

Estudio Comparativo de Métodos Empleados para la Determinación de Humedad de Varias Matrices Alimentarias

Diego F. Tirado*, Piedad M. Montero, Diofanor Acevedo

Universidad de Cartagena, Facultad de Ingeniería, Departamento de ingeniería de Alimentos, Avenida el Consulado, Calle 30 No. 48-152. Cartagena, Bolívar-Colombia (e-mail: dtiradoa@unicartagena.edu.co)

* autor a quien debe ser dirigida la correspondencia

Recibido Mar. 31, 2014; Aceptado Jun. 6, 2014; Versión final recibida Jun. 18, 2014

Resumen

El objetivo del presente trabajo fue evaluar el efecto de la masa de la muestra y del tipo de método usado en la determinación del porcentaje de humedad de diferentes matrices alimentarias. Para la determinación de humedad por el método de mufla se siguieron las normas colombianas para cada producto en particular por triplicado: la norma AOAC para ahuyama y mango; la norma NTC 2558 para café y la norma NTC 1663 para salchicha. Estos se compararon con el método de analizador de humedad de halógenos. Se comprobó que la masa de la muestra es un factor influyente en la determinación de humedad por los dos métodos utilizados, ya que se presentaron diferencias estadísticamente significativas en algunos productos estudiados. Sin embargo, entre los dos métodos no se encontró diferencias significativas en la determinación del porcentaje de humedad. Esto permitió comprobar que el método estandarizado del analizador de humedad es fiable para la determinación de este parámetro.

Palabras clave: determinación de humedad, porcentaje de humedad, método de mufla, analizador de humedad de halógenos

Comparative Study of Methods for Moisture Determination of Several Food Matrices

Abstract

The objective of this study was to evaluate the effect of the mass of the sample and the type of method used in determining the moisture content of different food matrices. For moisture determination by the muffle method the Colombian norms were followed for each particular product by triplicate: the AOAC norms for squash and mango; the NTC 2558 norm for coffee and the NTC 1663 norm for sausage. These were compared with the halogen moisture analyzer method. It was found that the mass of the sample is an important factor in the determination of moisture by the two methods used, since there were statistically significant differences in some products studied. However, between the two methods no significant differences in determining the percentage of moisture were found. This allowed demonstrating that the standardized moisture analyzer method is reliable for the determination of this parameter.

Keywords: moisture determination, moisture, muffles method, halogen moisture analyzer

INTRODUCCIÓN

Poder determinar el contenido de humedad de un alimento rápidamente puede optimizar de manera significativa un proceso de fabricación. La humedad puede influir en gran medida la fluidez de un material, compresibilidad, y cohesividad. En las industrias agrícolas y alimentarias, la humedad excesiva puede conducir a productos maltratados y podridos (Austin *et al.*, 2013). La mayoría de los métodos tradicionales para determinar el contenido de humedad son demorados, invasivos y requiere mano de obra intensiva. El método más común para determinar el contenido de humedad es analíticamente a través de la pérdida de peso mediante el método de secado en mufla o estufa, en el que el contenido de humedad se determina a partir del cambio de peso de la muestra después de la evaporación del agua absorbida en el horno (Austin *et al.*, 2013). Otros métodos incluyen la valoración de Karl Fischer, calorimetría diferencial de barrido y el microondas (Corredor *et al.*, 2011; Arimi *et al.*, 2010; Yang *et al.*, 2010). Estos métodos carecen de la capacidad para determinar el contenido de humedad de una muestra *in situ*. Además, cada uno de estos métodos destruye la muestra a ensayar. En contraste con la mayoría de los otros métodos utilizados para determinar el contenido de humedad, la luz halógena ha demostrado ser no invasivo, más rápido y muy preciso (Lin y Pascall, 2013; Austin *et al.*, 2013).

