0508	0,0378
0,4380	0,0926	0,0712	0,0559
0,5286	0,1360	-----	0,0808
0,5770	0,1689	0,1192	0,1027
0,7083	0,3260	0,2295	-----
0,7532	0,4300	0,3292	0,2421
0,8432	0,9509	0,6296	0,3592
0,9026	-----	1,4947	-----

Estas isothermas tuvieron un comportamiento acorde con lo reportado en la bibliografía, en donde se encuentra que la capacidad de adsorción de agua en equilibrio, para un alimento

disminuye con el aumento de la temperatura ⁽³³⁾. La figura 23 muestra un gráfico de las isotermas construidas donde se puede apreciar lo expuesto arriba.

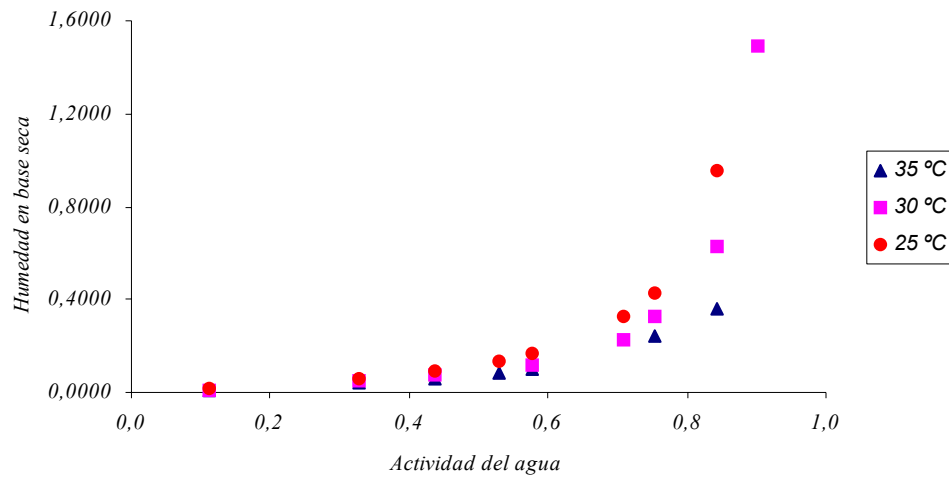


Figura 23. Isotermas de adsorción de agua experimental para el café soluble.

Los datos de actividad del agua y contenido de humedad en base seca deben ser transformados para ajustarse al modelo de G.A.B. Con los datos de adsorción a 25 °C se construye la figura 24, que muestra un gráfico de a_w/m contra a_w , el cual es ajustado a una ecuación de segundo orden.

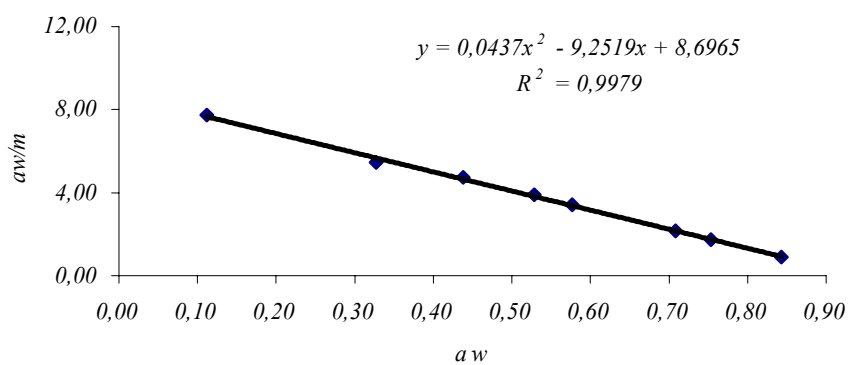


Figura 24. Linealización del modelo de G.A.B a 25 °C.

Como muestra la bibliografía ⁽²⁰⁾, los coeficientes de esta expresión y los parámetros del modelo de G.A.B se relacionan a través de las siguientes expresiones:

$$\frac{a_w}{m} = A * a_w^2 + B * a_w + C \quad (29)$$

$$K = \frac{(\sqrt{B^2 - 4 * A * C}) - B}{2 * C} \quad (30) \quad Y = \frac{B}{C * K} + 2 \quad (31) \quad M_{gm} = \frac{1}{E * K * Y} \quad (32)$$

Reemplazando los valores de los coeficientes de la expresión que se encuentran sobre la figura 24 y resolviendo las ecuaciones se tiene que:

$$K_{25^\circ C} = 1,0591 \quad Y_{25^\circ C} = 0,9955 \quad M_{gm 25^\circ C} = 0,1091$$

Estos cálculos se repiten para las isotermas de 30 y 35 °C y los resultados se muestran en la tabla 13.

Tabla 13. Parámetros del modelo de G.A.B para el café soluble.

Temperatura (°C)	<i>K</i>	<i>Y</i>	<i>M_{gm}</i>
25	1,0591	0,9955	0,1091
30	1,0532	1,2808	0,0758
35	1,0377	1,5792	0,0560

El ajuste de estas isotermas al modelo de G.A.B fue bastante satisfactorio encontrándose factores de correlación de 0,9995, 0,9996 y 0,9802 para las curvas a 25, 30 y 35 °C respectivamente. Los resultados de la tabla 13 permiten calcular los parámetros de G.A.B a 18 °C. La figura 25 muestra un gráfico del logaritmo natural de *K* contra el inverso de la temperatura absoluta. La pendiente y el intercepto de esta recta permiten calcular los valores de los parámetros β y ΔH_k :

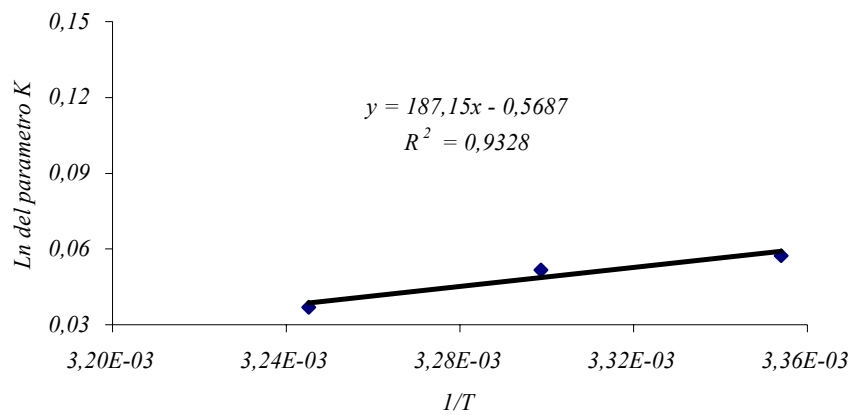


Figura 25. Variación del parámetro K con la temperatura.

$$\beta = e^{-0,5687} = 0,5663 \quad y$$

$$\Delta H_k = 187,1500K * R = 187,1500K * 0,4619 \frac{Kj}{Kg * K} = 86,4446 \frac{Kj}{Kg}$$

Estos cálculos se repiten para los parámetros Y y M_{gm} . Los resultados se muestran en la tabla 14.

Tabla 14. Valores de α , β , γ , ΔH_y , ΔH_k y Ω para el café soluble.

Parámetro	α	β	γ	ΔH_y (Kj/Kg)	ΔH_k (Kj/Kg)	Ω
Valor	$1,5060 * 10^6$	0,5663	$1,2597 * 10^{-10}$	-1958,8717	86,4446	2832,9251

4.4.2 Determinación de la permeabilidad al vapor de agua a través laminado

La figura 26 muestra un gráfico de la humedad promedio ganada a través del tiempo a 25 °C para el papel laminado, los datos para la construcción de este gráfico aparecen en la tabla 29 del anexo H.

