

Influencia analítica del patrón utilizado en la determinación de almidón en azúcar crudo

Mabel Viñals-Verde*, Yeider Rodríguez-Molina, Livan Alba-Gutiérrez y Jorge García-González
Instituto de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar (ICIDCA).
Vía Blanca No. 804 y Carretera Central, San Miguel del Padrón. La Habana, Cuba.
mabel.vinals@icidca.azcuba.cu,

RESUMEN

El almidón es un polisacárido que se almacena en las hojas y en la punta (cogollo) de la caña de azúcar y tiende a gelatinizar, durante el procesamiento de la caña de azúcar, lo que provoca cambios en la viscosidad, problemas de coagulación y de filtrabilidad en el proceso de refinación. En la industria azucarera cubana la determinación del contenido de almidón de muestras de azúcar crudo, se realiza por un método validado que no especifica el patrón de referencia de almidón de papa a utilizar. El presente trabajo tiene como objetivo determinar las diferencias analíticas que se establecen en la determinación de almidón en azúcar crudo, cuando se emplean patrones de almidón diferentes y mostrar el comportamiento de los niveles de almidón en azúcar crudo, en el país, en las últimas zafas azucareras. Para ello se analizaron muestras periódicas de la zafa 2017-2018, según el método validado C28 de determinación de almidón, del manual de métodos analíticos para azúcar crudo. Los resultados obtenidos permitieron demostrar que el uso del patrón de almidón afecta la reproducibilidad de los resultados fuera y dentro del país. Además, se muestra el comportamiento de los niveles de almidón en azúcar crudo, en el país, en las últimas zafas azucareras.

Palabras clave: azúcar crudo, contenido de almidón, análisis azucarero.

ABSTRACT

Starch is a polysaccharide that is stored in the leaves and tip of the sugarcane and tends to gelatinize during the processing of sugarcane, which causes changes in viscosity, coagulation problems and in the refining process, filterability problems. In the Cuban sugar industry the determination of the starch content of raw sugar samples is carried out by a validated method that does not specify the standard of potato starch to be used. The objective of this work is to determine the differences that are established in the determination of starch in raw sugar when different starch patterns are used and to show the behavior of starch levels in raw sugar in the country in the last sugar harvests. For this, periodic samples of the 2017-2018 harvest were analyzed according to the validated method C28 of starch determination of the manual of analytical methods for raw sugar. The results obtained allowed to demonstrate that the use of the starch pattern affects the reproducibility of the results in the country and beyond. It also shows the behavior of starch levels in raw sugar in the country in the last sugar harvests.

Key words: raw sugar, starch content, sugar analysis.

INTRODUCCIÓN

El almidón, polisacárido de alto peso molecular, formado por unidades de glucosa, está presente de manera natural en la caña de azúcar, ya que es el compuesto químico de reserva energética de la planta, para satisfacer necesidades metabólicas (1). Como producto principal de la fotosíntesis, se almacena en las hojas y en la punta (cogollo) de la caña de azúcar y tiende a gelatinizar durante el procesamiento, lo que provoca cambios en la viscosidad, problemas de coagulación y aumento en la presión, durante la filtración con carbón activado (2).

Su contenido depende de factores como las condiciones de crecimiento, la variedad de la caña, la época y situación de corte, así como de las condiciones ambientales durante la temporada de zafra (3).

Las causas que motivan un alto contenido de almidón en crudo son el procesamiento de cañas inmaduras, y/o con alto contenido de hojas verdes y cogollos. Por lo tanto, es necesario un elevado control de estos dos componentes de la materia extraña, sobre todo, si se tiene en cuenta su contribución al incumplimiento de otros parámetros de calidad del azúcar (4).

Los gránulos de almidón están constituidos por un componente lineal, llamado amilosa, y un componente ramificado, la amilopectina. El almidón encontrado en la superficie del cristal de azúcar es básicamente amilosa, mientras que la amilopectina se encuentra ocluida en la red cristalina del grano (4 - 6).

La determinación de almidón en azúcar crudo tiene importancia para el proceso de refinación, ya que esta sustancia incrementa la viscosidad de las soluciones de azúcar y puede llegar a dificultar la filtrabilidad de los licores (1,6).

