





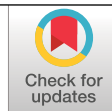


# DETERMINACIÓN DE COMPUESTOS QUÍMICOS DEL CAFÉ TOSTADO POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO CERCANO (NIRS)

Claudia Rocío Gómez Parra \*, Claudia Patricia Gallego Agudelo \*, Luz Fanny Echeverri Giraldo \*, Jenny Pabón Usaquén \*, Aristóteles Ortiz \*\*, Valentina Osorio Pérez \*\*\*

Gómez, C. R., Gallego, C. P., Echeverri, L. F., Pabón, J., Ortiz, A., & Osorio, V. (2023). Determinación de compuestos químicos del café tostado por Espectroscopia de Infrarrojo Cercano (NIRS). *Revista Cenicafé*, 74(1), e74104. <https://doi.org/10.38141/10778/74104>



Se desarrolló un modelo de calibración para la determinación de 13 compuestos químicos en café tostado; a partir de 100 muestras de café almendra provenientes de diez departamentos productores de café, las muestras fueron tostadas en tres grados diferentes de colorimetría, de acuerdo a la escala Agrtron/SCA: 85 (Claro), 55 (medio) y 35 (oscuro), para un total de 300 muestras. A estas muestras se le determinaron por química analítica los alcaloides (cafeína, trigonelina y teobromina), azúcares (sacarosa, glucosa y fructosa), ácidos grasos libres (palmitico, linoleico, oleico, esteárico, araquídico), lípidos y ácidos clorogénicos totales. Los resultados evidencian los cambios químicos que se generan en el café almendra verde por el proceso de tostación para los compuestos estudiados. La prueba t-student se realizó para los datos de referencia y los estimados por el modelo desarrollado; los compuestos evaluados presentaron un p-valor mayor a 0,05 lo que indica que no hay diferencia entre los valores medios obtenidos mediante análisis por química analítica de referencia y los obtenidos por la tecnología NIRS, el error relativo de predicción para todos los compuestos fue menor a 0,02%. Los resultados indican que la técnica de espectroscopia de infrarrojo cercano NIRS, es una técnica confiable y reproducible para la determinación de los 13 compuestos químicos en café tostado.

**Palabras clave:** Tueste, espectro, predicción, calibración, química, café, Cenicafé.

## DETERMINATION OF CHEMICAL COMPOUNDS OF ROASTED COFFEE BY NEAR-INFRARED SPECTROSCOPY (NIRS)

A calibration model was developed to determine 13 chemical compounds of roasted coffee; 100 coffee samples from 10 coffee-producing departments were roasted in three different colorimetry degrees according to the Agrtron/SCA scale: 85 (light), 55 (medium), and 35 (dark) for a total of 300 samples. Alkaloids (cafféine, trigonelline, and theobromine), sugars (sucrose, glucose, and fructose), free fatty acids (palmitic, linoleic, oleic, stearic, arachidic), lipids, and total chlorogenic acids were determined from these samples by analytical chemistry. The results showed the chemical changes generated in the green coffee beans by the roasting process for the compounds studied. The t-student test was performed for reference and estimated data by the developed model; the evaluated compounds had a p-value greater than 0.05. This indicates that there is no difference between the mean values obtained by analytical chemistry and those obtained by NIRS technology; the relative prediction error for all compounds was less than 0.02%. The results indicated that NIRS (Near-Infrared Spectroscopy) is a reliable and reproducible technique to determine the 13 chemical compounds in roasted coffee.

**Keywords:** Roast, spectrum, prediction, calibration, chemistry, coffee, Cenicafé.

\* Asistente de Investigación. Disciplina de Calidad, Centro Nacional de Investigaciones de Café, Cenicafé. <https://orcid.org/0000-0002-0685-8337>, <https://orcid.org/0000-0002-1532-8055>, <https://orcid.org/0000-0002-9866-6147> y <https://orcid.org/0000-0003-1576-2297>

\*\* Investigador Científico I. Disciplina de Fisiología, Cenicafé. <https://orcid.org/0000-0002-3242-1948>

\*\*\* Investigador Científico I. Disciplina de Calidad, Cenicafé. <https://orcid.org/0000-0002-1166-0165>



La técnica de espectroscopía de infrarrojo cercano (NIRS, por sus siglas en inglés), ha evolucionado en las últimas décadas considerándose hoy como una técnica analítica, precisa y reproducible para análisis cualitativo y cuantitativo en la industria agroalimentaria, farmacéutica, química y en otros sectores como en medicina y medio ambiente (Burns & Ciurczak, 2008; García Olmo, 2002; Williams & Norris, 1987). La técnica NIRS ha demostrado ser ideal para el análisis rápido o inmediato de una muestra, permitiendo en un tiempo, entre 2 y 3 minutos, el resultado de múltiples compuestos químicos o analitos de interés. Otras ventajas que ofrece es el bajo costo, la poca manipulación o transformación de la muestra, además no genera residuos peligrosos, lo que la convierte en una técnica amigable con el medio ambiente (García Olmo, 2002; Garrido, A., de la Roza, B., & Puigdomenech, A., 1999; Garrido-Varo et al., 2004; Perezmarín et al., 2007).

La espectroscopía de infrarrojo cercano se define como la medición de la longitud de onda e intensidad de la absorción de la luz infrarroja cercana, que realizan determinados componentes químicos de la muestra (Valenciaga et al, 2006). La luz infrarroja cercana comprende el rango de 700 a 2.500 nm y genera la energía suficiente para excitar sobretonos y combinaciones de vibraciones moleculares a altos niveles de energía. Se utiliza para medir grupos funcionales orgánicos, especialmente O-H, N-H y C=O (Givens, Boever, & Deaville, 1997; Valenciaga et al, 2006). Cuando la luz incide en la muestra, una parte de los fotones puede transmitirse a través de la misma, el resto es absorbida por los enlaces covalentes, que están acoplados con la frecuencia o longitud de onda exacta de la radiación lumínica (Cajarville et al., 2003; Mieres et al., 2000; Valenciaga et al, 2006). Al absorber energía, los enlaces de las moléculas vibran

cambiando el ángulo del enlace entre dos átomos; la absorción depende de los grupos moleculares y se estima con la diferencia entre la luz incidente y la reflejada o transmitida (Alomar & Fuchslocher, 1998; Bertrand & Dufour, 2006; García Olmo, 2002; Shenk et al., 1997; Valenciaga et al, 2006; Williams & Norris, 1987). La interacción de la energía con la materia obedece a la ley de Beer- Lambert-, la cual establece que la absorbancia, a cualquier longitud de onda, es proporcional a la concentración de las moléculas absorbentes presentes (Alomar & Fuchslocher, 1998; Cozzolino et al., 2003).

La aplicación más utilizada de la técnica NIRS es la determinación de compuestos químicos, para ello se desarrollan modelos de calibración o de predicción. La calibración puede definirse como el desarrollo de un modelo quimiométrico que relaciona los datos espectrales de las muestras con los valores del compuesto o analito obtenido con los métodos de referencia (Garrido et al., 1997; Garrido-Varo et al., 2004; Shenk et al., 1997; Perezmarín et al., 2007). Para el desarrollo del modelo de calibración es determinante la selección de muestras que construyan el colectivo de calibración, pues estas deben garantizar una amplia variabilidad, tanto espectral como química, y estar conformada por un número de muestras significativo; estos aspectos deben asegurar la capacidad de predicción del modelo (Isaksson & Næs, 1988; Shenk et al., 1997; Perezmarín et al., 2007). Adicionalmente, la composición química obtenida en los análisis de referencia es fundamental, debido a que es la base que permitirá hacer las predicciones en otras muestras; razón por la cual deben utilizarse metodologías analíticas validadas y estandarizadas por instituciones internacionales como la Association of Analytical Communities–AOAC e International Organization for Standardization- ISO (Shenk et al, 1997; Perezmarín et al., 2007).