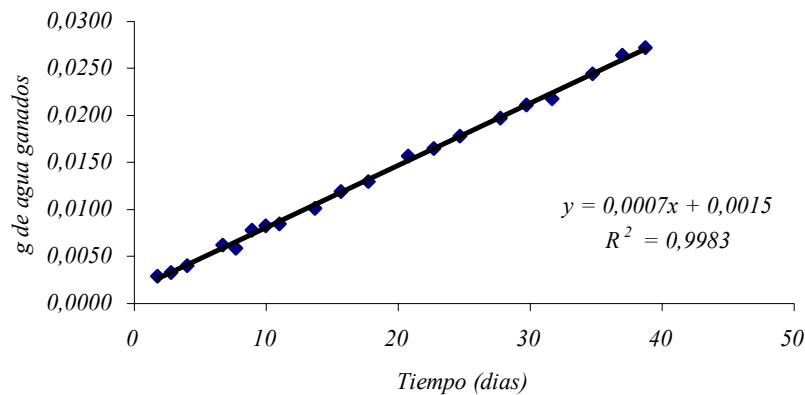


Figura 26. Humedad transportada a través del papel laminado a 25 °C.

De la pendiente de esta recta se calcula la permeabilidad de este material a 25 °C utilizando la expresión reportada en la norma E-96⁽¹⁸⁾:

$$B = \frac{\frac{b}{A} * \Delta x}{\frac{P_o}{100} * (HR_1 - HR_2)} \quad (33)$$

Donde b es la pendiente de la figura 26, A es el área dispuesta por el empaque para la transferencia de vapor de agua, Δx es el espesor del laminado, p_o es la presión de vapor del agua pura a la temperatura a la cual se hace el experimento, y HR_1 y HR_2 son la humedades relativas fuera y dentro del empaque, que en este caso son 90 y 0 % respectivamente. Reemplazando estas cantidades en la expresión (33) se tiene que:

$$B_{25^{\circ}C} = \frac{\frac{0,0007 \frac{g}{dia}}{0,0049 m^2} * 83 \mu m}{\frac{3166 Pa}{100} * (90 - 0)} = 4,1214 * 10^{-3} \frac{g * \mu m}{m^2 * dia * Pa}$$

De igual forma se calcula la permeabilidad del laminado a 35 °C:

$$B_{35^{\circ}\text{C}} = 6,8125 * 10^{-3} \frac{\text{g} * \mu\text{m}}{\text{m}^2 * \text{dia} * \text{Pa}}$$

La figura 27 muestra un grafico del logaritmo natural de la permeabilidad con respecto al inverso de la temperatura absoluta.

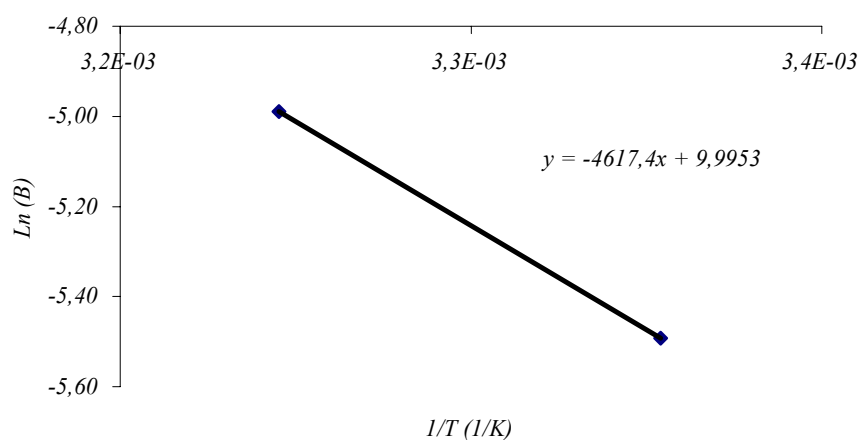


Figura 27. Variación de la permeabilidad del papel laminado con la temperatura.

A partir de la pendiente de esta recta se calcula la energía de activación para la permeabilidad y el factor preexponencial.

$$E_A = -4617,4 * R = 9170,1564 \frac{\text{Cal}}{\text{mol}} \text{ y } B_o = e^{9,9953} = 21923,1843 \frac{\text{g} * \mu\text{m}}{\text{m}^2 * \text{dia} * \text{Pa}}$$

Los resultados anteriores permiten calcular la permeabilidad del laminado a 18 °C.

Los experimentos de permeabilidad se llevaron a cabo durante 42 días aproximadamente encontrándose que los datos de ganancia de peso obtenidos se ajustaron satisfactoriamente

a una línea recta con factores de correlación para 25 y 35 °C de 0,9985 y 0,9981 respectivamente lo cual esta de acuerdo con la bibliografía ⁽¹⁸⁾.

4.4.3 Solución del balance de materia para el agua transportada

El balance de materia representado por la ecuación (25) de la revisión bibliográfica se resolvió para una condición de almacenamiento de 18 °C y 90 % de humedad relativa, la tabla 15 muestra los valores de los parámetros necesarios para dar solución a este balance a esta temperatura.

Tabla 15. Parámetros del modelo de G.A.B y permeabilidad del laminado a 18 °C.

$K_{18\text{ °C}}$	$Y_{18\text{ °C}}$	$M_{gm18\text{ °C}}$	$B_{18\text{ °C}}$ $\left(\frac{g * \mu m}{m^2 * dia * Pa}\right)$	$p_{o\ 18\text{ °C}}$ (Pa)	Δx (μm)	A (m^2)	W_s (g)	a_{we}
1,0769	0,711	0,1774	0,0028	2076	83	$4,6 * 10^{-3}$	1,446	0,9

Los límites de integración para el balance se toman de la tabla 9, dando lugar a un valor inicial de la actividad del agua de 0,2 y un valor final de 0,45, reemplazando en la ecuación (32) se tiene que:

$$\int_{0,20}^{0,45} \frac{1 - 0,3352 * a_w^2}{(0,9 - a_w) * (1 - 0,3112 * a_w)} * da_w = \frac{2076 Pa * 0,0028 \frac{g * \mu m}{m^2 * dia * Pa} * 4,6 * 10^{-3} m^2}{0,1774 * 0,711 * 1,0769 * 83 \mu m * 1,446 g} * t$$

La integral del lado izquierdo se resuelve por el método de Simpson obteniéndose un valor de 315 días. Este tiempo es un 87,5 % del reportado comercialmente para el café soluble empacado en el papel laminado utilizado en este estudio.

4.5 ANÁLISIS DE RESULTADOS

Análisis de varianza para las variables fisicoquímicas

Se analizó la influencia de los factores temperatura y empaque sobre las variables de respuesta: Humedad, pH, acidez y color; a través del análisis de varianza correspondiente al diseño experimental planteado en la metodología, de lo cual se deduce que:

Humedad: Se encontró que tanto la Temperatura y el Empaque, como la interacción de ambos factores tienen efecto estadísticamente significativo sobre la humedad a un nivel de confianza del 95 %. Con respecto a la influencia de cada empaque sobre esta variable se puede decir que el laminado es el quien presenta mayor influencia (mayor valor promedio de humedad para el café soluble) seguido en orden descendente por el cartón y el vidrio. La Temperatura tiene en general una influencia homogénea sobre la humedad. La tabla 34 en el anexo H muestra los resultados estadísticos.

pH: Se encontró que tanto la Temperatura y el Empaque, como la interacción de ambos factores tienen efecto estadísticamente significativo sobre ésta variable a un nivel de confianza del 95 %. Con respecto a la influencia de la Temperatura se puede decir que los valores promedio de pH fueron menores para las temperaturas altas (40 y 35 °C) y mayores para las temperaturas bajas (30 y 25 °C). El Empaque tiene en general una influencia homogénea sobre ésta variable. La tabla 35 en el anexo H muestra los resultados estadísticos para el pH.