Las refinerías que carbonatan pueden verse muy afectadas por la presencia del almidón. La amilosa bloquea la superficie de crecimiento del cristal de carbonato de calcio y provoca graves problemas durante la filtración. Esta situación se hace crítica por encima de los 150 ppm de almidón. Por esta causa, muchas refinerías recompensan a los productores de crudos con contenidos de almidón por debajo de 100 ppm y cobran multas por encima de 150 ppm (4).

En las refinerías que fosfatan se ha comprobado que altos contenidos de almidón provocan, durante la clarificación, grandes coágulos, muy densos, con bajas velocidades de flotación; es decir, dificultan la fosflotación y afectan la calidad de la clarificación de los licores (6).

De esta forma, la presencia de almidón puede elevar los costos de producción por reducción en los rendimientos de cristalización y centrifugación, cuando se concentra el azúcar; se reduce también la capacidad de filtración, se retarda el crecimiento de los cristales de sacarosa y se ve comprometida la forma (distorsión) de estos (1). Para reducir el efecto de este polisacárido se debe implementar el empleo de la alfa amilasa, para lograr la hidrólisis del almidón (6, 7).

En la industria azucarera cubana, la determinación del contenido de almidón de las muestra de ensayo de azúcar crudo, se realiza por el método C28 “Método CSR modificado para la determinación espectrofotométrica de almidón en azúcar crudo” (8), es un método validado por el Instituto Cubano de Investigaciones del Azúcar (ICINAZ) (9).

El método no está normalizado pero adopta, en parte, el procedimiento ICUMSA GS1-16 (2013) “Determinación de almidón en azúcar crudo, mediante el método BSES – Oficial” (10).

Las diferencias entre el C28 y el GS1-16 (2013) son las siguientes:

- En el método C28 se utiliza la mitad del peso de la muestra de ensayo de la que utiliza el método ICUMSA.
- El secado del yodato de potasio se realiza en el doble del tiempo que el método ICUMSA, y a la misma temperatura.
- Se adiciona primero el yodato de potasio y, después, el yoduro de potasio y en el método ICUMSA, se adiciona una mezcla de yoduro - yodato de potasio, para formar el complejo azul.
- Después de adicionar el yoduro de potasio se lee entre los 20 y 60 minutos, y el método ICUMSA se lee entre los 2 a 5 minutos de adicionar la mezcla yoduro – yodato de potasio
- Recomienda utilizar almidón de papa sin ninguna especificación y el método ICUMSA especifica emplear almidón de papa de calidad, reactivo para laboratorio B.D.H, con certificación por lote (contenido de cenizas: 5: 0.3 g/100 g).

Según Sanfiel y Fernández (8), un defecto común a todos los métodos empleados para determinar este analito consiste en que los resultados dependen, en gran medida, del tipo de almidón utilizado como referencia, lo que altera sensiblemente la reproducibilidad del análisis (8).

El objetivo de este trabajo es comparar los resultados analíticos en la determinación de almidón, utilizando dos patrones de almidón soluble diferentes, y mostrar el comportamiento de los niveles de almidón en azúcar crudo, en el país, en las últimas zafas azucareras.

MATERIALES Y MÉTODOS

El estudio se realizó con 300 muestras de azúcar crudo de diferentes UEB Central azucarero cubanos, tomadas en la zafra 2017-2018.

Estas fueron procesadas de acuerdo al método C28 "Método CSR modificado para la determinación espectrofotométrica de almidón en azúcar crudo" (8).

Para la elaboración de la solución de referencia de almidón con vistas a confeccionar la curva de referencia se utilizaron dos patrones de almidón: almidón de papa de calidad, reactivo para laboratorio B.D.H con certificación por lote (contenido de cenizas: 5:0.3 g/100 g) y almidón soluble de papa, calidad reactivo de Titolchimica.

Los resultados obtenidos fueron analizados con el programa STATGRAPHICS Centurión XV, con el objetivo de identificar las diferencias estadísticas entre los métodos.