Para el desarrollo de los modelos de calibración y validación se requiere el uso de la quimiometría, la cual ha sido definida como la disciplina de la química analítica que, mediante el uso de métodos estadísticos y matemáticos, diseña o selecciona procedimientos óptimos de medida para obtener la máxima información química relevante a partir de datos químicos (Deming et al., 1988; García Olmo, 2002). Las herramientas quimiométricas empleadas con mayor frecuencia en el análisis NIRS son los métodos de análisis multivariante, que sirven para estimar cualquier propiedad física o química de la muestra, a partir de múltiples variables espectrales como lo son los valores de absorbancia a diferentes longitudes de onda (García Olmo, 2002; Garrido-Varo et al., 2004; Martens & Næs, 1992; Perezmarín et al., 2007).

Los modelos cuantitativos, explicados de una forma simple, permiten estimar la concentración de un analito en una determinada muestra. Esta implica el desarrollo de una ecuación matemática, mediante el establecimiento de una relación entre los valores espectrales con aquellos de los métodos de referencia (Shenk et al., 1997). Un factor importante para el desarrollo de los modelos es la dispersión de la radiación incidente, denominada efecto scatter (Bertrand & Dufour, 2006; Burns & Ciurczak, 2008; Osborne et al., 1993); esto se genera debido principalmente a aspectos físicos de la muestra como la textura, el tamaño y la geometría de las partículas que conforman (García Olmo, 2002; Iwamoto, 1991). Para realizar la corrección se han generado diferentes métodos quimiométricos con el nombre de tratamientos de corrección scatter (Bertrand & Dufour, 2006).

Los compuestos químicos contemplados en esta investigación fueron establecidos por su importancia y efecto en la calidad sensorial del café, la cual está condicionada por las

características químicas del café verde y las cuales son transformadas en el proceso de tostación (De Luca et al., 2016; Osorio et al., 2021; Puerta & Echeverri, 2019; Vitorino et al., 2001). La principal reacción que ocurre en el proceso de tueste es la de Maillard, que influye en la formación de aromas (Avelino et al., 2015); en donde los azúcares reductores (glucosa, fructosa, lactosa y maltosa) se degradan en la tostación y reaccionan con los aminoácidos creando las melanoidinas (pigmento marrón), que da color y sabor al café. Con relación a los cambios en la composición química del café almendra verde a café tostado, diferentes autores reportan que la cafeína y los ácidos grasos permanecen constantes, los polisacáridos, la sacarosa, glucosa, fructosa, la trigonelina, ácido cítrico, málico, oxálico y los ácidos clorogénicos se degradan, y los lípidos totales aumentan (Osorio et al., 2021; Puerta & Echeverri, 2019; Vitorino et al., 2001).

Esta investigación desarrolló el modelo de predicción para 13 compuestos químicos del café tostado mediante la técnica de espectroscopía de infrarrojo cercano (NIRS) teniendo como base muestras con tres puntos diferentes de tueste y su respectiva composición química determinada por métodos analíticos.

## MATERIALES Y MÉTODOS

Se tomaron 100 muestras procedentes de Antioquia, Caldas, Cauca, Cesar, Huila, La Guajira, Magdalena, Nariño, Santander y Tolima. Cada muestra se dividió en tres submuestras. La primera muestra de café almendra verde se utilizó para determinar trece compuestos químicos por métodos de referencia; la segunda, se analizó en el equipo NIRS XDS; la tercera, se dividió para tostarla en tres grados, de acuerdo a la escala SCA, 85 Agtron (Claro), 55 Agtron (medio) y 35 Agtron (oscuro), que corresponden a una

luminosidad de 22,0\*L, 18,5\*L y <18,5\*L, respectivamente (ICONTEC 2442, s. f.).

Las muestras de café almendra verde se procesaron en una tostadora Probat BRZ2 eléctrica de muestras, con una temperatura inicial de 200°C. La duración se definió por el color requerido, según la referencia de la escala Agtron/SCA, en un rango de tiempo entre 8-12 minutos, que permitió establecer los tres grados de tueste definidos para la investigación, sin que las muestras presentaran defectos por el tueste. Durante el proceso, se le realizó una comparación visual de las muestras de café con un patrón de color obtenido de la paleta de colores (Carta Agtron/SCA), que es un patrón de desarrollo de la tostación que se basa en la caramelización del azúcar. Al finalizar el tueste, se midió la reflectancia de las muestras en grano y molienda fina, con un espectrofotómetro de reflectancia visible marca Quantik, modelo IR800 RCA (400–700 nm), para establecer valores de color precisos para cada grado de tueste a las 300 muestras (Rincón & Cano, 2010).

Una vez obtenidas las muestras tostadas, estas se dividieron en dos submuestras para analizarlas por química analítica para la determinación de los trece compuestos químicos y analizarlas por NIRS. En total, se analizaron por los dos métodos (analítico y NIRS) 100 muestras en café almendra verde y 300 muestras de café tostado, en tres grados de tueste. Los análisis se realizaron en los laboratorios de la disciplina de Calidad de Cenicafé. En la Tabla 1 se presentan los métodos de referencia utilizados para la determinación de los compuestos químicos.

En el laboratorio de instrumental de Cenicafé se realizó el análisis por Espectroscopia de Infrarrojo Cercano–NIRS, en el equipo NIRS XDS RCA (2012) de FOSS, en un rango de longitud de onda de 400 a 2.490 nm. Se tomaron 800 lecturas, para cada muestra se pesaron 110 g de café en grano entero (almendra verde y tostado), que se colocaron en dos celdas para reflectancia de transporte, rectangular, de 16 cm de largo, 5cm de ancho

**Tabla 1.** Variables y metodologías empleadas para la determinación de los 13 compuestos químicos.

Compuestos químicos	Metodología	Técnica /equipo
Alcaloides (cafeína, trigonelina y teobromina)	ISO 20481:2008.	Cromatografía líquida de alta eficiencia (HPLC) acoplada a un detector de arreglo de diodos (PDA)
Azúcares (sacarosa, glucosa y fructosa)	Waters Application Notes: Analisis of sugars LAH-0210	Cromatografía líquida de alta eficiencia (HPLC) acoplada a un detector de índice de refracción
Lípidos totales	Método AOAC 963.15	Gravimétrico Soxhlet
Ácidos grasos (palmítico, linoleico, oleico, esteárico, aráquidico)	AOAC 969.33	Cromatografía de gases (GC) acoplada a un detector selectivo de masas (MSD)
Ácidos clorogénicos totales	AOAC 2003.05	Espectrofotometría (UV/VIS)

y 5 cm de alto. De las 300 muestras de café tostado se seleccionaron de forma aleatoria 244 muestras para el desarrollo del modelo (Tabla 2) y se reservaron 56 muestras para la validación externa, conformadas de la siguiente manera:

**Tabla 2.** Distribución de las muestras para el modelo y para la validación cruzada.

<b>Grado de tueste</b>	<b>Modelo N°</b>	<b>Validación N°</b>
<b>85 Agrtron</b>	82	19
<b>55 Agrtron</b>	80	18
<b>35 Agrtron</b>	82	19
<b>Total</b>	<b>244</b>	<b>56</b>

El análisis estadístico de la información química se realizó a partir del análisis de varianza (ANOVA) y el análisis descriptivo, con intervalos de confianza del 95%. La información espectral y el desarrollo de los modelos de calibración se realizó con el software WinISI (versión 4 Foss Infrasoftware International, USA) incorporado en el equipo. La validación del modelo se realizó por dos vías; una interna con el software WinISI, comparando los valores de referencia con los valores predichos por el NIRS, el resultado de la validación se determinó por el valor del error estándar de predicción EEP, el cual debe ser cercano a cero; la segunda validación se realizó de forma externa utilizando las 56 muestras reservadas para este fin, las cuales fueron analizadas por el modelo, el resultado fue evaluado por la prueba estadística t Student y se determinó el error relativo de predicción, el cual establece la diferencia de los valores predichos y los valores reales expresado en porcentaje.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Composición química

La composición química obtenida a partir de los métodos de referencia para los 13 compuestos químicos determinados en el café almendra verde y el café tostado, en los tres grados de tueste, se encuentra detallada en la Tabla 3; posteriormente se describen los resultados más relevantes y el comportamiento observado.

