

MEDICIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA DE CAFÉ TOSTADO Y MOLIDO MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS LASER

Ricardo Alonso Guevara-Barreto*, José Jaime Castaño-Castrillón,**

RESUMEN

GUEVARA B., R.A; CASTAÑO C., J.J. Medición del tamaño de partícula de café tostado y molido mediante difracción de rayos láser. Cenicafé 55(2):150-160.2004.

En Colombia y en muchos otros países las normas de determinación del tamaño de partícula para café tostado y molido están basadas en el empleo de la antigua técnica de tamizado. Diversos estudios han demostrado que dicho procedimiento presenta una serie de problemas que no permiten caracterizar de manera adecuada la distribución del tamaño de partícula, principalmente para molienda fina. En este estudio se determinaron unas condiciones de operación de un equipo CILAS 940L, de medición granulométrica mediante la técnica de difracción de rayos láser. Se encontró que esta medición puede realizarse dispersando el café en isopropanol, fluido que no afecta de ninguna forma el tamaño de las partículas y que puede recuperarse de manera completa. Se concluyó, entre otros aspectos, que no debe utilizarse ultrasonido como ayuda en la dispersión de las partículas y que la cantidad de muestra a utilizar debe estar entre 0,2 a 0,5g de café dispersos en 500ml de isopropanol.

Palabras claves: *Coffea arabica*, industrialización, molienda, granulometría,

ABSTRACT

In Colombia and many other countries, the determination norms of particle size analysis for ground and roasted coffee are based on the old sieving technique. Diverse studies have proved that this procedure has some problems that do not allow the appropriate characterization of the particle size distribution for fine milling. In this study the operation conditions of an equipment CILAS 940 L were determined for particles size analysis of ground and roasted coffee by using the laser beams diffraction technique. It was found that this measurement can be made by dispersing the coffee in isopropanol, which is a fluid that does not affect the particles size whatsoever and that it can thoroughly recover. Among other aspects, it was determined that it is not necessary to use ultrasound-like aid in the particles dispersion and that the sample to be used must be between 0.2 to 0.5g of coffee dispersed in 500ml of isopropanol.

Keywords: *Coffea arabica*, industrialization, size analysis, coffee milling

* Ingeniero Químico. Universidad Nacional de Colombia.

** Investigador Científico II. Programa de Industrialización. Centro Nacional de Investigaciones de Café, Cenicafé, hasta marzo de 2001. Chinchiná, Caldas, Colombia.

En la preparación de una bebida de café de buenas características el grado de molienda o tamaño de las partículas es un factor que ejerce una marcada influencia, puesto que debe estar acorde con el tipo de extracción que va a utilizarse con el fin de que los compuestos solubles sean extraídos en la proporción adecuada (4). Por esta razón, la correcta determinación del tamaño de partícula de café tostado y molido y su relación con las características organolépticas y fisicoquímicas de la bebida son algunos de los objetivos que persigue, en Colombia, el Comité Técnico Icontec 312102 “Café y sus productos”.

En Colombia, la metodología mediante la cual se determina actualmente el tamaño de las partículas de café tostado y molido se halla consignada en la Norma Técnica Colombiana NTC 2441 (9), norma que recomienda que la medición debe hacerse empleando la técnica tradicional de tamizado. Diferentes estudios han demostrado que la determinación granulométrica de café tostado y molido por la técnica de tamizado no caracteriza correctamente las partículas (2, 3, 12), debido a que una cantidad de aceite se mantiene en la superficie de las partículas aún después de la molienda y ejerce una acción adhesiva (7, 8). De esta manera las partículas finas (< 300µm) se adhieren a los tamices y entre ellas mismas formando aglomerados que no pasan a través de las mallas, y que para el caso del procedimiento empleado en la NTC 2441, son apisonados mediante la acción de unos cubos de caucho ubicados en cada malla generando una película que obstruye los tamices y hace aún más imprecisa la medición (7).