Acidez: Se encontró que tanto la Temperatura y el Empaque, como la interacción de ambos factores tienen efecto estadísticamente significativo sobre la acidez a un nivel de confianza del 95 %. Con respecto a la influencia de la Temperatura se puede decir que los valores promedio de Acidez fueron menores para las temperaturas bajas (25 y 30 °C) y mayores para las temperaturas altas (35 y 40 °C). El Empaque tiene en general una influencia

homogénea sobre ésta variable. La tabla 36 en el anexo H muestra los resultados estadísticos para la acidez.

Color: Se encontró que la Temperatura y el Empaque tienen efecto estadísticamente significativo sobre la humedad a un nivel de confianza del 95 %, lo cual no sucede con la interacción entre ambos factores (Valor P de 0,1574 > 0,05). Los valores promedio de esta variable se vieron afectados de forma homogénea por los factores Temperatura y Empaque. La tabla 37 en el anexo H muestra los resultados estadísticos para esta variable.

Métodos de estimación de la vida de anaquel

Los tiempos de vida de anaquel calculados por los diferentes métodos muestran que existe gran concordancia entre los resultados obtenidos por los métodos fisicoquímico y probabilístico, ya que la diferencia entre estos valores para el café soluble empacado en papel laminado fue de apenas 2,87 % (279-271 días) y para el producto empacado en cartón esta diferencia fue de 2,14 % (466-456 días). Con respecto al último método, se tiene que el valor obtenido para el café soluble empacado en papel laminado es 11,43 % mayor que el obtenido por el método estadístico (315-279 días) y 13,97 % mayor que el obtenido por el método fisicoquímico (315-271 días). La tabla 16 muestra los tiempos de vida de anaquel obtenidos para cada empaque por cada método a 18 °C y 90 % de humedad relativa.

Tabla 16. Tiempos de vida de anaquel obtenidos en el presente trabajo.

Empaque	Método estadístico	Método fisicoquímico	Solución del balance
Laminado	279	271	315
Cartón	466	456	----
Vidrio	624	----	----

A pesar de que los resultados obtenidos indican que el tiempo de vida de anaquel obtenido mediante la solución del balance de materia para el agua transportada es ligeramente diferente al obtenido por los otros dos métodos, esta última manera de estimar la vida de

anaquel es sustancialmente mas versátil que los otros dos ya que éste permite analizar la influencia de variables diferentes a la temperatura, como son la cantidad de alimento en el interior del empaque, el área de transferencia, el calibre del laminado y la humedad relativa de almacenamiento entre otras. Por ejemplo resolviendo el balance para una humedad relativa de 80 %, ósea un valor de a_{we} de 0,8 se obtiene un valor de tiempo de vida de anaquel de 384 días, el cual es apenas un 6,25 % mayor que el reportado.

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- ✓ El tiempo de vida de anaquel para el café soluble empacado en papel laminado se determinó a través de tres métodos; estadístico, fisicoquímico y mediante la solución del balance de materia para el agua transportada desde el ambiente hasta el interior del empaque; obteniendo valores de 279, 271 y 315 días respectivamente a una condición de almacenamiento de 18 °C y 90 % de humedad relativa.
- ✓ El tiempo de vida de anaquel para el café soluble empacado en cartón se obtuvo por medio de dos métodos; estadístico y fisicoquímico; obteniendo valores de 466 y 456 días respectivamente a una condición de almacenamiento de 18 °C y 90 % de humedad relativa.
- ✓ El tiempo de vida de anaquel para el café soluble empacado en vidrio se estimó a través de un método estadístico encontrando un tiempo de 624 días a una condición de almacenamiento de 18°C y 90 % de humedad relativa.
- ✓ La comparación entre los tiempos de vida de anaquel obtenidos en el presente estudio muestran que es el vidrio el material que ofrece mayor esperanza de vida al café soluble.
- ✓ Es seguimiento de las variables fisicoquímicas y microbiológicas a través del tiempo mostró que la humedad y la actividad del agua son las variables que mas afectan la calidad del café soluble.

- ✓ Se encontró que el análisis de la función de riesgo de Weibull constituyó una herramienta eficaz y fácil de manejar para relacionar los resultados sensoriales y determinar el tiempo de vida de anaquel.
- ✓ De la aplicación de los métodos de estimación de vida de anaquel se deduce que la solución del balance de materia para el agua transportada desde el ambiente de almacenamiento hasta el interior del empaque constituye el mejor método desde el punto de vista de versatilidad y explicación matemática.
- ✓ Para la realización de futuros estudios de durabilidad en la empresa se recomienda la implantación de la metodología utilizada en este trabajo, así como el aumento del número de participantes del panel de catación además de su constancia.
- ✓ Se aconseja realizar experimentos de vida de anaquel a diferentes humedades relativas de almacenamiento sobre el café soluble, con el ánimo de generar un modelo estadístico que incluya la influencia de esta variable en la vida de anaquel.
- ✓ Se recomienda reunir la información experimental y teórica sobre los empaques de vidrio y cartón, necesaria para resolver el balance de materia para el agua transportada desde el ambiente hasta el interior de estos empaques, ya que este método incluye la influencia del material de empaque y de las condiciones de almacenamiento sobre la vida de anaquel, constituyéndose en la herramienta más eficaz para el trato de estos temas.

BIBLIOGRAFÍA

1. KRAMER, A. y TWIGG, B. Measure of frozen food quality and quality change in The Freezing Preservation of Foods. Vol. 2. 4th ed., Tressler, D.K., AVI Publishing, Westport, Conn. 1968.
2. KENNET, J, Valentes, ROTSTEINE, Enrique, SING, Paul R. Handbook of Food Engineering Practice. CRC Press, New York 1997.
3. ROBERTSOB, Gordon L. Food Packing. Marcel Dekker. New York, 1993.
4. GIRALDO, Gómez Gloria Inés. Métodos de estudio de vida de anaquel de los alimentos. Monografía . Universidad Nacional de Colombia Sede Manizales.1999.
5. LABUZA, T.P, and SCHMIDL, M.K, “ Accelerated shelf-life testing of foods ”. Food Technology Vol. 39 Pág. 57-64. 1985.
6. SAGUY, I and KAREL, M. “Modeling of quality deterioration during food processing and storage”. Food Technology. Vol. 34. Pág. 78-85. 1980.
7. LEVENSPIEL, Octave. Ingeniería de las reacciones químicas. Editorial Revesrté Barcelona 1978.
8. STOUVENEL, Aida. CHUZEL, Gerard. Actividad del agua en los alimentos. Procesamiento y Conservación mediante su control. Facultad de Ingeniería, Universidad del Valle. Colombia 1992.

9. LABUZA, Theodore P. "The Effect of Water Activity on Reaction Kinetics of Food Degradation". Food Technology. Pág 36-41. 1980.
10. VIDALES, Maria Dolores. El mundo del Envase. México 1996.
11. KENNET, J. Valentas, ROTSTEIN, Enrique, SING, Paul R. Handbook of Food Engineering Practice. CRC Press, New York. 1997.
12. RAHAMAN, Shafiur. Food Properties Handbook. Contemporary Food Science Series. 1995.
13. MEMORIAS, Curso. "Actividad del agua en los alimentos. Procesamiento y conservación mediante su control". Universidad del Valle, Facultad de Producción. Cali Junio 16-19 de 1992.
14. KENNEDY, Jhon B, MEVILLE, Adam. Estadística para ciencias e ingeniería. Editorial Harla, México 1982.
15. CANTILLO, Juan A, FERNÁNDEZ, Carlos M y otros. Durabilidad de los alimentos. Métodos de estimación. Instituto de investigaciones para la industria alimenticia. La Habana Cuba 1994.
16. MILLER, Irwin, FREUND, Jhon E. Probabilidad y Estadística para Ingenieros. Editorial Reverté, México, 1984.
17. GACULA, M.C. The design of experiments for shelf life failures. J. Food Science. Vol. 40. Pág. 410. 1975.
18. Norma E-96 para la evaluación de la transferencia de vapor de agua a través de un empaque. Octubre 31 de 1980.