**Fracción lipídica.** Los lípidos y los ácidos grasos libres componen la fracción lipídica y contribuyen al transporte de aromas y sabores (Echeverri-Giraldo et al., 2020; Figueiredo et al., 2015). La fracción lipídica del café está compuesta en mayor proporción por los ácidos grasos palmítico y linoleico, en menor concentración los ácidos esteárico, oleico, araquídico y behénico, y algunas trazas de mirístico, linoleico y lignonocérico (Echeverri-Giraldo et al., 2020; Folstar et al., 1977; Speer et al., 1993). La mayor parte de los lípidos que contiene la almendra del café no se degradan durante la tostación (Echeverri-Giraldo et al., 2020; Osorio et al., 2021; Puerta & Echeverri, 2019).

El contenido de lípidos se incrementa a medida que aumenta el grado de tueste, principalmente debido a la pérdida de volátiles y a la degradación de los carbohidratos (Dias et al., 2014); con valores promedio para el café-verde de 11,7% a 14,7% para el café tostado 35 Agrtron/SCA. El análisis de varianza indica que no hay diferencias en el contenido de lípidos entre el café almendra y el grado de tueste más claro (85 Agrtron) pero sí entre el grado de tueste medio (55 Agrtron) y alto (35 Agrtron) (Figura 1). En cuanto al contenido de lípidos para café almendra verde se han reportado valores de 11,1%,

**Tabla 3.** Contenido mínimo, máximo, media, desviación media absoluta (% bh) y resultados del análisis de varianza por compuesto químico respecto a la matriz de café.

<b>Compuesto químico</b>	<b>Matriz</b>	<b>Mínimo (%)</b>	<b>Máximo (%)</b>	<b>Media (%)</b>		<b>Desviación absoluta media</b>
Lípidos totales	Verde	7,7	15,2	11,7	C	1,045
	85 Agtron	8,1	16,1	11,4	C	1,201
	55 Agtron	9,4	17,1	13,2	B	1,054
	35 Agtron	9,5	18,9	14,7	A	1,139
Cafeína	Verde	0,5	1,5	1,1	B	0,116
	85 Agtron	1,1	1,8	1,5	A	0,102
	55 Agtron	1,1	1,8	1,5	A	0,115
	35 Agtron	0,9	1,9	1,4	A	0,134
Trigonelina	Verde	0,02	1,4	0,6	C	0,301
	85 Agtron	0,8	1,4	1,0	A	0,085
	55 Agtron	0,7	1,3	1,0	A	0,088
	35 Agtron	0,4	1,1	0,8	B	0,096
Teobromina	Verde	0,01	1,1	0,2	A	0,310
	85 Agtron	0,04	0,1	0,1	B	0,011
	55 Agtron	0,05	0,1	0,1	B	0,010
	35 Agtron	0,05	0,1	0,1	B	0,012
Ácidos clorogénicos totales	Verde	1,8	4,5	3,5	A	0,409
	85 Agtron	0,1	3,3	1,8	B	0,644
	55 Agtron	0,2	2,5	1,4	C	0,565
	35 Agtron	0,1	3,0	1,2	D	0,389
Ácido graso palmítico	Verde	37,8	47,9	43,3	A	1,698
	85 Agtron	37,6	47,3	42,3	B	1,463
	55 Agtron	37,7	47,5	41,9	B	1,487
	35 Agtron	37,0	47,6	42,3	B	1,713

Continúa...

...continuación.

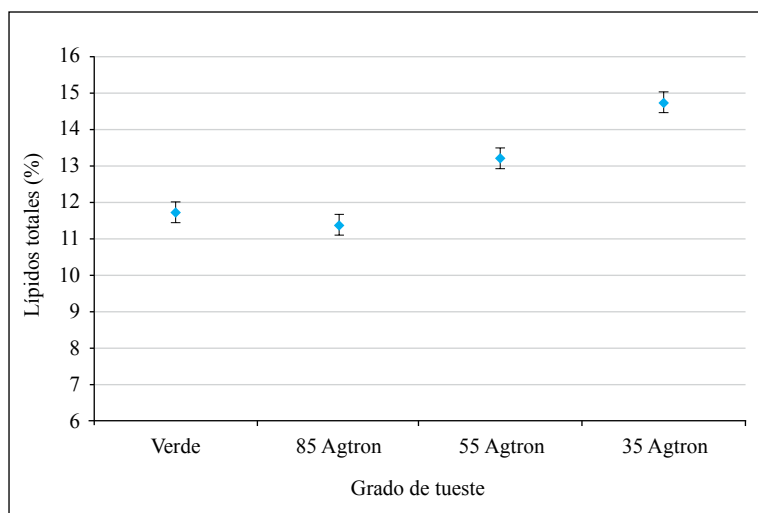
<b>Compuesto químico</b>	<b>Matriz</b>	<b>Mínimo (%)</b>	<b>Máximo (%)</b>	<b>Media (%)</b>		<b>Desviación absoluta media</b>
Ácido graso linoleico	Verde	28,8	40,4	34,5	B	1,825
	85 Agtron	31,5	39,6	36,0	A	1,410
	55 Agtron	31,9	40,4	36,3	A	1,473
	35 Agtron	31,4	40,2	36,0	A	1,534
Ácido graso oleico	Verde	7,0	12,0	9,7	B	0,644
	85 Agtron	8,0	12,1	10,1	AB	0,684
	55 Agtron	7,4	12,1	10,1	A	0,709
	35 Agtron	7,6	12,0	9,9	AB	0,746
Ácido graso esteárico	Verde	6,5	10,7	8,4	A	0,698
	85 Agtron	6,3	10,4	8,0	B	0,794
	55 Agtron	6,3	10,4	8,0	B	0,850
	35 Agtron	6,2	10,6	8,0	B	0,844
Ácido graso araquídico	Verde	2,2	6,1	4,0	A	0,656
	85 Agtron	2,1	6,7	3,7	AB	0,765
	55 Agtron	2,2	6,6	3,7	B	0,749
	35 Agtron	2,3	6,9	3,7	B	0,743
Sacarosa	Verde	5,2	8,92	7,2	A	0,708
	85 Agtron	0,2	1,9	0,77	B	0,356
	55 Agtron	0,1	0,74	0,23	C	0,091
	35 Agtron	0,07	0,41	0,042	D	0,058
Glucosa	Verde	0,0	0,12	0,01	A	0,016
	85 Agtron	0,0	0,41	0,12	B	0,076
	55 Agtron	0,0	0,52	0,018	B	0,028
	35 Agtron	0,0	0,10	0,004	B	0,007
Fructosa	Verde	0,0	0,22	0,02	A	0,024
	85 Agtron	0,0	0,56	0,10	B	0,085
	55 Agtron	0,0	0,73	0,04	B	0,057
	35 Agtron	0,0	0,18	0,03	B	0,043

11,5% y 9,4%, por Villarreal et al. (2014), Echeverri-Giraldo et al. (2020) y Puerta & Echeverri (2019), respectivamente. Para café tostado los contenidos de lípidos obtenidos en esta investigación se encuentran en los rangos referenciados por Osorio et al. (2021).