Aunque, de acuerdo con Guevara (7), es posible adecuar al máximo la metodología de tamizado reduciendo la cantidad de café y aumentando el tiempo de tamizado estipulados en la NTC 2441 y mediante una estricta limpieza de los tamices después de cada medición es importante evaluar el desempeño de otras

tecnologías en la medición del tamaño de las partículas de café tostado y molido.

De acuerdo con Svarovsky (17), antes de seleccionar un método de medida para las partículas debe tenerse en cuenta el proceso al cual éstas van a ser sometidas. Para el caso específico del café tostado y molido que se utiliza para preparar bebidas en un proceso de extracción con agua caliente el cual, de acuerdo con los estudios de Spiro (16) y Voilley (18), es un fenómeno difusivo en el cual la cafeína y las demás sustancias solubles presentes en el café abandonan la partícula en tres etapas: una difusión de las sustancias desde el interior hacia fuera, un paso por la interfase agua-café y una difusión de los solubles en el agua, siendo la primera etapa la controlante. Spiro (16), propuso entonces un modelo matemático para la difusión de cafeína que puede aplicarse al de todas las sustancias solubles según lo expone Voilley (18); de esta forma, en el proceso de extracción en la preparación de una bebida de café la cantidad de sustancias solubles que abandonan una partícula por unidad de tiempo (J) puede expresarse como:

$$J = \frac{\pi r^3 k (c' - c)}{3}$$

Donde c' y c son las concentraciones al interior de la partícula y en el agua respectivamente, k es un término difusivo y r es el radio de la partícula. La presencia del r^3 en esta ecuación significa que lo importante es el volumen y por tanto, volviendo a las observaciones de Svarovsky (17), debe seleccionarse un método de medida en donde se involucren las tres dimensiones de la partícula.

De acuerdo con lo anterior, la técnica de tamizado no es la más apropiada para determinar el tamaño de las partículas de café puesto que aunque se mide su volumen, la medición depende de la forma en que las partículas se acomoden al momento de atravesar la malla,

además de los problemas que ya se han mencionado.

Es mucho más adecuado utilizar un método en donde se mida el volumen en cualquier ubicación como ocurre con el uso de la técnica de difracción de rayos láser, la cual además posee una alta precisión y un amplio rango de medición. Los instrumentos de medición por difracción de rayos láser constan de un banco óptico equipado con un láser de baja potencia de longitud de onda visible, un arreglo de lentes, un fotodetector, un receptor y un convertidor-amplificador análogo a digital enlazado a un microprocesador y a un monitor (1, 14). Este tipo de tecnología, desarrollada en los últimos 30 años aplica el principio de que entre menor es el tamaño de la partículas mayor es el ángulo de difracción y menor la intensidad de la luz difractada; partículas grandes difractan una luz intensa en pequeños ángulos (13).

El principal objetivo de esta investigación fue definir unas condiciones de operación en un equipo de determinación granulométrica por la técnica de difracción de rayos láser, para la medición del tamaño de partícula de café tostado y molido. Para este fin, se realizaron mediciones en un equipo CILAS 940 Liquid, el cual cubre un rango de tamaños entre 0,5 y 2.000 μ m, más que suficiente para los niveles de molienda definidos en Colombia en la NTC 3534 (11).

MATERIALES Y MÉTODOS

Materia Prima. Se utilizó café verde de la variedad Colombia tipo consumo (6), suministrado por la Estación Central Naranjal - Cenicafé.

Localización. La tostación y posterior molienda de la materia prima se llevó a cabo en los laboratorios de la disciplina de industrialización de Cenicafé y los análisis por difracción

de rayos láser en los laboratorios a los que tiene acceso la compañía Ostos&Ostos en Bogotá.

Equipos. La tostación se llevó a cabo a 260°C en un tostador diseñado y fabricado en el Laboratorio de Investigaciones de la Química del Café LIQC, con capacidad para un kilo. La determinación del grado de tostión se hizo con un colorímetro Quantic IR-800 según la NTC 2442 (10). La molienda se realizó en un molino LaSanMarco SM-90. El análisis por difracción de rayos láser se realizó en un equipo CILAS 940 Liquid. Se aseguró la homogeneidad de las muestras previa a su análisis, utilizando un equipo Sieving Riffler de marca Quantachrome.