19. FENNEMA, Owen R. Principles Of Food Science. Part II Physical Principles Of Food Preservation. Marcel Dekker, Inc New York 1975.
20. HYGRODYNAMICS, INC. "Hygrodynamics technical bulletin: CREATING AND MAINTAINING HUMIDITIES BY SALT SOLUTIONS". 949 Selim Road-Silver Springs, Maryland 20910. Phone: 301, 588-6156.
21. MAN, C.M.D and JONES, A.A. Shelf Life Evaluation of Foods. Blackie Academic and Professional, London, 1994.
22. HARRIS, N. E., BISHOV, S. J., y ROBERTSON, M.M, "Soluble Coffee: Shelf Life Studies". Journal of Food Science. Vol. 39. Pág. 192-195. 1974.
23. SIVETZ, M. y FOOTE, H. "Coffee Processing Technology," Vol 1. Pág. 519. The Avi Publishing Co., Inc., Westport, Conn. 1963.
24. TAOUKIS, P.S., BILI M. y GIANNAKOUROU, M. "Application of shelf life modelling of chilled salad products to a TTI based distribution and stock rotation system" National Technical University of Athens, Department of Chemical Engineering, Laboratory of Food Chemistry and Technology, 15780 Athens, GREECE. 1999.
25. DUYVESTYEN, W.S., SHIMONI, E. y LABUZA, T.P. "Determination of the End of Shelf Life for Milk Using Weibull Hazard Method" Department of Food Science and Nutrition, University of Minnesota. 1999.
26. CARDELLI, C. y LABUZA, T.P. "Application of Weibull Hazard Analysis to the Determination of the Shelf Life of Roasted and Ground Coffee". Vol 34. Pág. 273-278. Lebensm.-Wiss. U.-Technol. 2001.

27. RONALD, J Clarke. Handbook of Food and Beverage Stability: Chemical, Biochemical, Microbiological, and Nutritional Aspects. Academic Press England 1986.
28. CLINTON, W. P., Proc. Colloq. Coffee, 9Th, Pág. 273-286. 1981
29. RAHAMAN, Shafiur. Food Properties Handbook. Contemporary Food Science Series. 1995.
30. CARDELLI, C. y LABUZA, T.P. “ Kinetic of shelf life of roasted and ground coffee as a function of oxygen, water activity and temperature”. Annual Meeting. Pág 42. 1995.
31. HINMAN, D. “Rates of oxidation of roast and ground coffee and the effect on shelf life”. Scientifique Internationale Sur le Café. Paris (Francia). Pág. 165-174. 1991.
32. CALRKE, R.J. “ The shelf-life of coffee. Shelf life studies of foods and beverages: Chemical, Biological, Physical and Nutritional Aspects”. 1993.
33. ROCKLAND, Louis y BEUCHAT, Larry R. Water Activity: Theory and Applications to Food. Marcel Dekker, New York. 1987.

ANEXOS

ANEXO A: Metodología para las pruebas físicoquímicas y microbiológicas

➤ Pruebas Físico-Químicas.

1. Humedad: Es la cantidad de agua que contiene una sustancia y se expresa en porcentaje. Para medirla se deben seguir los siguientes pasos:

- ❖ Tarar el equipo, **Desecador infrarrojo LJ 16**, el platillo de aluminio en el cual se va a depositar la muestra.
- ❖ Pesar una cantidad de dos gramos de la sustancia problema.
- ❖ Cerrar la tapa y oprimir la tecla “ *start* ”, el indicador debe dejar de titilar.
- ❖ Esperar a que el equipo haga la lectura, 2 a 3 minutos.
- ❖ Cuando el botón “ *start* ” comience de nuevo a titilar, el aparato nos indica que la lectura a finalizado.

2. pH: Es una medida de su acidez o alcalinidad. Para medirlo se deben seguir los siguientes pasos:

- ❖ Se pesa una cantidad de café soluble, *M* determinada por la siguiente expresión:

$$M = \frac{100 - \%H}{100}$$

- ❖ Esta cantidad se disuelve en agua neutralizada hasta llevar a 100 ml.
- ❖ Se monta la muestra en el **Titroprocesador SCHOT GERATE**.

- ❖ Se introduce en el beaker el agitador.
 - ❖ Se introduce el electrodo y se prende el agitador magnético.
 - ❖ Se espera hasta que el valor del pH se estabilice, y se hace la lectura.
3. Acidez: Se reporta como la cantidad de mili equivalentes de NaOH necesarios para neutralizar 100 ml de una solución de café soluble. Para cuantificarla se utiliza el mismo equipo utilizado para medir el pH y su medida se hace exactamente después de efectuada la de éste (pH), los pasos para realizarla son::

- ❖ Para determinar la acidez, se introduce la bureta dosificadora de *NaOH*, del cual se conoce la concentración, en el beaker y se oprime el botón " *start* ".
- ❖ Se espera hasta que el pH de la muestra llegue hasta neutro (7.0), el equipo se detiene automáticamente y muestra la lectura del volumen necesario para neutralizar la solución de café soluble.
- ❖ La acidez, *A*, se calcula a través de la siguiente expresión:

$$A = V_1 * N * 100$$

Donde: V_1 , es el volumen de la solución de *NaOH*.

M , masa de la muestra.

N , normalidad de la solución de *NaOH*.

4. Color: Se reporta como L la cual varia desde 0 (Negro) hasta 100 (Blanco). Para determinar esta propiedad del café soluble se sigue el siguiente procedimiento:
- ❖ Se toma la cápsula porta muestra del **Colorímetro Hunter Lab DP 9000**.
 - ❖ Se deposita la muestra en la cápsula hasta la mitad.
 - ❖ Se procede a poner el porta muestra en la parte superior del colorímetro.

- ❖ Se pone la tapa negra sobre el porta muestra
- ❖ Se oprime la tecla “*read*” y se lee el resultado en la escala “*L*”.

➤ **Pruebas microbiológicas.**

1. Hongos y Levaduras: El procedimiento para la realización de esta prueba es el siguiente:

- ❖ Preparación del diluyente (Agua peptonada MERCK): Se disuelven 25.5 gr. En un litro de agua desmineralizada; eventualmente introducir en recipientes pequeños; esterilizar en autoclave durante 15 minutos a 121 °C. El pH debe ser de 7.2 +/- 0.2 a 25 °C.
- ❖ Preparación de las diluciones: Se preparan tres diluciones.
 - Dilución (10^{-1}) : 10 gr. de café soluble en 90 ml de diluyente.
 - Dilución (10^{-2}) : 1 ml de la solución anterior en 9 ml de diluyente.
 - Dilución (10^{-3}): 1 ml de la solución anterior en 9 ml de diluyente.
- ❖ Preparación del medio de cultivo (MERCK): Disolver 40 gr. en un litro de agua desmineralizada por calentamiento en un baño de agua hirviendo o en corriente de vapor; esterilizar en autoclave 15 minutos a 121 °C. El pH debe ser de 6.6 +/- 0.2 a 25 °C.
- ❖ Siembra en profundidad: Depositar la muestra en el fondo de la caja de Petri y colocar encima el agar a temperatura de 44.5° C. (aproximadamente cuando el tubo se pueda tomar con la mano sin quemarse) Inmediatamente mezclar el inóculo en el medio fundido.