En la fracción lipídica del café almendra verde y en café tostado, el ácido graso palmítico es el más abundante, seguido del linoleico. Los valores promedio obtenidos para café almendra verde fueron de 43,3% y 34,5%, respectivamente (Figura 2), que se encuentran dentro de los reportados por Echeverri et al. (2020). Los valores obtenidos para los ácidos grasos oleico (10,1%), esteárico (8,0%) y araquídico (3,7%) se encuentran en los rangos referenciados por otros autores, con valores promedio en el mismo orden de 11,4%, 8,9% y 4,4% (Puerta & Echeverri, 2019; Villarreal et al., 2014). Para los ácidos grasos libres se observó que, con el proceso de tostación del café verde, los ácidos linoleico y oleico tienden a aumentar su contenido, mientras que la tendencia de los ácidos grasos palmítico, esteárico y araquídico es a disminuir; en ambos casos se observan diferencias significativas

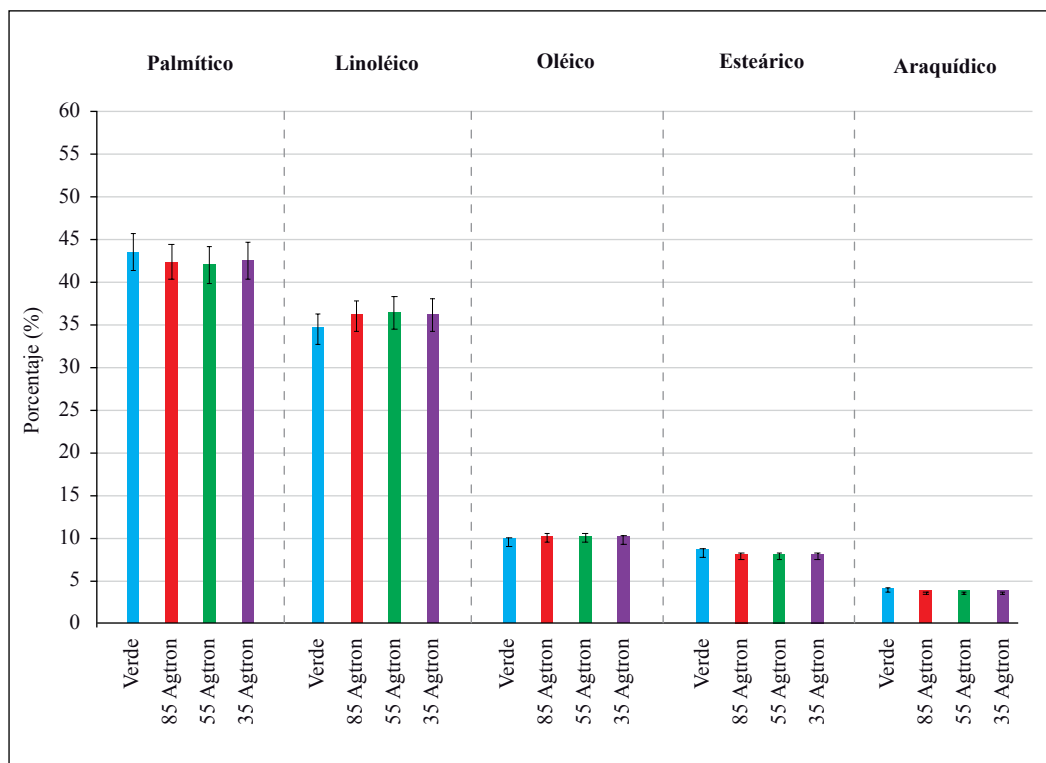
entre los contenidos del café verde almendra y los diferentes grados de tueste (Figura 2).

**Alcaloides.** En el café, el principal constituyente de los alcaloides es la cafeína, seguida de la trigonelina y la teobromina. Se ha reportado que la cafeína contribuye solo con el 10% del amargor percibido en la bebida del café (Ky et al., 2001; Osorio et al., 2021; Puerta & Echeverri, 2019). Con relación a la reacción en el proceso de tueste, se ha observado que la cafeína y la teobromina son compuestos relativamente estables, es decir, no se degradan a altas temperaturas, mientras que la trigonelina sí lo hace (Gómez et al., 2021; Osorio et al., 2021; Puerta & Echeverri, 2019; Villegas et al., 2015). Los contenidos promedio obtenidos en el café almendra verde fueron para cafeína de 1,1% y trigonelina de 0,6%, mientras que para el café tostado (55 Agtron) los valores fueron de 1,5% de cafeína y 1,0% de trigonelina (Tabla 3), contenidos dentro de los rangos referenciados por Villegas et al. (2015), que reportaron 1,25% para cafeína y 0,9% para trigonelina en la café almendra y para el café tostado 1,2% de cafeína y 0,6% de trigonelina.



**Figura 1.** Contenido de lípidos totales por grado de tueste.





**Figura 2.** Composición de ácidos grasos en la fracción lipídica del café almendra verde y el café tostado en tres grados de tueste.

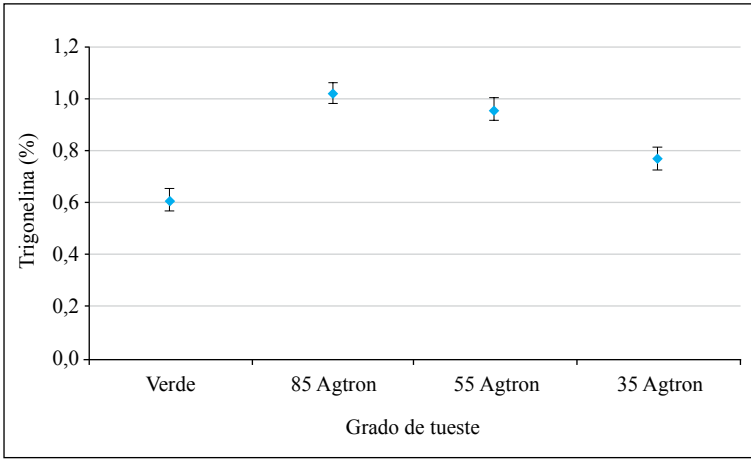
**Azúcares.** La hidrólisis de la sacarosa genera su degradación (Figura 4), formando azúcares reductores como la glucosa y la fructosa (Ginz et al., 2000; Osorio et al., 2021). Para la sacarosa, la glucosa y la fructosa, se observa que a medida que aumenta el grado de tueste estos compuestos se degradan. El contenido promedio de sacarosa para el café verde fue de 7,2% y se redujo a 0,042% para el grado de tueste de 35 Agtron (Tabla 3).

**Ácidos clorogénicos totales.** Son considerados precursores del sabor y de los pigmentos del café tostado (Marín & Puerta, 2008; Moreira et al., 2001; Torres et al., 2005). El contenido de ácidos clorogénicos totales

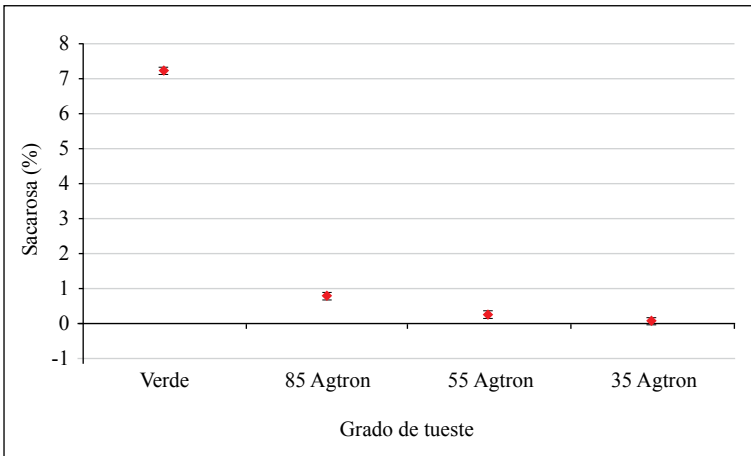
se degrada con el aumento en el grado de tueste, con valores promedio para el café verde almendra de 3,5% y para el grado de tueste 35 Agtron de 1,2% (Tabla 3).

### Resultados del modelo de predicción química para café tostado

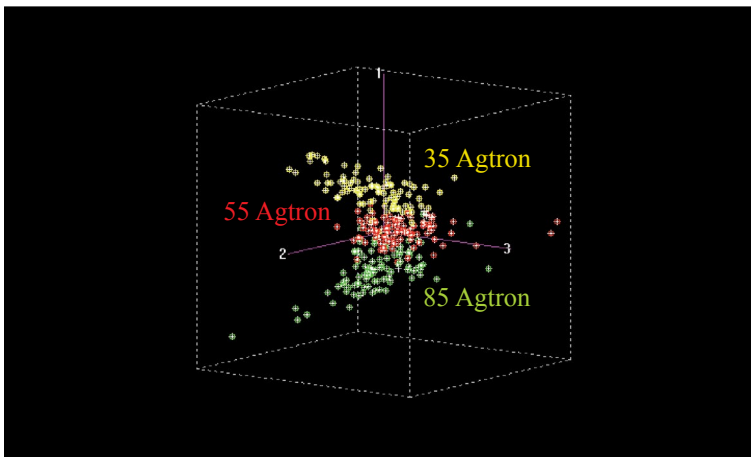
**Desarrollo de los modelos de calibración.** A las muestras de café tostado se les realizó el análisis de componentes principales PCA, el cual mejoró el ruido espectral. Se identificaron dos muestras atípicas o *outliers*, las cuales fueron separadas del colectivo de muestras de calibración. El análisis también discriminó las muestras por grado de tueste (Figura 5).