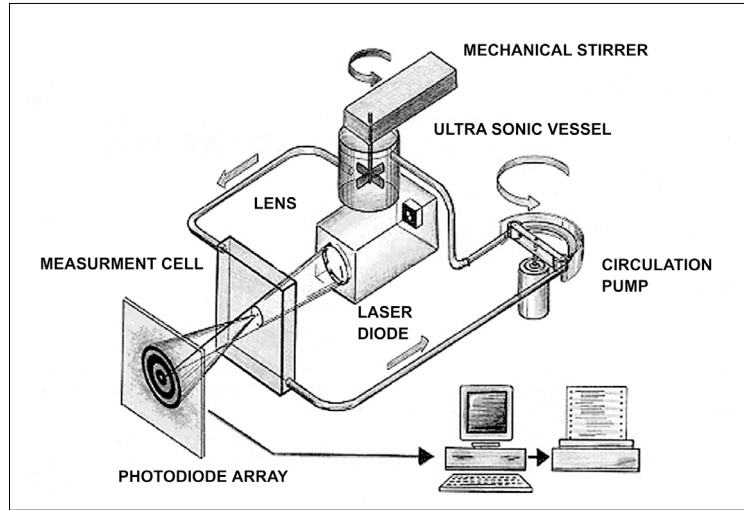
Este proyecto se dividió en tres etapas así:

Etapas I: Determinación de las condiciones de operación. El funcionamiento del equipo CILAS 940 Liquid puede resumirse en la Figura 1 (5).

La muestra se colocó dentro de un compartimento en un medio líquido y se sometió a una agitación corta de unos 20s, para que la dispersión fuera completa. Luego se hizo circular por el sistema de manera que atravesara una celda sobre la cual actúa un rayo láser. La medida de la difracción de este rayo es captada por un sensor que la transforma a diámetro de las partículas, reportándose finalmente la curva de distribución de tamaño de partícula para el polvo analizado tanto diferencial como acumulada.

El equipo adicionalmente permite, en el caso de polvos que se aglomeren, aplicar ultrasonido para mejorar la dispersión tanto en la agitación inicial como al momento de la medición. Generalmente en este tipo de equipos las partículas se dejan interactuar con el rayo láser durante 20s, periodo en el cual son medidas 1.000 veces (1), y los resultados se promedian. Antes de agregar la muestra al

Figura 1.
Esquema detallado
de funcionamiento del
equipo CILAS 940
Liquid



compartimento es necesario realizar una medida inicial del medio dispersante que luego es sustraída de la medición final de las partículas. De esta forma, se eliminan los efectos de luz desorientada, destellos, partículas presentes en el medio dispersante y demás (15).

En esta etapa se realizaron ensayos que permitieron seleccionar un medio acuoso sobre el cual realizar la dispersión de las partículas de café tostado y molido sin que éstas se vean afectadas en su tamaño; además, se determinó si es apropiado utilizar ultrasonido durante la dispersión y la medición como ayuda en la ruptura de posibles aglomerados de partículas. Con este fin se evaluó el comportamiento de dos fluidos: agua e isopropanol, seleccionando aquel en donde se observaran una fácil y apropiada dispersión y realizando además con cada uno de ellos mediciones con y sin el uso de ultrasonido. En esta etapa las mediciones se realizaron a café tipo consumo, tostado oscuro y molido fino. Se utilizó café de estas características de tosti3n y molienda por ser las que más inconsistencias presentan

en la determinación granulométrica por la técnica de tamizado.