La manera más indicada de realizar esta operación es:

- Moviendo la caja de arriba hacia abajo, cinco veces.
- Rotar la caja cinco veces en el sentido de las agujas del reloj.
- Rotar la caja en contra de las agujas del reloj cinco veces.

- ❖ Lectura y cálculo de resultados: Se siguen los siguientes pasos:
 - Seleccionar las dos cajas correspondientes a la misma dilución que presenten entre 30 y 300 colonias.
 - Contar todas las colonias de la caja.
 - Hallar la media aritmética de los valores y multiplicarla por el factor de dilución (recíproco de la dilución empleada).
 - En caso de que dos diluciones consecutivas estén dentro del rango de 30 a 300 colonias, se hace el recuento para cada una de las diluciones y se reporta la media aritmética de los dos valores obtenidos, a menos que el recuento mayor contenga dos veces al menor, en este caso se informa el recuento menor.
 - Expresar los resultados como unidades formadoras de colonia por mililitro o por gramo de producto analizado según el caso.
- 2. Termofilos: El procedimiento para la realización de esta prueba es igual al expuesto para medir hongos y levaduras, excepto por el medio de cultivo el cual es diferente:
 - ❖ Preparación del medio de cultivo (MERCK): Disolver 22.5 g. en un litro de agua desmineralizada por calentamiento en un baño de agua hirviendo o en corriente de vapor; esterilizar en autoclave 15 minutos a 121 °C. El pH debe ser de 7.0 +/- 0.2 a 25 °C.

ANEXO B: Formato para la evaluación sensorial

DECAFE S.A.
ASEGURAMIENTO DE CALIDAD

CONVENCIONES
 NC : NO CARACTERISTICO
 D : DEFECTUOSO
 PP : POCO PRONUNCIADO
 P : PRONUNCIADO
 MP : MUY PRONUNCIADO

Nombre del catador _____ Fecha _____

	ACIDEZ									AMARGO									CUERPO									IMPRESIÓN GLOBAL									AROMA					COMENTARIOS	
	BAJA			MEDIA			ALTA			BAJA			MEDIA			ALTA			BAJA			MEDIA			ALTA			BAJA			MEDIA		ALTA										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3	4	5	6	7	8	9	NC	D	PP	P	MP		
MUESTRA																																											

ANEXO C: Formato para la prueba triangular

DECAFE S.A.
ASEGURAMIENTO Y CALIDAD

CATACION N° _____

Nombre del catador _____ Fecha _____

INSTRUCCIONES: **Usted recibirá tres muestras: dos de ellas son iguales, la otra es diferente.**
 Por favor indique, marcando los codigos, cuales son las muestra iguales.
 Indique además la muestra diferente.

La muestra _____ es igual a la muestra _____

La muestra diferente es _____

ANEXO D: Metodología para las pruebas sensorial y triangular

La evaluación sensorial es una prueba que a pesar de su subjetividad, es de vital importancia para la obtención de un buen juicio sobre la muestra problema. Es una prueba realizada por los sentidos que será utilizada como criterio de aceptación o rechazo. Esta prueba lleva implícita la participación de un grupo de personas (panelistas), quienes deben desarrollar los formatos de análisis sensorial que se presentan en los anexos B y C. El procedimiento para la realización de estas pruebas es el siguiente:

1. Prueba Sensorial:

- ❖ Pesar 1.5 g., del café soluble de la muestra problema en una taza de catación.
- ❖ Pesar 1.5 g., del café soluble de la muestra patrón en una taza de catación.
- ❖ Adicionar 100 mL de agua destilada a una temperatura superior a los 70 °C en cada una de las tazas.
- ❖ Se cata y se califica la muestra como rechazada, aceptada y de acuerdo con al grado de acidez, cuerpo, amargo, impresión global y aroma.

2. Prueba triangular:

- ❖ Pesar 1.5 g., del café soluble de la muestra problema en una taza de catación.
- ❖ Pesar en dos tazas de catación con 1.5 g., del café soluble de la muestra patrón.
- ❖ Adicionar 100 mL de agua destilada a una temperatura superior a los 70 °C en cada una de las tazas.
- ❖ Se cata y se identifica la muestra diferente.

ANEXO E: Tabla para la prueba de Kolmogorov-Smirnov

n	$\alpha = 20\%$	$\alpha = 10\%$	$\alpha = 5\%$	$\alpha = 2\%$	$\alpha = 1\%$
	0,	0,	0,	0,	0,
1	0,900	0,950	0,975	0,990	0,995
2	0,684	0,776	0,842	0,900	0,929
3	0,565	0,636	0,708	0,785	0,829
4	0,493	0,565	0,624	0,689	0,734
5	0,447	0,509	0,563	0,627	0,669
6	0,410	0,468	0,519	0,577	0,617
7	0,381	0,436	0,483	0,538	0,576
8	0,359	0,410	0,454	0,507	0,542
9	0,339	0,387	0,430	0,480	0,513
10	0,323	0,369	0,409	0,457	0,486
11	0,308	0,352	0,391	0,437	0,468
12	0,296	0,338	0,375	0,419	0,449
13	0,285	0,325	0,361	0,404	0,432
14	0,275	0,314	0,349	0,390	0,418
15	0,266	0,304	0,338	0,377	0,404
16	0,258	0,295	0,327	0,366	0,392
17	0,250	0,286	0,318	0,355	0,381
18	0,244	0,279	0,309	0,346	0,371
19	0,237	0,271	0,301	0,337	0,361
20	0,232	0,265	0,294	0,329	0,352
21	0,226	0,259	0,287	0,321	0,344
22	0,221	0,253	0,281	0,314	0,337
23	0,216	0,247	0,275	0,307	0,330
24	0,212	0,242	0,269	0,301	0,323
25	0,208	0,238	0,264	0,295	0,317
26	0,204	0,233	0,259	0,290	0,311
27	0,200	0,229	0,254	0,284	0,305
28	0,197	0,225	0,250	0,279	0,300
29	0,193	0,221	0,246	0,275	0,295
30	0,190	0,218	0,242	0,270	0,290
35	0,177	0,202	0,224	0,251	0,269
40	0,165	0,189	0,210	0,235	0,252
45	0,156	0,179	0,198	0,222	0,238
50	0,148	0,170	0,188	0,211	0,226
55	0,142	0,162	0,180	0,201	0,216
60	0,136	0,155	0,172	0,193	0,207
65	0,131	0,149	0,166	0,185	0,199
70	0,126	0,144	0,160	0,179	0,192
75	0,122	0,139	0,154	0,173	0,185
80	0,118	0,135	0,150	0,167	0,179
85	0,114	0,131	0,145	0,162	0,174
90	0,111	0,127	0,141	0,158	0,169
95	0,108	0,124	0,137	0,154	0,165
100	0,106	0,121	0,134	0,150	0,161
Aproximación Para n grande	$1,07/\sqrt{n}$	$1,22/\sqrt{n}$	$1,36/\sqrt{n}$	$1,52/\sqrt{n}$	$1,63/\sqrt{n}$

ANEXO F: Sales utilizadas en la construcción de las isotermas

Sal	Porcentaje de humedad relativa (%)	Actividad del agua
LiCl	11.15	0.1115
MgCl ₂	32.73	0.3273
K ₂ CO ₃	43.80	0.4380
Mg(NO ₃) ₂	52.86	0.5286
NaBr	57.70	0.5770
SrCl ₂	70.83	0.7083
NaCl	75.32	0.7532
KCl	84.32	0.8432
BaCl ₂	90.26	0.9026

Fuente: Food Properties Handbook ⁽¹²⁾.