**Figura 3.** Contenido de trigonelina por grado de tueste.



**Figura 4.** Contenido de sacarosa por grado de tueste.



**Figura 5.** Análisis discriminante por componentes principales.

Con las muestras (tres grados de tueste) se desarrollaron los modelos de calibración para la determinación de 13 compuestos químicos de café tostado; es importante resaltar que los modelos de calibración se realizaron por compuesto químico, es decir, de forma independiente. En la Tabla 4 se presentan los parámetros matemáticos utilizados para cada uno. Los modelos se desarrollaron a partir de la regresión de mínimos cuadrados parciales PLS y mínimos cuadrados parciales modificados MLPS, los cuales constituyen unos factores que seleccionan de tal forma que explican el mayor porcentaje de variabilidad tanto en los datos espectrales como en los datos de composición química (Shenk et al., 1997). Adicionalmente, se realizó el pretratamiento de datos con corrección *scatter*, utilizado para el desarrollo de los modelos de la investigación y con los cuales cuenta el software quimiométrico WinISI 4.0; los correctores son: standard normal variate-SVN, Drend-DT, multivariada scatter correction-MS-C y tratamiento matemático primera y segunda derivada, que de forma general reducen el efecto del tamaño de partícula, simplifican la corrección entre los datos espectrales en las diferentes longitudes de onda, corrigen la línea base del espectro, eliminan la curvatura lineal y cuadrática de cada espectro que puede generarse por la presión del empaque, entre otros (García Olmo, 2002; Isaksson & Næs, 1988; Osborne et al., 1993; Barnes et al., 1994, Dhanoa & Lister, 1994).

En la Tabla 5, por compuesto químico, se observan los indicadores estadísticos de predicción, que garantizan la eficiencia y exactitud en la predicción de los compuestos químicos determinados, estos son: promedio, desviación estándar SD, valor mínimo estimado (Est. mín), valor máximo estimado (Est. máx), error estándar de calibración SEC, coeficiente de determinación RSQ, error estándar de validación cruzada -SEVEC y 1-coeficiente de determinación de la validación cruzada 1-VR.

Para café tostado los compuestos a los cuales se les han realizado curvas de calibración y que con mayor frecuencia se encuentran referenciados son la cafeína, trigonelina, lípidos totales y los ácidos clorogénicos, utilizando principalmente como parámetro estadístico el coeficiente de determinación (RSQ), con un valor cercano a 1,0, y el error estándar de calibración (SEC), con un valor cercano a 0 y una alta eficiencia de los modelos (Adnan et al., 2020; Pizarro et al., 2007; Shan et al., 2014, 2017; Villegas H. et al., 2015), parámetros que coinciden con los obtenidos en los modelos desarrollados en esta investigación. Para seleccionar el modelo de calibración deben analizarse en conjunto los parámetros estadísticos como el coeficiente de determinación (RSQ), error estándar de calibración (SEC) y error estándar de validación cruzada (Alomar et al., 2003; Molano et al., 2016; Solís et al., 2001; Vásquez et al., 2004), criterios que fueron tenidos en cuenta en los modelos presentados en la Tabla 4.

#### **Validación de los modelos de calibración.**

Se realizaron tres tipos de validación para corroborar la eficiencia de los modelos de predicción; el primero con el software WinISI, un segundo análisis con la prueba estadística t-student y el tercer análisis se estableció el error relativo de predicción.

**Validación con el Software WinISI.** En la Tabla 6 se encuentran relacionados, por compuesto químico, los indicadores estadísticos obtenidos para las muestras utilizadas en validación donde se destaca:

- Error de sesgo o Bias. Es la diferencia entre la predicción esperada del modelo y los valores verdaderos (laboratorio). Cuando los valores son negativos indica que el valor predicho por el modelo tiende a ser menor que el valor de laboratorio, resultado observado para los compuestos trigonelina,

**Tabla 4.** Parámetros matemáticos de los modelos predictivos de compuestos químicos de café tostado.

Descripción	Parámetros				
	Cafeína	Teobromina	Trigonelina	Sacarosa	Fructosa
<b>Regresión</b>	PLS	PLS	PLS	MLPS	MLPS
<b>Corrección Scatter</b>	Derivative, Remove scale and offset	SNV and DET Regression	MMSC Regression	SNV and DET Regression	Derivative, Remove scale and offset
<b>Tratamiento matemático</b>	2,5,4,1	1,4,4,1	2,5,5,1	1,4,4,1	1,4,4,1
<b>Longitud de onda</b>	408,1092,8	408,1092,8	408,1092,8	408,1092,8	408,1092,8
	1108,2492,8	1108,2492,8	1108,2492,8	1108,2492,8	1108,2492,8
Descripción	Parámetros				
	Glucosa	Ácidos clorogénicos totales	Lípidos totales	Ácido graso esteárico	Ácido graso Araquídico
<b>Regresión</b>	MLPS	MLPS	MLPS	MLPS	MLPS
<b>Corrección Scatter</b>	Derivative, Remove scale and offset	SNV Regression	MMSC Regression	Derivative, Remove scale and offset	Derivative, Remove scale and offset
<b>Tratamiento matemático</b>	1,4,4,1	1,4,4,1	1,4,4,1	2,6,4,1	2,6,4,1
<b>Longitud de onda</b>	408,1092,8	408,1092,8	408,1092,8	408,1092,8	408,1092,8
	1108,2492,8	1108,2492,8	1108,2492,8	1108,2492,8	1108,2492,8
Descripción	Parámetros				
	Ácido graso palmítico	Ácido graso linoléico	Ácido graso oleico		
<b>Regresión</b>	MLPS	MLPS	MLPS		
<b>Corrección Scatter</b>	Derivative, Remove scale and offset	Derivative, Remove scale and offset	Derivative, Remove scale and offset		
<b>Tratamiento matemático</b>	1,5,5,1	2,6,4,1	2,4,4,1		
<b>Longitud de onda</b>	408,1092,8	408,1092,8	408,1092,8		
	1108,2492,8	1108,2492,8	1108,2492,8		

sacarosa, glucosa, fructosa y ácidos grasos esteárico, araquídico y palmítico con valores desde 0,001 a 0,100.

- Error estándar de calibración SEC. El error estándar de calibración indica la diferencia media entre los valores del laboratorio y los valores calculados por la ecuación, este valor debe ser menor a 1,0; condición que se cumple en 11 de los compuestos, el ácido palmítico y el linoleico presentan valores de 1,9 y 1,4 respectivamente.
- Error estándar de predicción SEP y el SEP(C). El primero permite conocer la precisión y el segundo la exactitud del modelo, el valor debe ser menor a 1,0. Estos presentan igual comportamiento que el SEC, los resultados indican que para 11 de los compuestos se cumple la condición y los dos restantes son coincidentes con los ácidos grasos reportados anteriormente.
- Coeficiente de determinación RSQ. Describe la relación lineal entre los datos de referencia y los obtenidos por el modelo; sin embargo, en el caso de la técnica NIRS este indicador ha sido analizado por diferentes autores, concluyendo que la no linealidad que puede presentarse puede deberse a factores como la concentración del analito, la dispersión de la fuente de luz o el detector, por eso recomiendan analizar en conjunto todos los parámetros (Garrido, de la Roza, & Puigdomenech, 1999; Perezmarín et al., 2007).
- Valores promedio. Los valores promedio obtenidos por ambos métodos no presentan diferencias significativas entre ellos, para algún compuesto químico.
- Desviación estándar SD de predicción y del laboratorio. Los mayores valores los

presentaron los lípidos totales y los ácidos grasos palmítico, linoleico y oleico.