Para el análisis del comportamiento de los niveles de almidón en el azúcar producido en el país, se tomaron los resultados de muestras procesadas en el Laboratorio de Ensayos y Calibraciones de los alimentos (LEYCAL), del ICIDCA, de las últimas siete zafas azucareras. LEYCAL es el laboratorio de referencia de AZCUBA en el país, y es un laboratorio acreditado de forma continua, desde enero del 2012 por la NC ISO/IEC 17025:06.

Se analizaron los resultados del contenido de almidón por el método validado C28 (8) de muestras periódicas (mensuales), enviadas por las UEB Central azucarero y se utilizó como solución patrón almidón de papa de la BDH.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Determinación de almidón con patrones de referencia de almidón soluble de papa diferentes

La figura 1 muestra los resultados del contenido de almidón en azúcar crudo que utiliza el método C28, del manual Métodos Analíticos para azúcar crudo, tiene como patrón de referencia almidón

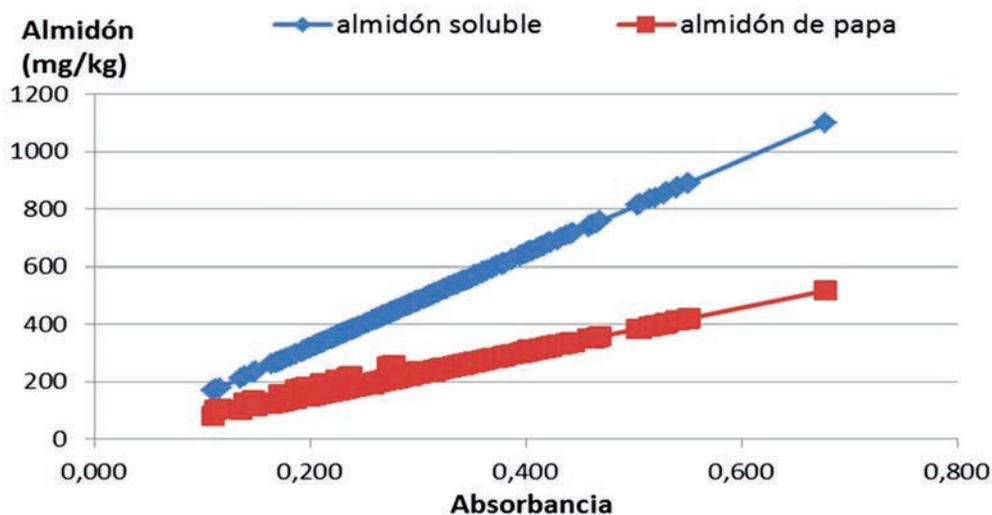


Figura 1. Gráfico del contenido de almidón en muestras de azúcar crudo que utiliza un método de determinación con patrones de almidón diferentes.

soluble de papa, para laboratorios BDH y almidón soluble de Titolchimica. Se puede observar que las diferencias aumentan a medida que aumenta el contenido de almidón en la muestra.

Con el objetivo de identificar las posibles diferencias, en cuanto al contenido de almidón que utiliza dos patrones de almidón diferentes, se realizó un análisis de varianza (ANOVA).

El análisis de varianza de los resultados del contenido de almidón en azúcar crudo detectó que existen diferencias significativas ($P \leq 0.05$), en cuanto al método de determinación de almidón si se utilizan patrones de referencia de almidón diferentes (tabla 1).

Tabla 1. Análisis de varianza del contenido de almidón en azúcar crudo utilizando un método validado usando dos patrones de referencia de almidón diferentes

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	1,27021E6	178	7136,02	101,81	0,0000
Dentro grupos	8761,83	125	70,0947		
Total (Corr.)	1,27897E6	303			

Estos resultados demuestran la importancia de especificar el patrón de almidón a utilizar, en el método analítico en cuestión, como lo hace el método del Manual ICUMSA GS1-16 (2013), para que los resultados sean confiables y reproducibles.

Comportamiento de los niveles de almidón en azúcar crudo en el país

Los resultados que a continuación se presentan están basados en la determinación de almidón por el método C28 (8), utilizando almidón de papa, como patrón de referencia.