Algunos autores han tratado de encontrar métodos alternativos para la determinación de la humedad que hagan más fácil y eficaz el proceso. Los hornos microondas se han usado para la determinación rápida de humedad en el laboratorio. García *et al.*, (2012) usaron horno microondas en la determinación de contenido de humedad de yuca, ñame y plátano. Estos autores afirman que en la caracterización y procesamiento de productos agrícolas, el contenido de humedad es una de las principales características físicas a ser determinadas, sin embargo requiere normalmente de varias horas para conocer los resultados. Estos investigadores compararon dos técnicas para determinar el contenido de humedad de yuca, ñame y plátano verde. La técnica denominada aquí convencional (AOAC N° 925.09 y AOAC 925.10) y la técnica del horno microondas. Los resultados mostraron que no hubo diferencia entre las técnicas aplicadas, sugiriendo el empleo del horno microondas por razones relacionadas al tiempo de exposición, eficiencia y practicidad en la determinación del contenido de humedad de productos agrícolas. Otro autores han encontrado que no existen diferencias entre los resultados obtenidos en el equipo de microondas y los métodos de la A.O.A.C. (Gorakhurwalla *et al.*, 1975; Kraszewski *et al.*, 1991; Kress-Rogers y Kent, 1987; Valentini *et al.*, 1998; Bouraoui *et al.*, 1993).

Otras tecnologías emergentes para la determinación de humedad en alimentos se encuentran el uso de luz infrarroja (Mantanus *et al.*, 2009), resonancia magnética nuclear (RMN) (Sorland *et al.*, 2004) y métodos volumétricos como el de Karl Fischer en determinado tipo de alimentos (Gallina *et al.*, 2010). Teniendo en cuenta que la determinación de humedad por el método de mufla es un método muy extenso ya que en el protocolo existen actividades que pueden afectar dicha determinación como pueden ser la tara de crisoles, la manipulación de la muestra y el medio ambiente, los cuales son factores que influyen directamente en la determinación del porcentaje de humedad ocasionando mediciones del peso incorrectos (Sánchez, 2007). De acuerdo a lo anterior, el objetivo del presente trabajo fue evaluar el efecto del peso de la muestra y del tipo de método usado en la determinación del porcentaje de humedad de ahuyama, mango, café y salchicha, con el fin de poder validar el método de determinación de humedad por lámpara de luz halógena.

MATERIALES Y MÉTODOS

Esta sección se presenta organizada en seis subsecciones: materias primas, determinación de humedades patrones, determinación de humedad por analizador de humedad de halógenos, tratamiento de la muestra, efecto del peso de la muestra y método utilizado en la determinación de humedad y análisis estadístico

Materias primas

Para el presente estudio se utilizaron muestras de ahuyama, mango verde, café semitostado y salchicha. Estas fueron escogidas aleatoriamente tratando de escoger matrices alimentarias diferentes. Las muestras fueron adquiridas en el comercio de la ciudad de Cartagena.

Determinación de humedades patrones

Para la realización de la determinación de humedad por el método de mufla se siguieron las normas de nuestro país para cada producto en particular por triplicado, así: AOAC (2003) para ahuyama y mango; NTC 2558 (2000) para café y NTC 1663 (2009) para salchicha. En la Tabla 1 se especifican las características de cada uno de estos protocolos.

Determinación de humedad por analizador de humedad de halógenos

Para este análisis se utilizó un analizador de humedad de halógenos modelo MB-35 de la marca Ohaus, el cual tiene un rango de temperatura entre 50 y 160 °C, un ajuste de tiempo de operación y utiliza como fuente calorífica halógeno. Presenta una sensibilidad de 0,01% de humedad y no presenta variabilidad de la temperatura programada por ser de alta precisión. Este se debe dejar 10 minutos en reposo entre análisis con el fin de que el equipo no sufra daños y evitar interferencias entre el primer análisis y los subsecuentes. La temperatura que se usó para este análisis fue de 105 °C hasta peso constante de la muestra.

Tratamiento de la muestra

Las muestras de ahuyama, mango y salchicha fueron refrigeradas a 4 °C, mientras que el café y extracto de levadura se mantuvieron en campana desecadora a temperatura ambiente. Todos los productos se conservaron en sus respectivos empaques hasta el momento del análisis. Una vez retirada la muestra del empaque, y después de atemperar cuando fuese necesario, esta fue cortada en láminas para una mejor superficie de contacto. Posterior a ello, se pesó la muestra y se ubicó en el dispositivo para el respectivo análisis (en la mufla se ubico en crisoles y para el analizador de humedad en el platillo).

Efecto del peso de la muestra y método utilizado en la determinación de humedad

Para la estandarización del protocolo en el analizador de humedad de halógenos se utilizó un peso comprendido entre los intervalos de 1 a 2, 2 a 3 y 3 a 4 g para ahuyama, mango, café y salchicha, y al final se ensayo con 5 g para todos los productos. Estos con el fin de comprobar si cualquier peso en un rango comprendido de 1 a 5 g se puede usar para el análisis de determinación de humedad por luz halógena. Mientras que para la comparación de los dos métodos se utilizó en estufa un peso de muestra de 5 g como lo indica la norma o procedimiento para cada producto en particular.