**Validación con prueba t-student.** La prueba t-student compara los dos métodos independientes/bilateral (Hurtado & Silvente, 2012; Rubio Hurtado & Berlanga, 2012) para los resultados obtenidos por química analítica y los predichos por NIRS, en la Tabla 6 se encuentran detallados los resultados.

Para la interpretación de la prueba se estableció:

- H0: La diferencia entre las medias es igual a 0.
- Ha: La diferencia entre las medias es diferente de 0.

Cuando el valor-p calculado es mayor que el nivel de significación alfa ( $\alpha$ )=0,05, no puede rechazarse la hipótesis nula H0. Para los 13 compuestos los resultados indican que no hay diferencias estadísticas entre las medias de los valores obtenidos por el laboratorio y los obtenidos por NIRS como se observa en la Tabla 7.

**Determinación del error relativo de predicción.** El error relativo se usa como una medida de precisión, y sirve para tener una idea de lo cierta que puede llegar a ser una medida. El error relativo determinado para los 13 compuestos confirma la precisión del modelo con valores de 0,002% a 0,150%; el ácido graso linoleico presentó el mayor error relativo de predicción de 5,6% (Tabla 7). Las normas de buenas prácticas de laboratorio (Barge et al., 1992) indican que el error relativo no debe ser mayor a 6,0% ( $\pm 1$ ) dependiendo del método, con ese resultado se confirma que la técnica NIRS puede ser utilizada para la predicción de estos compuestos.

**Tabla 5.** Indicadores estadísticos de los modelos de calibración para 13 compuestos químicos.

<b>Descripción</b>	<b>Promedio (%)</b>	<b>Desviación estándar</b>	<b>Est. mín</b>	<b>Est. máx</b>	<b>SEC</b>	<b>RSQ</b>	<b>SEVEC</b>	<b>1-VR</b>
Cafeína	1,4632	0,1285	1,0776	1,8487	0,0912	0,9964	0,1120	0,2374
Teobromina	0,0693	0,0137	0,0283	0,1103	0,0105	0,4140	0,0111	0,3378
Trigonelina	0,9212	0,1469	0,4804	1,3619	0,0627	0,8181	0,0766	0,7267
Sacarosa	0,4011	0,3471	0,00	1,4424	0,1005	0,9161	0,1231	0,8734
Fructosa	0,0864	0,0541	0,00	0,2487	0,0295	0,7034	0,0341	0,5997
Glucosa	0,1180	0,0841	0,00	0,3703	0,0306	0,8677	0,0402	0,7685
Ácidos clorogénicos totales	1,5525	0,6689	0,00	3,5591	0,3676	0,8980	0,4226	0,5989
Lípidos totales	13,0503	0,7153	7,7153	18,3853	0,6967	0,8465	0,7951	0,7992
Ácido graso esteárico	8,0159	0,9826	5,0681	10,9638	0,5525	0,8838	0,6298	0,5874
Ácido graso araquídico	3,6622	0,8101	1,2319	6,0925	0,4832	0,6443	0,5580	0,5236
Ácido graso palmítico	41,9023	1,7544	36,6390	47,1657	1,4617	0,3059	1,5311	0,2349
Ácido graso linoléico	36,1830	1,7524	30,9257	41,4403	1,2554	0,4868	1,4227	0,3380
Ácido graso oleico	10,0814	0,8112	7,6476	12,5151	0,6483	0,3614	0,7477	0,1467

**Tabla 6.** Resultados de la validación cruzada y los indicadores estadísticos por compuesto químico generados por el software WinISI.

Descripción	Parámetros matemáticos												
	Cafeína	Teobromina	Trigonelina	Sacarosa	Fructosa	Glucosa	Ácidos clorogénicos totales	Lípidos totales	Ácido graso esteárico	Ácido graso araquídico	Ácido graso palmítico	Ácido graso linoleico	Ácido graso oleico
N°	56	56	56	56	56	56	56	56	56	56	56	56	56
<b>Pendiente</b>	0,816	0,658	0,928	1,004	0,878	0,662	1,231	0,854	0,893	1,155	0,265	0,846	0,984
<b>Intercept</b>	0,295	0,024	0,065	0,003	-0,002	0,022	-0,019	1,894	0,832	-0,602	30,847	5,582	0,075
<b>Bias</b>	0,026	0,001	-0,001	-0,001	-0,012	-0,03	0,003	0,02	-0,019	-0,02	-0,127	0,003	-0,087
<b>SEC</b>	0,125	0,014	0,081	0,096	0,034	0,048	0,062	0,871	0,645	0,542	1,9	1,402	0,899
<b>SEP</b>	0,127	0,015	0,08	0,093	0,035	0,066	0,062	0,91	0,639	0,543	2,136	1,391	0,886
<b>SEP (C)</b>	0,126	0,015	0,081	0,095	0,034	0,06	0,063	0,918	0,645	0,548	2,152	1,404	0,89
<b>RSQ</b>	0,902	0,617	0,768	0,949	0,694	0,714	0,882	0,822	0,791	0,691	0,038	0,404	0,237
<b>Predicción promedio</b>	1,465	0,069	0,904	0,42	0,085	0,154	0,091	12,824	7,986	3,747	42,137	36,34	9,992
<b>Promedio real</b>	1,491	0,07	0,903	0,419	0,073	0,124	0,094	12,843	7,967	3,727	42,01	36,342	9,905
<b>SD predicción</b>	0,124	0,011	0,158	0,406	0,057	0,112	0,059	1,172	0,859	0,695	1,42	1,35	0,504
<b>SD real</b>	0,16	0,016	0,167	0,418	0,06	0,088	0,095	1,045	0,998	0,966	1,919	1,799	1,019

**Tabla 7.** Indicadores estadísticos de la prueba t–student y el error relativo de predicción.

<b>Descripción</b>	<b>Método</b>	<b>Mínimo (%)</b>	<b>Máximo (%)</b>	<b>Media (%)</b>	<b>P-Valor</b>	<b>Error relativo de predicción (%)</b>
Cafeína	Laboratorio	1,02	1,79	1,49	0,500	0,017
	NIRS	1,24	1,83	1,47		
Teobromina	Laboratorio	0,040	0,12	0,07	0,437	0,031
	NIRS	0,040	0,09	0,07		
Trigonelina	Laboratorio	0,40	1,34	0,91	0,906	0,004
	NIRS	0,38	1,21	0,91		
Sacarosa	Laboratorio	0,08	2,69	0,47	0,808	0,05
	NIRS	0,05	1,74	0,44		
Fructosa	Laboratorio	0,01	0,37	0,09	0,918	0,17
	NIRS	0,01	0,21	0,09		
Glucosa	Laboratorio	0,02	0,30	0,12	0,353	0,23
	NIRS	0,01	0,45	0,15		
Ácidos clorogénicos totales	Laboratorio	0,10	0,37	0,094	0,0868	0,023
	NIRS	0,10	0,21	0,092		
Lípidos totales	Laboratorio	8,09	17,77	13,07	0,642	0,014
	NIRS	7,66	17,15	12,88		
Ácido graso esteárico	Laboratorio	6,27	10,36	8,00	0,913	0,002
	NIRS	6,35	10,28	7,99		
Ácido graso araquídico	Laboratorio	2,27	6,69	3,78	0,769	0,13
	NIRS	2,06	5,41	3,73		
Ácido graso palmítico	Laboratorio	37,02	45,86	42,01	0,696	0,003
	NIRS	38,60	46,32	42,14		
Ácido graso linoléico	Laboratorio	32,56	40,16	36,34	0,995	0,0005
	NIRS	32,32	39,09	36,34		
Ácido graso oleico	Laboratorio	7,56	12,00	9,86	0,35	0,15
	NIRS	11,4	11,40	10,01		



En este estudio puede concluirse que los compuestos químicos del café tostado evaluados y determinados por diferentes métodos químicos se encuentran dentro de los rangos referenciados por diferentes autores, verificando que el proceso de tostación tiene un efecto en la composición química en estos 13 compuestos estudiados, presentándose la mayor diferencia entre el café verde almendra y el grado de tueste más alto (Agtron 35). Los modelos de calibración química desarrollados para los 13 compuestos químicos cumplen con los parámetros analíticos, confirmando que es una técnica confiable y reproducible para la determinación de estos compuestos.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan su agradecimiento a la Gerencia Técnica, la Dirección de Cenicafé, los Comités Departamentales de Cafeteros y al Servicio de Extensión; en la Disciplina de Biometría a Rubén Medina; en la Disciplina de Calidad a Paola Calderón y Wilson Vargas, Víctor Castañeda y al personal de apoyo Anderson Arias. Esta investigación fue financiada por el Centro Nacional de Investigaciones de Café (Crossref Funder ID 100019597), proyecto número CAL104011.