ANEXO G: Diseño factorial para el experimento de vida de anaquel.

DECAFE S.A.
ASEGURAMIENTO DE CALIDAD

Primera etapa:

	T₁	T₂	T₃	T₄
TIPO DE EMPAQUE .1				
TIPO DE EMPAQUE .2				
TIPO DE EMPAQUE .3				

Donde:

T = Temperatura de almacenamiento.

Para la combinación del arreglo factorial, se deben analizar las variables de salida, que son:

pH.
Acidez.
Color.
Humedad.

ANEXO H: Tablas de datos y resultados estadísticos.

1. Datos fisicoquímicos

Tabla 17. Datos del seguimiento de las variables fisicoquímicas.

	25 °C					30 °C					35 °C					40 °C				
	t	pH	A	L	H	t	pH	A	L	H	t	pH	A	L	H	t	pH	A	L	H
Laminado	0	4,79	49,13	32,77	3,81	0	4,75	46,56	34,25	3,40	0	4,75	46,56	34,25	3,40	0	4,90	42,97	28,69	3,69
	13	4,79	43,48	28,66	4,29	23	4,81	42,64	30,55	4,24	3	4,92	43,17	31,35	3,73	4	4,90	42,83	26,41	4,46
	26	4,78	46,92	30,52	5,31	30	4,77	46,05	29,96	5,52	10	4,81	42,96	29,60	4,31	7	4,83	45,14	28,37	4,58
	30	4,67	48,21	29,99	4,58	37	4,80	43,46	27,63	5,10	17	4,59	48,19	30,44	5,83	11	4,76	44,28	26,19	6,07
	40	4,82	43,29	29,44	4,78	44	4,75	44,84	27,48	6,41	24	4,71	45,35	27,15	6,39	14	4,78	45,44	25,27	6,22
	55	4,73	47,88	24,94	5,81	51	4,74	46,10	26,18	6,81	31	4,75	45,77	24,91	6,79	19	4,75	50,72	23,79	6,30
	68	4,81	42,80	29,39	4,72	55	4,69	48,16	23,52	7,49	35	4,71	47,81	19,41	6,94	20	4,69	47,93	22,01	6,41
	82	4,76	43,39	29,97	5,19	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
	97	4,61	48,90	26,46	7,13	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
	126	4,76	46,79	26,55	6,89	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
	132	4,71	48,72	20,78	8,37	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
Cartón	0	4,86	41,25	3,45	23,71	0	4,85	39,52	24,86	4,01	0	4,80	47,64	22,67	3,01	0	4,80	47,64	22,67	3,01
	35	4,86	42,45	3,49	24,66	33	4,94	37,22	25,04	4,29	16	4,82	42,99	24,02	3,21	3	4,82	42,99	24,02	3,21
	50	4,86	41,30	3,54	26,14	47	4,93	39,07	24,42	4,60	42	4,91	48,93	24,53	4,64	22	4,83	45,91	24,59	4,52
	96	4,89	38,93	3,97	23,92	61	4,86	38,70	23,81	4,77	50	4,80	45,95	24,79	4,91	30	4,76	50,67	21,35	5,30
	117	4,64	45,40	4,73	24,24	68	4,93	40,43	24,98	4,51	55	4,77	45,52	24,27	5,07	36	4,79	47,82	21,58	4,84
	148	4,85	40,98	5,12	22,99	88	4,91	38,02	24,55	5,50	59	4,87	45,80	23,27	5,33	43	4,72	51,42	23,03	5,40
	186	4,78	41,22	5,54	23,69	95	4,90	38,65	24,98	5,58	66	4,74	48,90	23,77	5,67	45	4,64	52,88	21,70	5,48
	201	4,82	43,99	6,42	24,08	103	4,91	39,13	24,34	6,26	72	4,71	47,92	23,71	5,84	---	---	---	---	---
	224	4,83	44,05	6,15	25,22	116	4,87	42,68	23,80	6,53	84	4,76	47,04	23,27	6,40	---	---	---	---	---
	243	4,85	44,15	6,31	24,29	146	4,83	43,62	20,77	8,00	91	4,72	49,70	22,35	6,64	---	---	---	---	---
	250	4,85	44,32	6,37	24,36	147	4,84	43,67	20,70	7,98	99	4,70	48,63	21,97	7,12	---	---	---	---	---
Frasco	0	4,86	41,25	3,45	23,71	0	4,79	42,96	23,64	3,66	0	4,80	47,64	22,67	3,01	0	4,80	47,64	22,67	3,01
	32	4,77	40,65	3,64	26,10	19	4,83	41,70	24,81	3,87	6	4,82	42,99	24,02	3,21	3	4,82	42,99	24,02	3,21
	78	4,89	39,43	3,70	23,83	32	4,84	40,81	23,78	4,07	32	4,93	47,64	24,76	3,30	22	4,80	45,36	27,39	3,61
	99	4,67	45,07	3,47	23,76	54	4,83	44,00	23,34	4,47	40	4,83	44,73	23,47	3,38	37	4,76	47,88	22,51	3,46
	128	4,88	40,12	4,57	23,39	89	4,85	41,66	23,77	5,22	56	4,79	46,62	23,14	3,43	51	4,72	51,45	21,80	4,45
	148	4,81	40,28	4,01	24,34	103	4,85	43,92	22,87	4,96	62	4,77	45,89	23,06	3,28	56	4,67	49,00	22,09	5,18
	183	4,87	42,04	3,43	23,67	120	4,80	41,97	23,63	3,64	74	4,85	42,52	24,26	3,30	67	4,68	50,20	22,58	5,49
	225	4,88	42,48	3,46	24,39	146	4,84	44,12	23,22	3,86	82	4,78	48,06	23,85	4,56	79	4,61	52,36	21,86	5,33
	259	4,91	42,17	3,81	23,89	167	4,85	41,36	23,63	3,47	87	4,89	44,31	23,46	4,99	84	4,68	50,02	22,65	3,87
	281	4,86	42,54	3,52	25,58	173	4,83	41,81	23,21	3,98	89	4,80	44,45	23,90	4,22	86	4,70	48,20	22,62	4,17
	308	4,86	44,15	4,08	23,42	179	4,86	39,33	23,44	4,23	95	4,84	46,97	24,35	4,14	93	4,64	52,43	20,46	5,51

En esta tabla el tiempo (t) se expresa en días, la humedad (H) en porcentaje y la acidez (A) en miliequivalentes de NaOH por cada cien mililitros de solución. Los datos reportados son el promedio de las tres medidas.

Tabla 18. Resultados microbiológicos.

Empaque	Hongos y Levaduras (UFC/gr)								Mesófilos (UFC/gr)							
	t	25°C	t	30°C	T	35°C	t	40°C	t	25°C	t	30°C	t	35°C	t	40°C
Laminado	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10
	26	<10	30	<10	10	<10	7	<10	26	<10	30	<10	10	<10	7	<10
	40	<10	44	<10	24	<10	14	<10	40	<10	44	<10	24	<10	14	<10
	68	<10	55	<10	35	<10	20	<10	68	<10	55	<10	35	<10	20	<10
	96	<10	---	---	---	---	---	---	96	<10	---	---	---	---	---	---
	126	<10	---	---	---	---	---	---	126	<10	---	---	---	---	---	---
	132	<10	---	---	---	---	---	---	132	<10	---	---	---	---	---	---
	Cartón	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10	0
50		<10	47	<10	42	<10	22	20	50	<10	47	<10	42	<10	22	<10
117		<10	68	<10	55	<10	36	<10	117	<10	68	<10	55	<10	36	<10
166		<10	95	<10	66	<10	45	<10	166	<10	95	<10	66	<10	45	<10
201		<10	116	<10	84	<10	---	---	201	<10	116	<10	84	<10	---	---
224		<10	147	<10	99	<10	---	---	224	<10	147	<10	99	<10	---	---
250		<10	---	---	---	---	---	---	250	<10	---	---	---	---	---	---
Vidrio	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10	0	<10
	32	<10	32	<10	32	<10	22	<10	32	<10	32	<10	32	<10	22	<10
	99	<10	89	<10	56	<10	51	<10	99	<10	89	<10	56	<10	51	<10
	148	<10	116	<10	74	<10	67	<10	148	<10	116	<10	74	<10	67	<10
	183	<10	146	<10	87	890	84	<10	183	<10	146	<10	87	<10	84	<10
	245	<10	167	<10	94	<10	93	<10	245	<10	167	<10	94	<10	93	<10
	281	<10	175	<10	---	---	---	---	281	<10	175	<10	---	---	---	---
	308	<10	---	---	---	---	---	---	308	<10	---	---	---	---	---	---

2. Datos sensoriales

Tabla 19. Evaluación sensorial. Laminado a 30 °C y 90 % de HR.