Análisis estadístico

A partir de la información recogida en una base de datos, los resultados fueron tratados y analizados a través del paquete *Statgraphics Centurion 16.1.15* utilizando la técnica análisis de la varianza.

Tabla 1: Características de protocolos de ensayo

Método	Alimento	Característica
A.O.A.C. (2003)	Ahuyama y mango	Fundamentado en el método A.O.A.C.23.003:2003. Esta técnica se basa en el principio de desecado del alimento en estufa a 105 °C hasta peso constante con intervalos de medida de cada dos horas, y quince minutos en campana de desecación luego de retirado de la estufa. Dependiendo de la humedad del alimento esta técnica puede tardar entre 4 y 10 horas para alcanzar el peso constante del producto.
NTC 2558 (2000)	Café	Esta norma especifica un método de rutina para la determinación de la pérdida en masa a 103 °C, del café tostado y molido. El principio se basa en el calentamiento de una porción de ensayo a 103±1 °C durante 2 horas a presión atmosférica aproximadamente.
NTC 1663 (2009)	Salchicha	Esta norma especifica el método de referencia y un método de rutina para la determinación del contenido de humedad de la carne y de los productos cárnicos. Se basa en el protocolo de determinación de humedad de carnes A.O.A.C. 950.46:2005. La técnica está basada en el principio de desecado en estufa a 105 °C que demora alrededor de cuatro horas para alcanzar el peso constante del producto.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se presentan resultados sobre la determinación de humedades patrones y del efecto del peso de la muestra y del método utilizado en la determinación de humedad en la ahuyama, en mango, en café y en salchicha

Determinación de humedades patrones

En la Tabla 2 se pueden observar los resultados de humedad por estufa obtenidos para cada producto. Estos resultados son cercanos a los reportados por el Instituto Colombiano de Bienestar Familiar en su Tabla de composición de alimentos colombianos: 92,7% para ahuyama; 87,40% para mango verde, 4,1 para café semitostado y 59,9% para salchicha.

Tabla 2: Porcentaje de humedad de productos por método convencional en estufa.

Producto	% Humedad
Ahuyama	95,34±0,01
Mango	84,57±1,16
Café	4,33±0,187
Salchicha	57,32±0,58

Efecto del peso de la muestra y método utilizado en la determinación de humedad en la ahuyama.

El análisis de la varianza (ANOVA un factor) indicó que para los pesos iniciales usados no existen diferencias estadísticamente significativas a un nivel de confianza del 95% en la determinación de humedad por el método de luz halógena con un *Valor-P* de 0,7380, indicando que el peso inicial no influye en la determinación de humedad, por lo tanto, se puede utilizar entre 1 y 5 g para realizar este análisis. Los resultados del porcentaje de humedad obtenidos por el método convencional (estufa) y el analizador de humedad se muestran en la Figura 1. Se puede observar que para todos los intervalos el porcentaje de humedad obtenido es similar.