## LITERATURA CITADA

- Adnan, A., Naumann, M., Mörlein, D., & Pawelzik, E. (2020). Reliable Discrimination of Green Coffee Beans Species: A Comparison of UV-Vis-Based Determination of Caffeine and Chlorogenic Acid with Non-Targeted Near-Infrared Spectroscopy. *Foods*, 9(6), 788. <https://doi.org/10.3390/foods9060788>
- Alomar, D., & Fuchslocher, R. (1998). Fundamentos de la espectroscopia de reflectancia en el infrarrojo cercano (NIRS) como método de análisis de forrajes. *Agro Sur*, 26(1), 88–104. <https://doi.org/10.4206/agrosur.1998.v26n1-11>
- Alomar, D., Gallo, C., Castañeda, M., & Fuchslocher, R. (2003). Chemical and discriminant analysis of bovine meat by near infrared reflectance spectroscopy (NIRS). *Meat Science*, 63(4), 441–450. [https://doi.org/10.1016/S0309-1740\(02\)00101-8](https://doi.org/10.1016/S0309-1740(02)00101-8)
- Avelino, J., Cristancho, M., Georgiou, S., Imbach, P., Aguilar, L., Bornemann, G., Läderach, P., Anzueto, F., Hruska, A. J., & Morales, C. (2015). The coffee rust crises in Colombia and Central America (2008–2013): Impacts, plausible causes and proposed solutions. *Food Security*, 7(2), 303–321. <https://doi.org/10.1007/s12571-015-0446-9>
- Barnes, R. J., Dhanoa, M. S., & Lister, S. J. (1994). Correction to the Description of Standard Normal Variate (SNV) and De-Trend (DT) Transformations in *Practical Spectroscopy with Applications in Food and Beverage Analysis*. *NIR News*, 5(3), 6. <https://doi.org/10.1255/nirn.248>
- Bertrand, D., & Dufour, E. (Eds.). (2006). *La spectroscopie infrarouge et ses applications analytiques* (2a ed.). Technique & Doc.
- Burns, D. A., & Ciurczak, E. W. (Eds.). (2008). *Handbook of near-infrared analysis* (3a ed.). CRC Press.
- Cajarville, C., Repetto, J. P., Curbelo, A., Soto, C., & Cozzolino, D. (2003). Determination of dry matter (DM) and nitrogen (N) degradability in forages by near infrared reflectance spectroscopy (NIRS). *Proceedings of the British Society of Animal Science*, 2003, 154–154. <https://doi.org/10.1017/S1752756200013132>
- Cozzolino, D., Fassio, A., & Fernández, E. (2003). Uso de la espectroscopia de reflectancia en el infrarrojo cercano para el análisis de calidad de ensilaje de maíz. *Agricultura Técnica*, 63(4), 387–393. <https://doi.org/10.4067/S0365-28072003000400007>
- Garner, W. Y., Barge, M. S., & Ussary, J. P. (Eds.). (1992). *Good laboratory practice standards: Applications for field and laboratory studies*. American Chemical Society.
- Givens, D. I., De Boever, J. L., & Deaville, E. R. (1997). The principles, practices and some future applications of near infrared spectroscopy for predicting the nutritive value of foods for animals and humans. *Nutrition Research Reviews*, 10(1), 83–114. <https://doi.org/10.1079/NRR19970006>
- De Luca, S., De Filippis, M., Bucci, R., Magri, A. D., Magri, A. L., & Marini, F. (2016). Characterization of the effects

- of different roasting conditions on coffee samples of different geographical origins by HPLC-DAD, NIR and chemometrics. *Microchemical Journal*, 129, 348–361. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2016.07.021>
- Deming, S. N., Michotte, Y., Massart, D. L., Kaufman, L., & Vandeginste, B. G. M. (1988). *Chemometrics: A textbook* (1a ed.). Elsevier Science.
- Dias, R. C. E., de Faria-Machado, A. F., Mercadante, A. Z., Bragagnolo, N., & Benassi, M. de T. (2014). Roasting process affects the profile of diterpenes in coffee. *European Food Research and Technology*, 239(6), 961–970. <https://doi.org/10.1007/s00217-014-2293-x>
- Echeverri-Giraldo, L. F., Ortiz, A., Gallego, C. P., & Imbachí, L. C. (2020). Caracterización de la fracción lipídica del café verde en variedades mejoradas de *Coffea arabica* L. *Revista Cenicafé*, 71(2), 39–52. <https://doi.org/10.38141/10778/71203>
- Figueiredo, L. P., Borem, F. M., Ribeiro, F. C., Giomo, G. S., Taveira, J. H. da S., & Malta, M. R. (2015). Fatty acid profiles and parameters of quality of specialty coffees produced in different Brazilian regions. *African Journal of Agricultural Research*, 10(35), 3484–3493. <https://doi.org/10.5897/AJAR2015.9697>
- Folstar, P., Van der Plas, H. C., Pilnik, W., & De Heus, J. G. (1977). Tocopherols in the unsaponifiable matter of coffee bean oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 25(2), 283–285. <https://doi.org/10.1021/jf60210a041>
- García Olmo, J. (2002). *Clasificación y autenticación de canales de cerdo ibérico mediante espectroscopia en el infrarrojo cercano (NIRS)* [Tesis de Doctorado], Universidad de Córdoba. <http://hdl.handle.net/10396/2340>
- Garrido, A., Roza, B., & Puigdomenech, A. (1999). Posibilidades y limitaciones de la transferencia de calibraciones NIRS. *ITEA*, 20(2), 553–555. [https://www.aida-itea.org/aida-itea/files/jornadas/1999/comunicaciones/1999\\_NyA\\_48.pdf](https://www.aida-itea.org/aida-itea/files/jornadas/1999/comunicaciones/1999_NyA_48.pdf)
- Garrido, A., Gómez, A., Guerrero, J. E., & Fernández, V. (1996, noviembre 7-8). NIRS: Una tecnología de apoyo para un servicio integral en Alimentación Animal. *XII Curso de Especialización FEDNA*. Madrid, España. [http://fundacionfedna.org/sites/default/files/96CAP\\_XIV.pdf](http://fundacionfedna.org/sites/default/files/96CAP_XIV.pdf)
- Garrido-Varo, A., García-Olmo, J., & Pérez-Marin, M. D. (2004). Applications in Fats and Oils. En C. A. Roberts, J. Workman, & J. B. Reeves (Eds.), *Agronomy Monographs* (pp. 487–558). American Society of Agronomy, Crop Science Society of America, Soil Science Society of America. <https://doi.org/10.2134/agronmonogr44.c19>
- Ginz, M., Balzer, H. H., Bradbury, A. G. W., & Maier, H. G. (2000). Formation of aliphatic acids by carbohydrate degradation during roasting of coffee. *European Food Research and Technology*, 211(6), 404–410. <https://doi.org/10.1007/s002170000215>
- Gómez, C. R., Ortiz, A., Gallego, C., & Echeverri, L. F. (2021). Validación de curvas de calibración por NIRS para la predicción de compuestos químicos de café almendra. *Revista Cenicafé*, 72(2), e72204. <https://doi.org/10.38141/10778/72204>
- Isaksson, T., & Næs, T. (1988). The Effect of Multiplicative Scatter Correction (MSC) and Linearity Improvement in NIR Spectroscopy. *Applied Spectroscopy*, 42(7), 1273–1284. <https://doi.org/10.1366/0003702884429869>
- Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación. (2004). *NTC 2442: Café tostado en grano y/o molido. Determinación del grado de tostión*. <https://tienda.icontec.org/gp-cafe-tostado-en-grano-y-o-molido-determinacion-del-grado-de-tostion-ntc2442-2004.html>
- Iwamoto, M. (1991). Application of near-infrared spectroscopy for quality control in food and feed industries. *Proceedings of the 3rd International Conference on Near Infrared Spectroscopy*. Agricultural Research Centre, Gembloux, Belgium.
- Ky, C.-L., Louarn, J., Dussert, S., Guyot, B., Hamon, S., & Noiro, M. (2001). Caffeine, trigonelline, chlorogenic acids and sucrose diversity in wild *Coffea arabica* L. and *C. canephora* P. accessions. *Food Chemistry*, 75(2), 223–230. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(01\)00204-7](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(01)00204-7)
- Marin, C., & Puerta, G. I. (2008). Contenido de ácidos clorogénicos en granos de *Coffea arabica* L. y *C. Canephora*, según el desarrollo del fruto. *Revista Cenicafé*, 59(1), 7–28. <http://hdl.handle.net/10778/60>
- Martens, H., & Næs, T. (1992). *Multivariate Calibration*. John Wiley & Sons.
- Mieres, J., Cozzolino, D., & Acosta, Y. (2000). Determinación del valor nutritivo del ensilaje de maíz mediante infrarrojo cercano NIRS. *XVII Reunión Latinoamericana de Producción Animal (ALPA)*. Montevideo, Uruguay.
- Molano, M. L., Cortés, M. L., Ávila, P., Martens, S. D., & Muñoz, L. S. (2016). Ecuaciones de calibración en espectroscopia de reflectancia en el infrarrojo cercano (NIRS) para predicción de parámetros nutritivos en forrajes tropicales. *Tropical Grasslands-Forrajes Tropicales*, 4(3), 139–145. [https://doi.org/10.17138/TGFT\(4\)139-145](https://doi.org/10.17138/TGFT(4)139-145)
- Moreira, R. F. A., Trugo, L. C., de Maria, C. A. B., Matos, A. G. B., Santos, S. M., & Leite, J. M. C. (2001). Discrimination of Brazilian arabica green coffee samples by chlorogenic acid composition. *Archivos*