En la figura 2 se puede observar que los niveles de almidón en azúcar crudo, en la zafra 2017-2018, presentan valores promedios inferiores al valor normado (NC 85:2017) que es de 200 ppm en la zona oriental, en las provincias de Guantánamo (168), Santiago de Cuba (174), Granma (178) y Holguín (197), y valores promedios máximos se obtienen en provincias de la zona central (Sancti Spiritus (306), Cienfuegos (276), Camagüey (256) y en la zona occidental Matanzas(252).

En la figura 3 se observa que el promedio anual ha estado, en 6 de los 7 años analizados, por encima de 200 ppm, (norma vigente (2017) de niveles de almidón en azúcar crudo); solo en la zafra 20132014, estuvo por debajo de este valor con promedio anual de 181 ppm.

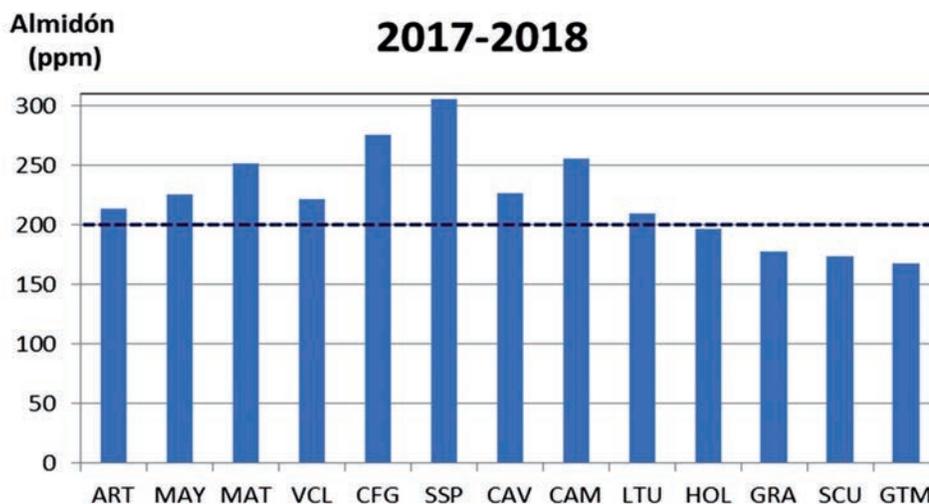


Figura 2. Comportamiento del contenido de almidón en azúcar crudo por empresa azucarera en la zafra 2017-2018.

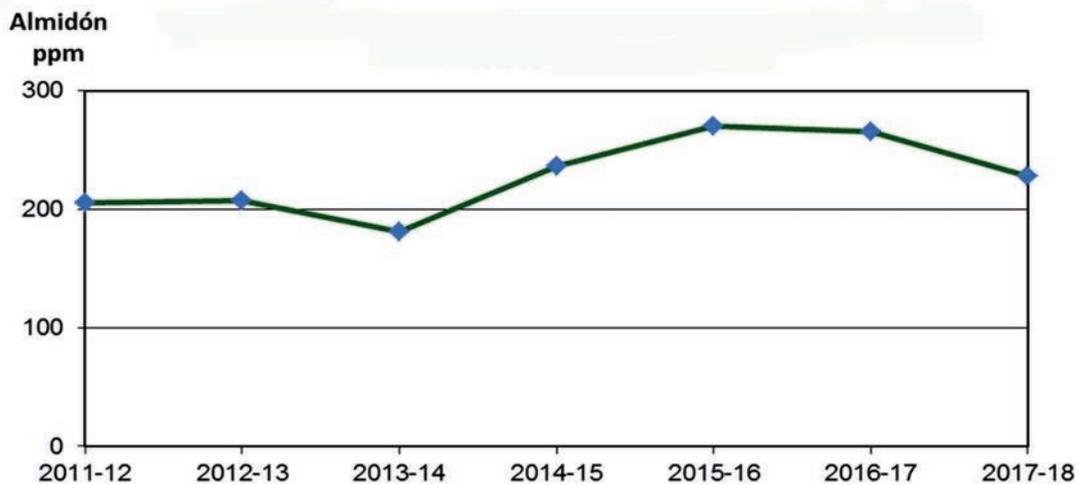


Figura 3. Promedio anual del contenido de almidón en azúcar crudo, en las últimas siete zafas azucareras (2011-2018).