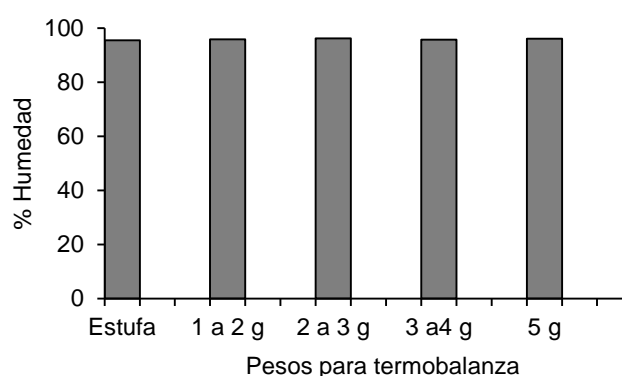


Fig. 1: Comparación de porcentaje de humedad de ahuyama por diferentes métodos

Puesto que el *Valor-P* resultó ser 0,0828, y no fue menor que 0,05. El análisis de la varianza (ANOVA multifactorial) indicó que no existen diferencias estadísticamente significativas a un nivel de confianza del 95% en la determinación de humedad por los dos métodos, indicando que estos no influyen en el análisis. En la Figura 2 se muestran los resultados obtenidos al agrupar los porcentajes de humedad del método convencional (Estufa) y el de la estufa halógena al agrupar los diferentes intervalos de peso, para cada método. Allí se puede observar que la humedad obtenida en la ahuyama es similar en los dos métodos. El análisis de la varianza confirma lo observado, pues entre los dos métodos no existen diferencias estadísticamente significativas a un nivel de confianza del 95%. Por consiguiente el peso de la muestra ni el método utilizado no influyen en la determinación de humedad de la ahuyama a nivel general. Tal como lo reportaron otros autores con el uso de ayuda de horno microondas (Gorakhurwalla *et al.*, 1975; Kraszewski *et al.*, 1991; Kress-Rogers y Kent, 1987; Valentini *et al.*, 1998; Bouraoui *et al.*, 1993), luz infrarroja (Mantanus *et al.*, 2009), resonancia magnética nuclear (RMN) (Sorland *et al.*, 2004) y métodos volumétricos como el de Karl Fischer en determinado tipo de alimentos (Gallina *et al.*, 2010), encontrando que no existían diferencias entre los resultados obtenidos en el equipo de microondas y los métodos de la A.O.A.C., tal como lo indican los resultados expuestos en esta investigación.

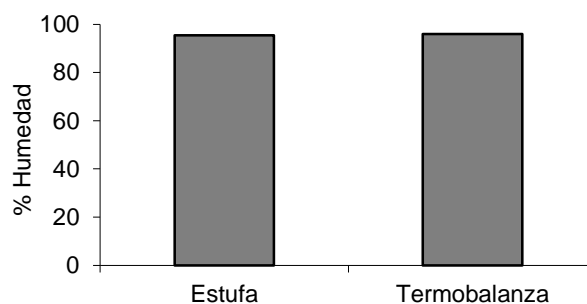


Fig. 2: Porcentaje de humedad promedio de la ahuyama obtenido por los dos métodos

Efecto del peso de la muestra y método utilizado en la determinación de humedad en mango

El análisis de la varianza (ANOVA un factor) indicó que para los pesos iniciales usados existen diferencias estadísticamente significativas a un nivel de confianza del 95% en la determinación de humedad por el método de luz halógena con un *Valor-P* de 0,0172, indicando que el peso inicial influye en la determinación de humedad. Los resultados del porcentaje de humedad obtenidos por el método convencional (estufa) y el analizador de humedad se muestran en la Figura 3.

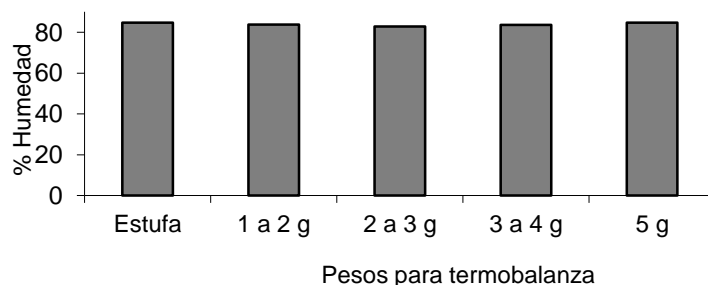


Fig. 3: Comparación de porcentaje de humedad de mango por diferentes métodos.

Con un *Valor-P* de 0,5163 el análisis de la varianza (ANOVA multifactorial) indicó que no existen diferencias estadísticamente significativas a un nivel de confianza del 95% en la determinación de humedad por los dos métodos, indicando que estos no influyen en el análisis. En la Figura 4 se muestran los resultados obtenidos al agrupar los porcentajes de humedad del método convencional (Estufa) y el de la estufa halógena al agrupar los diferentes intervalos de peso, para cada método. Allí se puede observar que la humedad obtenida en el mango es similar en los dos métodos. El análisis de la varianza confirma lo observado, pues entre los dos métodos no existen diferencias estadísticamente significativas a un nivel de confianza del 95%. Aunque el peso de la muestra si, el método no influye en la determinación de humedad del mango a nivel general.