En las mediciones realizadas con la técnica de difracción de rayos láser es necesario tener precaución con la cantidad de muestra adicionada al compartimento o que se dispersa en el medio acuoso. Si se agrega una muy poca cantidad la señal de la difracción del rayo captada por los sensores es muy débil y no es posible obtener resultados. Si en cambio, se adicionan cantidades muy altas de muestra se produce un efecto denominado múltiple dispersión, en el cual, la luz difractada por una partícula no alcanza el detector directamente porque es difractada por otra partícula produciendo errores graves en la medición (15). Para el caso del equipo CILAS 940 Liquid la cantidad de muestra que debe adicionarse está relacionada con una variable denominada concentración, la cual debe tomar valores entre 10 y 300 para que la señal sea suficiente para realizar una buena medición sin que ocurra el fenómeno de múltiple difracción. A partir de algunos ensayos preliminares se determinó que

la cantidad de muestra de café tostado y molido debe estar entre 0,2 y 0,5g, con el fin de respetar los valores de concentración manejados por el equipo.

Etapa II: Estudio de la influencia del medio dispersante seleccionado en la operación.

Después de seleccionar el medio dispersante apropiado para la medición, fue necesario determinar si éste reaccionaba con las partículas o afectaba de alguna manera su tamaño. Se tomaron entonces fotografías a 30 partículas de café tostado y molido; a cada una de ellas se le tomaron 5 fotos en su estado normal y 5 después de haber sido sumergidas y agitadas en el medio dispersante seleccionado (proceso similar al realizado en el equipo CILAS 940 L). Posteriormente, a las 300 fotos obtenidas se les midió el diámetro promedio, utilizando un analizador de imágenes dotado con el software Image Pro Plus 4. Los valores de diámetro promedio antes y después del contacto con el medio dispersante para el total de partículas medidas se sometieron a una prueba de T pareada con el fin de determinar si el contacto del café

con dicho fluido afecta el tamaño de las partículas.

Etapa III: Mediciones a varios niveles de molienda. Una vez que se estableció completamente esta tecnología de difracción de rayos láser para la medición del tamaño de partícula de café tostado y molido se realizaron algunas mediciones a muestras de café de diferentes moliendas: grueso, medio y fino, con el fin de verificar el buen desempeño de dicha metodología.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Etapa I: Determinación de las condiciones de operación. En la Figura 2 se presenta la comparación entre las curvas del porcentaje acumulado respecto al diámetro, halladas cuando la medición se realiza dispersando el café en los dos medios líquidos: agua e isopropanol. Allí puede observarse que para el mismo tipo de café, en iguales condiciones de tostación y molienda, la medición realizada dispersando

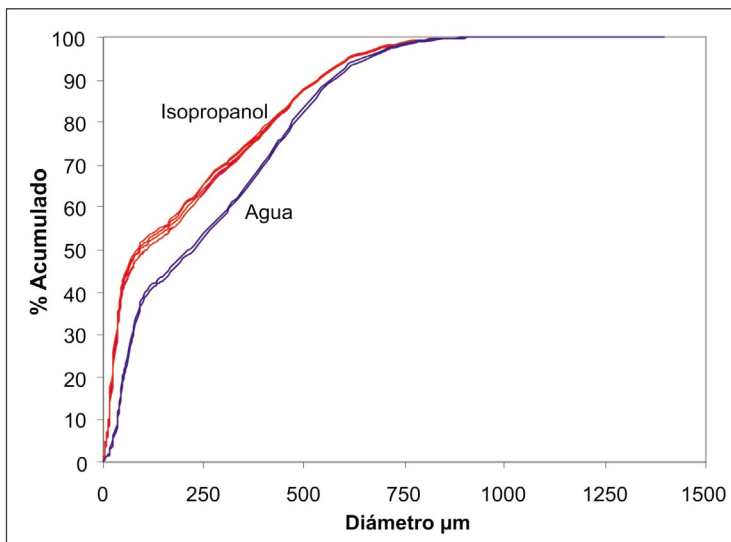


Figura 2. Comparación entre agua e isopropanol como medios dispersantes sin el uso de ultrasonido.

el café en isopropanol muestra una mayor cantidad de partículas finas. Esto se debe a que la dispersión en isopropanol es mucho mejor, ya que este fluido humedece más rápidamente las partículas. Cuando se agrega café al compartimento con isopropanol rápidamente se humedece y cae al fondo; luego con la posterior agitación las partículas se separan y se dispersan por el compartimento. En cambio, cuando se agrega café al compartimento con agua tiende a permanecer flotando en la superficie y con la agitación una porción de

café no se dispersa ya que queda adherida a la parte superior del compartimento y al vástago del agitador. Estos hechos llevan a concluir que el mejor medio de los evaluados, sobre el cual realizar la dispersión es el isopropanol.