Días	Aceptabilidad				
0	+	+	+	+	+
23	-	+	+	+	+
30	10 -	+	+	+	+
37	9 -	+	+	+	+
44	8 -	+	+	+	+
51	7 -	-	-	+	+
55	6 3	5 2	4 1	+	+

Tabla 20. Evaluación sensorial. Laminado a 35 °C y 90 % de HR.

Días	Aceptabilidad				
0	+	+	+	+	+
3	+	+	+	+	+
10	+	+	+	+	+
17	-	-	+	+	+
24	11 -	10 -	+	+	+
31	9 -	8 -	-	+	+
35	7 4	6 3	5 2	-	+

Tabla 21. Evaluación sensorial. Laminado a 40 °C y 90 % de HR.

Días	Aceptabilidad				
0	+	+	+	+	+
4	+	+	+	+	+
7	+	+	+	+	+
11	-	-	+	+	+
14	10	9	-	+	+
20	8	7	6	-	-
	5	4	3	2	1

Tabla 22. Evaluación sensorial. Cartón a 25 °C y 90 % de HR.

Días	Aceptabilidad				
0	+	+	+	+	+
35	+	+	+	+	+
50	+	+	+	+	+
96	+	+	+	+	+
117	-	-	+	+	+
148	22	21	+	+	+
166	20	19	+	+	+
186	18	17	+	+	+
201	16	15	+	+	+
215	14	13	-	+	+
224	11	+	+	+	+
243	10	9	8	7	6
250	5	4	3	2	1

Tabla 23. Evaluación sensorial. Cartón a 30 °C y 90 % de HR.

Días	Aceptabilidad				
0	+	+	+	+	+
33	-	+	+	+	+
47	23	+	+	+	+
61	22	+	+	+	+
68	-	+	+	+	+
88	21	+	+	+	+
95	-	+	+	+	+
103	19	-	+	+	+
116	17	18	+	+	+
146	-	-	-	+	+
147	15	14	13	+	+
	-	-	+	+	+
	12	11	-	-	-
	-	-	8	7	6
	10	9	-	-	-
	-	-	-	-	-
	5	4	3	2	1

Tabla 24. Evaluación sensorial. Cartón a 35 °C y 90 % de HR.

Días	Aceptabilidad				
0	+	+	+	+	+
42	-	+	+	+	+
50	16	+	+	+	+
55	-	+	+	+	+
59	15	+	+	+	+
66	-	-	+	+	+
72	14	12	+	+	+
84	-	-	-	-	+
	13	10	7	6	-
	-	8	-	-	-
	9	-	-	-	-
	-	-	-	-	-
	5	4	3	2	1

Tabla 25. Evaluación sensorial. Cartón a 40 °C y 90 % de HR.

Días	Aceptabilidad				
0	+	+	+	+	+
3	+	+	+	+	+
22	-	+	+	+	+
36	10	-	+	+	+
43	9	8	-	+	+
45	-	-	-	-	+
	4	3	2	1	

Tabla 26. Evaluación sensorial. Frasco a 25 °C y 90 % de HR.

Días	Aceptabilidad				
0	+	+	+	+	+
32	-	+	+	+	+
78	16	+	+	+	+
99	+	+	+	+	+
134	+	+	+	+	+
168	-	+	+	+	+
183	15	+	+	+	+
225	+	+	+	+	+
245	-	+	+	+	+
259	14	-	+	+	+
281	13	12	+	+	+
301	-	-	-	-	+
308	11	10	7	6	-
	9	8	3	2	1

Tabla 27. Evaluación sensorial. Frasco a 30 °C y 90 % de HR.

Días	Aceptabilidad				
0	+	+	+	+	+
19	+	+	+	+	+
32	+	+	+	+	+
54	-	-	+	+	+
89	23	22	+	+	+
103	-	+	+	+	+
116	21	19	+	+	+
120	-	+	+	+	+
146	20	15	+	+	+
165	-	-	-	-	+
167	18	13	12	11	+
173	-	+	+	+	+
175	10	8	-	+	+
179	-	-	-	-	+
	4	3	2	1	

Tabla 29. Evaluación sensorial. Frasco a 40 °C y 90 % de HR.

Días	Aceptabilidad				
0	+	+	+	+	+
22	-	+	+	+	+
37	10	+	+	+	+
51	-	-	-	+	+
56	9	7	6	-	-
	8	4	3	2	1

Tabla 28. Evaluación sensorial. Frasco a 35 °C y 90 % de HR.

Días	Aceptabilidad				
0	+	+	+	+	+
32	- 19	+	+	+	+
40	- 18	+	+	+	+
56	- 17	+	+	+	+
62	- 16	+	+	+	+
74	- 15	+	+	+	+
82	- 14	- 13	+	+	+
87	- 12	- 11	+	+	+
89	- 10	- 9	+	+	+
94	- 8	- 7	- 6	- 5	+
95	- 4	- 3	- 2	- 1	+

Tabla 30. Resultado de la pruebas triangulares.

Empaque	Temperatura (°C)	Numero de catadores	Acierto (%)
Laminado	40	10	100,00
	35	9	66,67
	30	8	75,00
	25	13	69,23
Cartón	40	5	80,00
	35	12	100,00
	30	9	88,89
	25	10	75,00
Frasco	40	6	83,33
	35	9	66,67
	30	13	69,23
	25	8	75,00

Tabla 31. Seguimiento sobre a_w para el café empacado en cartón.

25 °C		30 °C	
Tiempo (días)	a_w	Tiempo (días)	a_w
0	0,153	0	0,184
54	0,177	33	0,197
96	0,211	47	0,216
117	0,224	61	0,219
152	0,228	68	0,230
166	0,232	89	0,247
186	0,275	103	0,267
201	0,287	117	0,297
215	0,289	151	0,350
224	0,299	---	-----
243	0,316	---	-----
250	0,353	---	-----

Tabla 32. Seguimiento sobre a_w para el café empacado en frasco de vidrio.

25 °C		30 °C	
Tiempo (días)	a_w	Tiempo (días)	a_w
0	0,184	0	0,153
19	0,184	36	0,140
33	0,209	78	0,177
54	0,195	99	0,182
89	0,228	134	0,202
103	0,246	148	0,198
117	0,314	168	0,254
152	0,203	183	0,179
166	0,243	---	-----
173	0,260	---	-----
179	0,214	---	-----
225	0,251	---	-----
260	0,225	---	-----
281	0,208	---	-----
302	0,215	---	-----
309	0,252	---	-----

Tabla 33. Transporte de humedad a través del laminado a 25 y 35 °C.