Según Rodríguez *et al.* (11), la concentración de almidón en azúcar, exhibe una cierta oscilación cíclica con períodos de cuatro años. Este comportamiento se mantiene porque posterior a la zafra del 2013-2014, los niveles de almidón en azúcar comenzaron a ascender y llegaron a un valor promedio nacional de 270 ppm, en el 2015-2016, y con tendencia a la disminución paulatina, desde el 2016 hasta la actualidad.

Esto demuestra que no se le ha prestado una atención sistemática al tema del corte del cogollo de la caña de azúcar, en el proceso de cosecha, lo cual provoca la entrada de altos niveles de almidón que afecta el proceso de fabricación del azúcar crudo y disminuye la calidad de esta, lo que atenta contra la exportación del azúcar cubano, debido a problemas de filtrabilidad de los licores de este azúcar crudo, en el proceso de refinación, o la consiguiente penalización, por contenido de este polisacárido en el producto final.

CONCLUSIONES

- Los resultados estadísticos muestran que existen diferencias reales entre los métodos de determinación de almidón en azúcar crudo cuando se utilizan diferentes patrones en la obtención de la curva de referencia.
- Es fundamental especificar el patrón de almidón a utilizar en el método analítico para que los resultados sean confiables y reproducibles. Siendo el almidón soluble de papa para laboratorios BDH el que se debe utilizar debido a que la norma internacional ICUMSA lo especifica.
- Los niveles de almidón en azúcar crudo en los últimos 7 años se han mantenido por encima de 200 ppm afectando la calidad del producto final.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Cole, M.; Rose, I.; Chung, Y.; Eggleston, G.; Gilbert, A. Development of an analytical method to measure insoluble and soluble starch in sugarcane and sweet sorghum products. *FoodChem.* 190, 50-59. Enero 2016.
2. Pescador, J.C. Sugazym –dextranasa y amilasa en la industria azucarera <<https://www.atamexico.com.mx/wp-content/uploads/2017/11/12-Fábrica.pdf>> [consulta 18 de dic. 2018].
3. Martínez, C. y De León, J.B. Influencia de la calidad de la materia prima en el proceso tecnológico, calidad del producto final, y el rendimiento industrial en una fábrica de azúcar. *Centro Azúcar.* 39 (3), 28-34, julio-sept., 2012

4. Casanova, E. Calidad del azúcar crudo. Parte II Su relación con el proceso de refinación. Informe de investigación. Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar, 2016
5. Viginotti, F.; Polesi, L.; Aguiar, C.; Silveira, S. Structural and physicochemical characteristics of starch from sugar cane and sweet sorghum stalks. *Carbohydrate Polymers*. 111, 592-597. Octubre 2014.
6. Rein, P. Cane Sugar Engineering. Verlag Dr. Albert Bartens, Berlin, 2012. p. 562-564.
7. Cole, M.; Rose, I.; Chung, Y.; Eggleston, G. A structured approach to target starch solubilisation and hydrolysis for the sugarcane industry. *FoodChem*. 166, 165-172. Enero 2015.
8. Sanfiel, F.; Fernández, F. Métodos analíticos para azúcar crudo. Instituto Cubano de Investigaciones azucareras. 1a ed. Ciudad de La Habana. Editorial Publicaciones azucareras. 2006. p. 145-150.
9. Fernández Álvarez, F. *et al.* Validación del método: Determinación de Almidón en Azúcar Crudo, Informe interno, junio 2001.
10. ICUMSA. Libro de Métodos (2013) ISBN 978-3-87040-576-2 ICUMSA: Suplemento 2013 del Libro de Métodos ISBN 978-3-87040-583-0.
11. Rodríguez, R.J.; Rodríguez, J. y Mesa, J. Tendencia de los principales parámetros del azúcar crudo durante los años 2001 a 2014. *ICIDCA sobre los derivados de la caña de azúcar*. 49 (3), 11-16, sept.-dic, 2015.