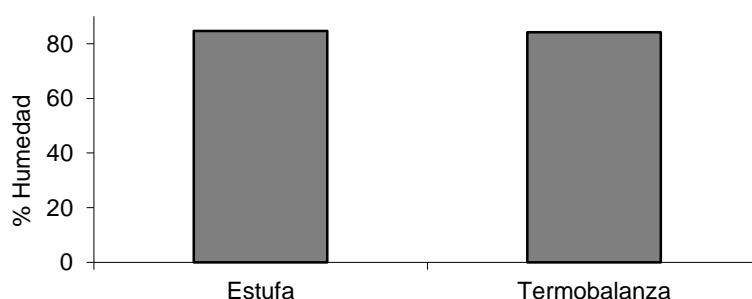


Fig. 4: Porcentaje de humedad promedio del mango obtenido por los dos métodos

Efecto del peso de la muestra y método utilizado en la determinación de humedad en café

El análisis de la varianza (ANOVA un factor) indicó que para los pesos iniciales usados no existen diferencias estadísticamente significativas a un nivel de confianza del 95% en la determinación de humedad por el método de luz halógena con un *Valor-P* de 0,4377, indicando que el peso inicial no influye en la determinación de humedad, por lo tanto, se puede utilizar entre 1 y 5 g para realizar este análisis. Los resultados del porcentaje de humedad obtenidos por el método convencional (estufa) y el analizador de humedad se muestran en la Figura 5. Se puede observar que para todos los intervalos el porcentaje de humedad obtenido es similar.

El análisis de la varianza (ANOVA multifactorial) indicó que no existen diferencias estadísticamente significativas a un nivel de confianza del 95% en la determinación de humedad por los dos métodos, indicando que estos no influyen en el análisis. Para el caso particular del café, *Valor-P* fue de 1,0000 lo cual indica que no hay ningún tipo de diferencia en la aplicación de ambos métodos. En la Figura 6 se muestran los resultados obtenidos al agrupar los porcentajes de humedad del método convencional (Estufa) y el de la estufa halógena al agrupar los diferentes intervalos de peso, para cada método. Allí se puede observar que la humedad obtenida en la café es idéntica en los dos métodos. El análisis de la varianza confirma lo observado, pues entre los dos métodos no existen diferencias estadísticamente significativas a un nivel de

confianza del 100 %. Por consiguiente tanto el peso de la muestra como el método no influyen en la determinación de humedad del café a nivel general.

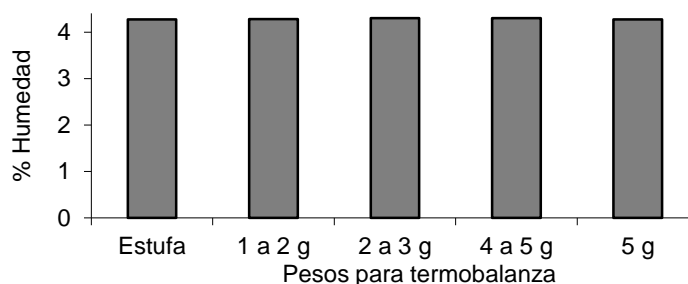


Fig. 5: Comparación de porcentaje de humedad de café por diferentes métodos.

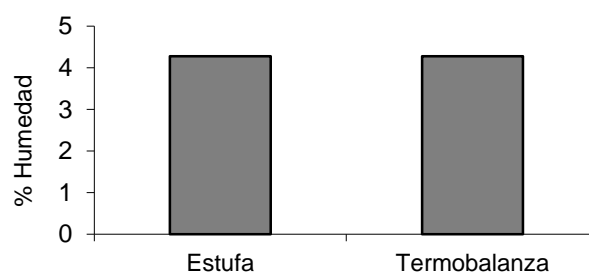


Fig. 6: Porcentaje de humedad promedio del café obtenido por los dos métodos

Efecto del peso de la muestra y método utilizado en la determinación de humedad en salchicha

El análisis de la varianza (ANOVA un factor) indicó que para los pesos iniciales usados existen altas diferencias estadísticamente significativas a un nivel de confianza del 95% en la determinación de humedad por el método de luz halógena con un *Valor-P* de 0,0000, indicando que el peso inicial influye altamente en la determinación de humedad. Los resultados del porcentaje de humedad obtenidos por el método convencional (estufa) y el analizador de humedad se muestran en la Figura 7.