En las Figuras 3 y 4 se contrastan los resultados del porcentaje acumulado contra el diámetro, hallados con el uso y el no uso de ultrasonido durante la dispersión en isopropanol y agua, respectivamente. En ambas gráficas pueden hacerse dos observaciones importan-

Figura 3. Comparación entre las distribuciones del porcentaje acumulado para la dispersión en agua con el uso de ultrasonido durante la agitación inicial, y sin usarlo.

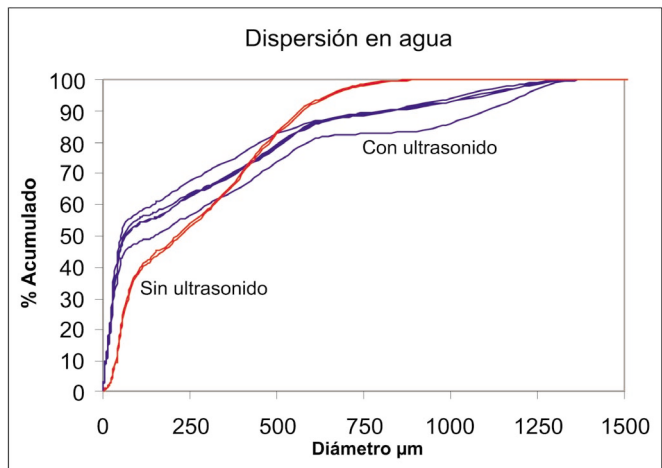
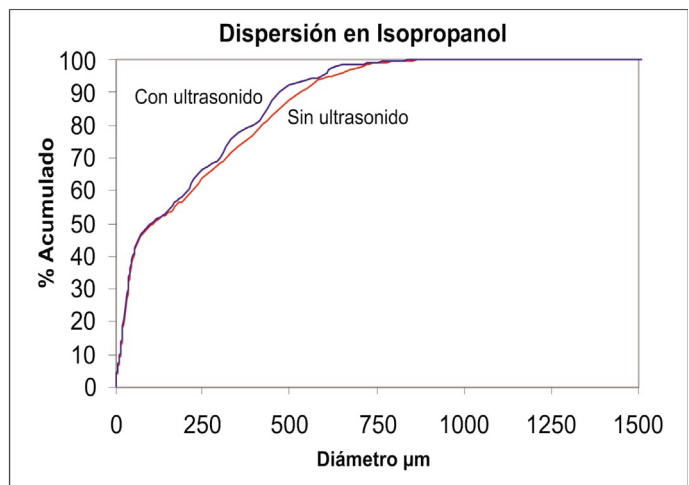


Figura 4. Comparación entre las distribuciones del porcentaje acumulado para la dispersión en isopropanol con el uso de ultrasonido durante la agitación inicial, y sin usarlo.



tes con respecto a las curvas obtenidas con el uso de ultrasonido; la primera es que se presentan una gran cantidad de partículas finas y la segunda es que estas curvas (para el caso de agua en donde se realizaron varias mediciones) tienen un comportamiento muy diferente entre sí, hecho que se contrasta con la gran similitud de las curvas halladas para ambos fluidos sin el uso de ultrasonido.

Se realizó un ensayo adicional en el cual no sólo se usó el ultrasonido para los 20s de agitación sino que se dejó actuar además durante los 20s de la medición, para el caso de la medición con agua. En esta curva (Figura 5) se presentaron en gran cantidad finos; este fenómeno permitió concluir que el ultrasonido posee una

acción bastante fuerte sobre las partículas de café y las rompe en muchas pequeñas partículas; su acción es por tanto nociva a la medición y no debe emplearse.