- Latinoamericanos de Nutrición, 51(1), 95–99. <https://www.alanrevista.org/ediciones/2001/1/art-14/>
- Osborne, B. G., Fearn, T., & Hindle, P. T. (1993). *Practical NIR spectroscopy with applications in food and beverage analysis* (2a ed.). Longman Scientific & Technical; Wiley.
- Osorio, V., Pabón, J., Gallego, C. P., & Echeverri, L. F. (2021). Efecto de las temperaturas y tiempos de tueste en la composición química del café. *Revista Cenicafé*, 72(1), e72103. <https://doi.org/10.38141/10778/72103>
- Perezmarín, D., Garrido, A., & Guerrero, J. (2007). Non-linear regression methods in NIRS quantitative analysis. *Talanta*, 72(1), 28–42. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2006.10.036>
- Pizarro, C., Esteban-Díez, I., González-Sáiz, J.-M., & Forina, M. (2007). Use of Near-Infrared Spectroscopy and Feature Selection Techniques for Predicting the Caffeine Content and Roasting Color in Roasted Coffees. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(18), 7477–7488. <https://doi.org/10.1021/jf071139x>
- Puerta, G. I., & Echeverri, L. F. (2019). Relaciones entre las concentraciones de compuestos químicos del café y las temperaturas de torrefacción. *Revista Cenicafé*, 70, 67–80. <http://hdl.handle.net/10778/4217>
- Rincón, L. M., & Cano, L. M. (2010). *Desarrollo de un prototipo de laboratorio para el control de calidad de la variable grado de tuestión del café tostado molido, empleando visión artificial* [Tesis de pregrado, Pontificia Universidad Javeriana]. <http://repository.javeriana.edu.co/handle/10554/7366>
- Rubio Hurtado, M. J., & Berlanga, V. (2012). Cómo aplicar las pruebas paramétricas bivariadas t de Student y ANOVA en SPSS. *REIRE*, 5(2), 83–100. <https://diposit.ub.edu/dspace/handle/2445/45286>
- Shan, J., Suzuki, T., Suhandy, D., Ogawa, Y., & Kondo, N. (2014). Chlorogenic acid (CGA) determination in roasted coffee beans by Near Infrared (NIR) spectroscopy. *Engineering in Agriculture, Environment and Food*, 7(4), 139–142. <https://doi.org/10.1016/j.eaef.2014.08.003>
- Shan, J., Wang, X., Han, S., & Kondo, N. (2017). Application of Curve Fitting and Wavelength Selection Methods for Determination of Chlorogenic Acid Concentration in Coffee Aqueous Solution by Vis/NIR Spectroscopy. *Food Analytical Methods*, 10(4), 999–1006. <https://doi.org/10.1007/s12161-016-0650-z>
- Shenk, J. S., Westerhaus, M. O., & Berzaghi, P. (1997). Investigation of a LOCAL Calibration Procedure for near Infrared Instruments. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 5(4), 223–232. <https://doi.org/10.1255/jnirs.115>
- Torres, L. D. S., & Herrera, C. H. (2005). Desarrollo de un método de análisis para la cuantificación de ácidos clorogénicos en café. *Agronomía costarricense: Revista de ciencias agrícolas*, 29(2), 99–107.
- Solís, L. D., & Herrera, C. H. (2005). Desarrollo de un método de análisis para la cuantificación de ácidos clorogénicos en café. *Agronomía costarricense*, 29(2), 99–107. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=6314482>
- Solís, M., De Pedro, E., Garrido, A., García, J., Silió, L., Rodríguez, C., & Rodríguez, J. (2001). Evaluación de la composición del lomo de cerdo ibérico mediante la tecnología NIRS. *Información Técnica Económica Agraria*, 22, 613–615.
- Speer, K., Sehat, N., & Montag, A. (1993, June 6-11). Fatty acids in coffee. Proceedings of 15th International Scientific Colloquium on Coffee. Montpellier, France.
- Valenciaga, D., & Oliveira Simoes, E. D. (2006). La espectroscopia de reflectancia en el infrarrojo cercano (NIRS) y sus potencialidades para la evaluación de forrajes. *Revista Cubana de Ciencia Agrícola*, 40(3), 259–267. <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=193017723001>
- Vásquez, D. R., Abadía, B., & Arreaza, L. C. (2004). Aplicación de la Espectroscopia de Reflectancia en el Infrarrojo Cercano (NIRS) para la caracterización nutricional del pasto Guinea y del grano de maíz. *Ciencia y Tecnología Agropecuaria*, 5(1), 49–55. [https://doi.org/10.21930/rcta.vol5\\_num1\\_art:24](https://doi.org/10.21930/rcta.vol5_num1_art:24)
- Villarreal, D., Baena, L. M., & Posada, H. E. (2012). Análisis de lípidos y ácidos grasos en café verde de líneas avanzadas de Coffea arábica cultivadas en Colombia. *Revista Cenicafé*, 63(1), 19–40. <http://hdl.handle.net/10778/520>
- Villegas, A. M., Pérez, C., Arana, V., Sandoval, T., Posada, H., Garrido, A., Guerrero, J., Pérez, D., & Olmo, J. (2014). Identificación de origen y calibración para tres compuestos químicos en café, por espectroscopia de infrarrojo cercano. *Revista Cenicafé*, 65(1), 7–16. <http://hdl.handle.net/10778/551>
- Vitorino, M. D., França, A. S., Oliveira, L. S. de, & Andrade, F. M. (2001). Variação de características físicas e químicas de café durante a torra. Parte II: Características químicas. En Consórcio Pesquisa Café e Desenvolvimento do Café (Organizador), *II Simpósio de Pesquisa dos Cafés do Brasil*, Vitória, Espírito Santo, Brasil. <http://www.sbicafe.ufv.br/handle/123456789/1175>
- Williams, P., & Norris, K. H. (1987). *Near-infrared technology in the agricultural and food industries*. American Association of Cereal Chemists.