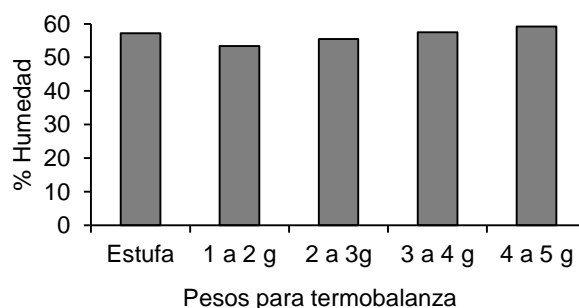


Fig. 7: Comparación de porcentaje de humedad de salchicha por diferentes métodos.

Con un *Valor-P* de 0,8770 el análisis de la varianza (ANOVA multifactorial) indicó que no existen diferencias estadísticamente significativas a un nivel de confianza del 95% en la determinación de humedad por los dos métodos, indicando que estos no influyen en el análisis. En la Figura 8 se muestran los resultados obtenidos al agrupar los porcentajes de humedad del método convencional (Estufa) y el de la estufa halógena al agrupar los diferentes intervalos de peso, para cada método. Allí se puede observar que la humedad obtenida en la salchicha es similar en los dos métodos. El análisis de la varianza confirma lo observado, pues entre los dos métodos no existen diferencias estadísticamente significativas a un nivel de confianza del 95%. Aunque el peso de la muestra si, el método no influye en la determinación de humedad de la salchicha a nivel general.

Los resultados de esta investigación coinciden por con los datos reportados por Sánchez (2007), quien pudo comprobar que el peso de la muestra es un factor influyente en la determinación de humedad por los dos

métodos, ya que se presentaron diferencias estadísticamente significativas, en algunos productos estudiados tales como chorizo y mortadela, y en nuestro caso para mango y salchicha. Según Mendonça *et al.*, (2007) estas diferencias se deben posiblemente a los tiempos de exposición para llegar al peso constante en cada producto. Además este mismo autor pudo establecer al igual que en esta investigación, que para todos los productos en su estudio, entre los dos métodos utilizados no hay diferencias significativas en la determinación del porcentaje de humedad. De igual manera Mendonça *et al.*, (2007), compararon algunos métodos de determinación de humedad con el Karl Fischer (KFT), en café verde. Los métodos probados fueron: (i) Norma ISO 6673 (secado en horno a 105 ° C durante 16 h), (ii) Método de referencia empleado por el Ministerio de Agricultura de Brasil (secado en horno a 105 ° C durante 24 h) y (iii) Secado por infrarrojos (IRD). Su trabajo arrojó que la comparación de todos los métodos con el KFT presenta resultados estadísticamente equivalentes ($p>0,05$) en el rango de contenido de humedad que es de interés para la comercialización del café verde en Brasil (8-13 g/100 g). Otros autores como Adam *et al.*, (2009) y Re *et al.*, (2006) han demostrado la igualdad entre un método de determinación de humedad y otro.

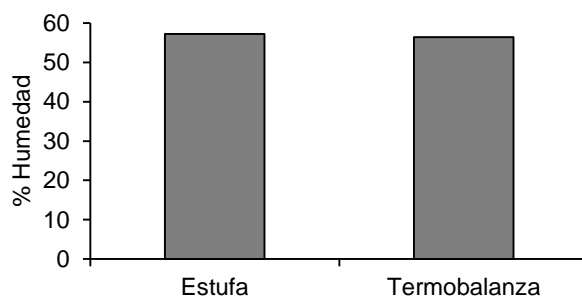


Fig. 8: Porcentaje de humedad promedio del café obtenido por los dos métodos

CONCLUSIONES

Se pudo comprobar que el peso de la muestra es un factor influyente en la determinación de humedad, ya que se presentaron diferencias estadísticamente significativas, en algunos productos estudiados tales como mango y salchicha. Comparando el tiempo utilizado para realizar la determinación de humedad por el método de mufla (6 a 7 horas) y el método por el analizador de humedad de halógenos, refleja que este último método optimiza el tiempo, gastos energéticos, talento humano y además se obtienen resultados muy fiables. Se pudo establecer que para todos los productos en estudio, entre los dos métodos no hay diferencias significativas en la determinación del porcentaje de humedad; lo cual es muy importante porque permitió comprobar que el método estandarizado del analizador de humedad es fiable para la determinación de este parámetro. Finalmente el método evaluado del analizador de humedad de halógeno, es un método muy fiable en la determinación de humedad y puede reemplazar el método tradicional de la mufla, la técnica NTC 1663 (2009) para salchichas y NTC 2558 (2000) para café, ya que no existieron diferencias estadísticamente significativas entre estos métodos y el uso de la lámpara de luz halógena.