Los resultados hallados indican que la mejores condiciones para realizar la medición son: emplear isopropanol como medio sobre el cual dispersar el café y no utilizar ultrasonido ni durante la agitación, ni durante la medición.

Etapa II. En la Figura 6 se presentan las 5 fotografías tomadas antes y las 5 después del contacto con isopropanol para una de las 30 partículas medidas. Como ya se había mencionado, a cada imagen se le determinó el diámetro

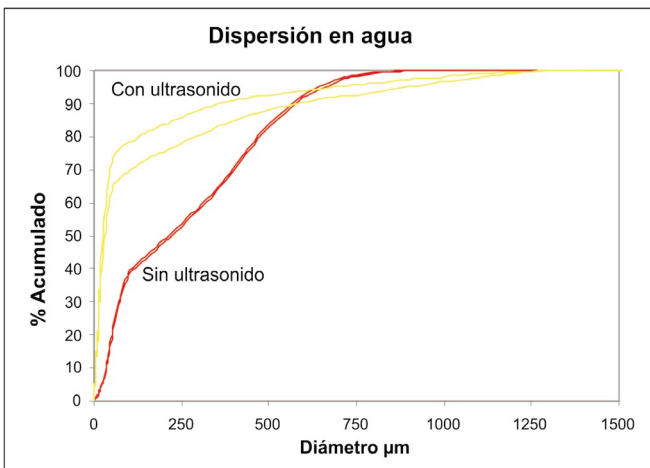


Figura 5. Comparación entre las distribuciones del porcentaje acumulado para la dispersión en agua, con el uso de ultrasonido durante la agitación inicial y la medición y sin usarlo.

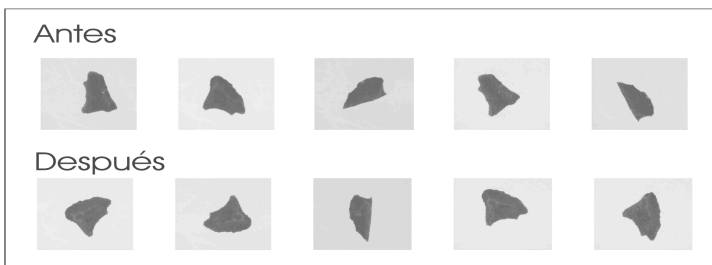


Figura 6. Fotografías antes y después del contacto con isopropanol. Partícula #10

metro medio utilizando el software Image Pro Plus 4. Los valores de diámetro promediados de las 5 fotos antes y después del contacto con isopropanol para cada partícula, se presentan en la Tabla 1. Al total de datos (150 parejas formadas cada una por un valor de diámetro antes y después del tratamiento con isopropanol, 5 parejas por partícula) obtenidos para las 30 partículas se les aplicó una prueba de T pareada cuyos resultados se presentan en la Tabla 2.

Estos resultados muestran que no existe diferencia significativa entre los diámetros de las partículas medidos antes y después del contacto con isopropanol, lo que indica que éste no afecta el tamaño del café tostado y molido en la medición por difracción de rayos láser.

Etapa III. Las Figuras 7, 8 y 9 corresponden a mediciones realizadas a moliendas fina, media y gruesa utilizando la metodología previamente estandarizada. Es importante destacar la capacidad de la técnica de difracción de rayos láser para cubrir completamente los rangos de molienda, y la alta similitud entre las curvas halladas para cada caso (en la Figura 7 se hallan graficadas 9 mediciones y en las Figuras 8 y 9, 3 mediciones en cada una).