25 °C		35 °C	
Tiempo (días)	Ganancia	Tiempo (días)	Ganancia
0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
1,7465	0,0029	1,7424	0,0040
2,7715	0,0033	2,7701	0,0046
4,0000	0,0040	3,9958	0,0067
6,7049	0,0063	6,6972	0,0108
7,6972	0,0059	7,6924	0,0115
8,9167	0,0078	8,9069	0,0142
9,9514	0,0083	9,9493	0,0154
11,0104	0,0085	10,9868	0,0166
13,6965	0,0101	13,6889	0,0209
15,6771	0,0119	15,6694	0,0247
17,7188	0,0130	17,6174	0,0269
20,7500	0,0157	20,7424	0,0329
22,6924	0,0165	22,6833	0,0353
24,6868	0,0178	24,6813	0,0386
27,7264	0,0197	27,7181	0,0447
29,7278	0,0211	29,7194	0,0499
31,6389	0,0218	31,6319	0,0501
34,7264	0,0244	34,7208	0,0561
37,0042	0,0265	37,0014	0,0599
38,7042	0,0272	38,6972	0,0634
41,7125	0,0293	41,7076	0,0684

Tabla 34. Resultados del análisis de varianza para la humedad.

Análisis de varianza para Humedad-Tipo III Sumas de cuadrados					
Fuente	SC	GL	CM	Razón-F	Valor-P
EFFECTOS PRINCIPALES					
A: Empaque	142,682	2	71,341	63,310	0,0000
B: Temperatura	9,378	3	3,126	2,77	0,0413
INTERACCIONES: AB	20,104	6	3,351	2,970	0,0076
RESIDUAL	419,201	372	1,127		
TOTAL	611,530	383			
Test de múltiples rangos para Humedad-Empaque					
Método: 95 % LSD					
Empaque	Cantidad de datos	Media LS	Grupos Homogéneos		
Vidrio (3)	159	4,0714	X		
Cartón (2)	123	5,1305		X	
Laminado (1)	102	5,5040			X
Contraste	Diferencia		Limites +/-		
1-2	*0,3735		0,2795		
1-3	*1,4326		0,2648		
2-3	*1,0591		0,2567		
Test de múltiples rangos para Humedad-Temperatura					
Método: 95 % LSD					
Temperatura	Cantidad de datos	Media LS	Grupos Homogéneos		
40 (1)	75	7,7379	X		
30 (3)	90	4,8185	X		
25 (4)	123	4,8716	X		
35 (2)	96	5,1780		X	
Contraste	Diferencia		Limites +/-		
1-2	-0,0807		0,3264		
1-3	*-0,4421		0,3217		
1-4	-0,1337		0,3058		
2-3	*-0,3615		0,3063		
2-4	-0,0531		0,2895		
3-4	*-0,3084		0,2843		
* Denota una diferencia estadísticamente significativa.					

Tabla 35. Resultados del análisis de varianza para el pH.

Análisis de varianza para pH-Tipo III Sumas de cuadrados					
Fuente	SC	GL	CM	Razón-F	Valor-P
EFFECTOS PRINCIPALES					
A: Empaque	0,1442	2	0,0721	20,370	0,0000
B: Temperatura	0,1866	3	0,0621	17,540	0,0000
INTERACCIONES: AB	0,4043	6	0,0674	19,040	0,0000
RESIDUAL	1,3167	372	0,0034		
TOTAL	2,2197	383			
Test de múltiples rangos para pH-Empaque					
Método: 95 % LSD					
Empaque	Cantidad de datos	Media LS	Grupos Homogéneos		
Laminado (1)	102	4,7652	X		
Vidrio (3)	159	4,8069	X		
Cartón (2)	123	4,8142	X		
Contraste	Diferencia		Limites +/-		
1-2	*-0,0490		0,0157		
1-3	*-0,0417		0,0148		
2-3	0,00722		0,0140		
Test de múltiples rangos para pH-Temperatura					
Método: 95 % LSD					
Temperatura	Cantidad de datos	Media LS	Grupos Homogéneos		
40 (1)	75	4,7614	X		
35 (2)	90	4,7863	X		
25 (4)	123	4,8077	X		
30 (3)	96	4,8264	X		
Contraste	Diferencia		Limites +/-		
1-2	*-0,0249		0,0183		
1-3	*-0,0649		0,0180		
1-4	*-0,0462		0,0171		
2-3	*-0,0400		0,0171		
2-4	*-0,0214		0,0162		
3-4	*-0,0187		0,0159		
* Denota una diferencia estadísticamente significativa.					

Tabla 36. Resultados del análisis de varianza para el Acidez.

Análisis de varianza para Acidez-Tipo III Sumas de cuadrados					
Fuente	SC	GL	CM	Razón-F	Valor-P
EFFECTOS PRINCIPALES					
A: Empaque	134,294	2	67,147	6,640	0,0015
B: Temperatura	1187,680	3	395,894	39,150	0,0000
INTERACCIONES: AB	743,493	6	123,916	12,260	0,0000
RESIDUAL	3761,410	372	10,111		
TOTAL	2759,300	383			
Test de múltiples rangos para Acidez-Empaque					
Método: 95 % LSD					
Empaque	Cantidad de datos	Media LS	Grupos Homogéneos		
Vidrio (3)	159	44,274	X		
Cartón (2)	123	44,554	X		
Laminado (1)	102	45,746	X		
Contraste	Diferencia		Limites +/-		
1-2	*1,1921		0,8373		
1-3	*1,4726		0,7932		
2-3	0,2805		0,7508		
Test de múltiples rangos para Acidez-Temperatura					
Método: 95 % LSD					
Temperatura	Cantidad de datos	Media LS	Grupos Homogéneos		
30 (3)	96	23,8038	X		
25 (4)	123	25,1466	X		
35 (2)	90	25,2956	X		
40 (1)	75	25,4315	X		
Contraste	Diferencia		Limites +/-		
1-2	*1,1824		0,9776		
1-3	*4,7208		0,9636		
1-4	*3,7287		0,9160		
2-3	*3,5384		0,9174		
2-4	*2,5463		0,8673		
3-4	*-0,9921		0,8515		
* Denota una diferencia estadísticamente significativa.					

Tabla 37. Resultados del análisis de varianza para el Color.

Análisis de varianza para Color-Tipo III Sumas de cuadrados					
Fuente	SC	GL	CM	Razón-F	Valor-P
EFFECTOS PRINCIPALES					
A: Empaque	1134,940	2	567,468	150,840	0,0000
B: Temperatura	130,463	3	43,488	11,560	0,0000
INTERACCIONES: AB	35,234	6	5,872	1,560	0,1574
RESIDUAL	1399,470	372	3,762		
TOTAL	2759,300	383			
Test de múltiples rangos para Color-Empaque					
Método: 95 % LSD					
Empaque	Cantidad de datos	Media LS	Grupos Homogéneos		
Vidrio (3)	159	23,543	X		
Cartón (2)	123	23,581	X		
Laminado (1)	102	27,552	X		
Contraste	Diferencia		Limites +/-		
1-2	*3,9701		0,5130		
1-3	*4,0085		0,4860		
2-3	0,0386		0,4600		
Test de múltiples rangos para Color-Temperatura					
Método: 95 % LSD					
Temperatura	Cantidad de datos	Media LS	Grupos Homogéneos		
40 (1)	75	23,8038	X		
35 (2)	90	25,1466	X		
30 (3)	96	25,2956	X		
25 (4)	123	25,4315	X		
Contraste	Diferencia		Limites +/-		
1-2	*-1,3428		0,5963		
1-3	*-1,4918		0,5878		
1-4	*-1,6277		0,5588		
2-3	-0,14898		0,5596		
2-4	-0,28488		0,5290		
3-4	-0,13590		0,5194		
* Denota una diferencia estadísticamente significativa.					