REFERENCIAS

- Adam, M. y otros tres autores, Comparison of various methods for determination of water in white yoghurts, *Food Chemistry*: 115(3), 1069–1073 (2009).
- AOAC., Métodos de análisis de la asociación oficial de química analítica para determinar humedad, fibra, cenizas, grasa y proteína., Washington, U.S.A., Chapter 32: 1, 2, 5 y 14 (2003).
- Arimi, J.M. y otros cuatro autores, Effect of moisture content and water mobility on microwave expansion of imitation cheese, *Food Chemistry*: 121(2), 509–516 (2010).
- Austin, J. y otros tres autores, Utilizing microwaves for the determination of moisture content independent of density, *Powder Technology*: 236 (Special Issue), 17–23 (2013).
- Bouraoui, M., P. Richard y J. Fichtali, A review of moisture content determination in foods using microwave oven drying, *Food Research International*: 26(1), 49-57 (1993).
- Corredor, C.C., D.S. Bu y D. Both, Comparison of near infrared and microwave resonance sensors for at-line moisture determination in powders and tablets, *Analytica Chimica Acta*: 696(1–2), 84–93 (2011).

- Gallina, A., N. Stocco y A. Mutinelli, Titration to determine moisture in honey: A new simplified approach, *Food Control*, 21, 942–944 (2010).
- Gorakhurwalla, H., R. Ginty y C. Watson, Determining moisture content of grain using microwave energy for drying, *Journal Agricultural Engineering Resource*: 20, 319-325 (1975).
- Instituto Colombiano de Bienestar Familiar (ICBF), Tabla de composición de alimentos colombianos (2013), http://alimentoscolombianos.icbf.gov.co/alimentos_colombianos/consulta_alimento.asp Acceso: 17 de Septiembre (2013).
- Kraszewski, A., S. Nelson y T. You, Moisture content determination in single corn kernels by microwave resonator techniques, *Journal Agricultural Engineering Resource*: 48, 77-87 (1991).
- Kress-Rogers, E. y M. Kent, Microwave measurement of powder moisture and density, *Journal of Food Engineering*, 6, 345-376 (1987).
- Lin, S. y M. Pascall, Incorporation of vitamin E into chitosan and its effect on the film forming solution (viscosity and drying rate) and the solubility and thermal properties of the dried film, *Food Hydrocolloids*: Available online (In Press) (2012).
- Mantanus, J. y otros siete autores, Moisture content determination of pharmaceutical pellets by near infrared spectroscopy: method development and validation, *Analytica Chimica Acta*: 642, 186–192 (2009).
- Mendonça, J., A. Franca y L. Oliveira, A comparative evaluation of methodologies for water content determination in green coffee, *LWT - Food Science and Technology*: 40(7), 1300–1303 (2007).
- NTC 1663, Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (Colombia), Café tostado y molido. Determinación del contenido de humedad. Método por determinación de la pérdida en masa a 103 °C (Método de rutina). Primera actualización, Bogotá (2009).
- NTC 2558, Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (Colombia), Carne y productos cárnicos. Métodos de determinación del contenido de humedad. Método de referencia y método de rutina. Segunda actualización, Bogotá (2000).
- Reh, C.T. y otros tres autores, Water content determination in green coffee – Method comparison to study specificity and accuracy, *Food Chemistry*: 96(3), 423–430 (2006).
- Sánchez, A., Estudio comparativo de los métodos empleados para la determinación de humedad (mufla y analizador de humedad de halógenos) aplicado a producto cárnico tipo salchichón, mortadela, jamón y chorizo, Tesis de pregrado, Facultad de Ingenierías y Arquitecturas, Universidad de Pamplona, Pamplona, Colombia (2007).
- Sorland, G. y otros cuatro autores, Determination of total fat and moisture content in meat using low field NMR, *Meat Science*: 66, 543–550 (2004).
- Valentini, S.R.T., M.F.P. Castro y F.H. Almeida, Determinação do teor de umidade de milho utilizando aparelho de microondas, *Ciência e Tecnologia de Alimentos*: 18(2), 237-240 (1998).
- Yang, J. y otros tres autores, Rapid determination of the moisture content of milk powder by microwave sensor, *Measurement*: Available online (In Press, Accepted Manuscript) (2010).