La tecnología de difracción de rayos láser permite medir la real distribución de tamaño de partícula de café tostado y molido de manera rápida y tiene la ventaja de realizar una medición precisa, incluso a partículas por debajo de los 100µm, en donde el tamizado para este

Tabla 1. Valores de diámetro promedio para 30 partículas de café tostado y molido

Partícula	1a	1d	2a	2d	3a	3d	4a	4d	5a	5d	6a	6d
Diámetro medio	0,399	0,390	0,233	0,231	0,253	0,261	0,356	0,348	0,178	0,183	0,400	0,406
Partícula	7a	7d	8a	8d	9a	9d	10a	10d	11a	11d	12a	12d
Diámetro medio	0,337	0,325	0,535	0,539	0,329	0,330	1,088	1,140	0,477	0,455	0,591	0,581
Partícula	13a	13d	14a	14d	15a	15d	16a	16d	17a	17d	18a	18d
Diámetro medio	0,405	0,392	0,484	0,498	0,574	0,565	0,925	0,975	0,554	0,545	0,449	0,442
Partícula	19a	19d	20a	20d	21a	21d	22a	22d	23a	23d	24a	24d
Diámetro medio	0,280	0,275	0,494	0,522	0,462	0,464	0,658	0,637	0,623	0,650	0,351	0,354
Partícula	25a	25d	26a	26d	27a	27d	28a	28d	29a	29d	30a	30d
Diámetro medio	0,499	0,489	0,475	0,475	0,393	0,384	0,517	0,513	0,134	0,139	0,765	0,797

Tabla 2. Prueba de T comparación del diámetro de partícula antes y después del contacto con isopropanol

Variable Analizada: Diff = Ddes - Dant			
Media	Error estándar	T	Prob > T
-0,0015	0,00385	-0,391	0,6959

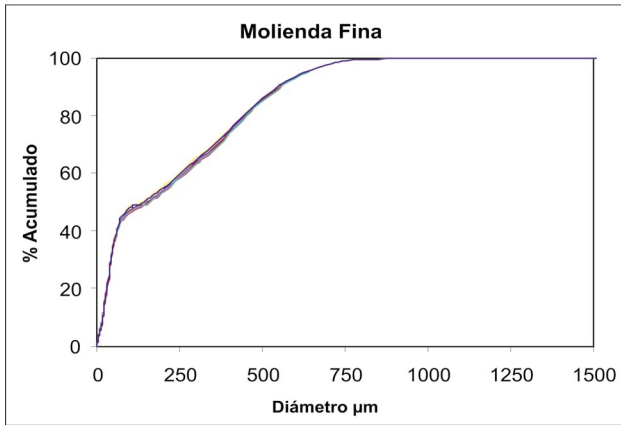


Figura 7.
Medición de una molienda fina en un CILAS 940 L.

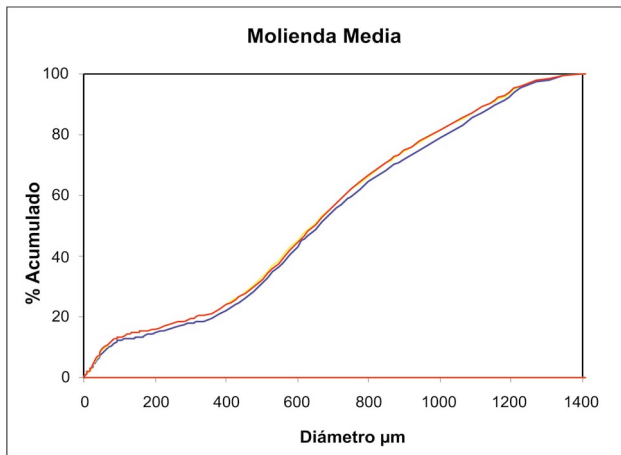


Figura 8.
Medición de una molienda media en un CILAS 940 L.

Figura 9.
Medición de una molienda gruesa en un CILAS 940 L.

tipo de material tan adhesivo y aglomerable no logra hacerlo.

Se determinó que las mejores condiciones para realizar la medición del tamaño de partícula de café tostado y molido resultan utilizando un equipo CILAS 940 Liquidson, con isopropanol como medio dispersante. La cantidad de muestra debe ser entre 0,2 y 0,5g, que se dispersan en 500ml de isopropanol. No emplear ultrasonido durante ningún momento de la medición. Realizar una agitación inicial de 20s y dejar luego interactuar las partículas con el láser (medición) por un tiempo de 20 seg. El isopropanol puede recuperarse filtrándolo o de manera más completa destilándolo. La medida se debe realizar a temperatura ambiente.

AGRADECIMIENTOS

Los autores manifestamos su agradecimientos al Ingeniero Marco Uriel Ostos de la Compañía Ostos&Ostos Ltda, a la Dra Lucelly Orozco Gallego. Al Ing Luis Ignacio Rodríguez V, a la Dra Irma Milena Mayorga y a la Fabrica de Café Liofilizado.

LITERATURA CITADA

1. ALLEN, T. Particle size measurement. Vol. 1. 5. ed. London, Chapman and Hall, 1997. 2 Vols. (Powder Technology Series).
2. CASTAÑO, J.J.; TORRES, M.L. Dependencia de los parámetros granulométricos, con el peso y el tiempo de tamizado. Chinchiná, Cenicafé, 1997. 20 p.
3. CASTAÑO, J.J.; TORRES, M.L. Dependencia de los parámetros granulométricos, del peso empleado para tamizado. Chinchiná, Cenicafé, 1997. 26 p.
4. CLARK, R.J.; MACRAE, R. Coffee: Technology. London, Elsevier Applied Science, 1987. 321 p.
5. COMPAGNIE INDUSTRIELLE DES LASERS - CILAS. MARCOUSSIS. FRANCE. Particle size analyser. Marcoussis, CILAS, s.f. 6 p.
6. FEDERACION NACIONAL DE CAFETEROS - FNC. BOGOTA. COLOMBIA. Normas sobre la calidad del café. Bogotá, FNC, 1988. 4 p.
7. GUEVARA B., R.A. Caracterización granulométrica del café tostado y molido colombiano. Manizales, Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ingeniería y Arquitectura, 2000. 131 p. (Tesis: Ingeniero Químico).
8. ILLY, A.; VIANI, R. Espresso Coffee. The chemistry of quality. London, Academic Press, 1995. 253 p.
9. INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS - ICONTEC. BOGOTA. COLOMBIA. Café tostado y molido. Método para la determinación el Tamaño de partícula. Bogotá, ICONTEC, 1996. 7 p. (Norma Técnica NTC N° 2441).
10. INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS - ICONTEC. BOGOTA. COLOMBIA. Café tostado y molido. Determinación del grado de tostiión. Método infrarrojo. Bogotá, ICONTEC, 1988. 2 p. (Norma Técnica NTC N° 2442).
11. INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS - ICONTEC. BOGOTA. COLOMBIA. Café tostado y molido. Bogotá, ICONTEC, 1998. 7 p. (Norma Técnica NTC N° 3534).
12. LEÓN, R. Propuesta para la designación del grado de molienda del café colombiano con fines normativos. Bogotá, Corporación Tecnológica de Bogotá, 1997. 114p.
13. PUGH, D. Grounds for divorce. Inglaterra, Malvern Instruments, s.f. 7 p.
14. RAWLE, A. The basic principles of particle size analysis. Inglaterra. Malvern Intruments, s.f. 8p
15. RAWLE, A. The Malvern analysis table. Inglaterra. Malvern Instruments, s.f. 4 p.
16. SPIRO, M.; SELWOOD, R. M. The Kinetics and mechanism of caffeine infusion from coffee: The effect of particle stize. Journal of the

Science of Food and Agriculture. 35(8): 915-924.1984.

17. SVAROVSKY, L. Characterization of powders. *In*: RHODES, M.J. ed. Principles of powder

technology. New York, John Wiley & Sons, 1990. p.35-69.

18. VOILLEY, A.; SIMATOS, P. Modelling the solubilization process during coffee brewing. *Journal of Food Process Engineering* 3(4): 185-198. 1980.