

# Algunos elementos sobre la cristalización de la glucosa azucarera

Daymara Quintana-Cruz<sup>1</sup>, Dayana Leguen-Illas<sup>2</sup>, Odalys Capote-Peña<sup>1</sup>, Sara Mendoza-Ferrer<sup>1</sup>, José M. Ameneiros-Martínez<sup>2</sup>, Jorge T. Lodos-Fernández<sup>1\*</sup>

1. Instituto Cubano 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
  2. Universidad Tecnológica de La Habana (CUJAE)  
Calle 114, No. 11901, entre Ciclo Vía y Rotonda, Marianao. La Habana, Cuba
- \* [jorgetomaslodos@gmail.com](mailto:jorgetomaslodos@gmail.com)

## RESUMEN

**Introducción.** Se discute sobre la producción de glucosa azucarera en la UEB Chiquitico Fabregat.

**Objetivo.** Replicar, en condiciones de laboratorio, el proceso de la primera cristalización de la glucosa azucarera y proponer medidas para elevar su rendimiento.

**Materiales y métodos.** Se situaron frascos con 300 mL de licor invertido, con semilla y sin ella, en una zaranda con temperatura controlada a 30 °C y 200 rpm; con reiniciación automática, por si falla el fluido eléctrico. Se midió polarimétricamente la glucosa remanente en solución y, por diferencia con la inicial, la cristalizada, a cuyos cristales se les midió su longitud y área, con el programa libre ImageJ.

**Resultados y discusión.** Se confirmó la necesidad de utilizar semilla. Se pudo replicar la primera cristalización y medir su rendimiento y el crecimiento de los cristales, a pesar de la eventual falta de fluido eléctrico y la dificultad en mantener en suspensión la semilla. Se evidenció que se puede elevar, significativamente, el rendimiento de glucosa, del 14 % actual, al extender el tiempo de cristalización, y que las centrifugas discontinuas, en lugar de los filtros-prensa, pueden separar perfectamente el licor sobrenadante de los cristales.

**Conclusiones.** Se obtuvo un rendimiento del 22 % entre los 30 y los 35 días con semilla, que tiende a estabilizarse y se propone sustituir, definitivamente, los filtros-prensa por centrifugas discontinuas y evaluar su sustitución por las continuas.

**Palabras clave.** Glucosa, licor invertido, rendimiento, semilla, tamaño del cristal.

## ABSTRACT

**Introduction.** It is discussed the production of sugar glucose at UEB Chiquitico Fabregat.

**Objective.** To reproduce in lab conditions glucose first crystallization process in order to suggest ways to improve its yield.

**Materials and methods.** Flasks with 300 mL invert liquor, with and without seed, were located in a shaker at 30 °C, 200 rpm with automatic reboot in case of blackout. The glucose remaining in solution was measured with a polarimeter and, by difference with the initial glucose, the crystallized glucose, whose crystals were measured in length and area, with the free program Image J.

**Results and discussion.** The need to use seed was confirmed. The first crystallization could be replicated as well as its performance and crystal growth, despite the eventual lack of electrical fluid and the difficulty in keeping the seed in suspension. It was shown that glucose yield can be significantly increased from the current 14 % by extending the crystallization time, and that batch centrifuges, rather than filter presses, can perfectly separate the supernatant liquor from the crystals.

**Conclusions.** A yield of 22 % was obtained between 30 and 35 days with seed, which tends to stabilize, and it is proposed to permanently replace the filter presses with discontinuous centrifuges and evaluate their replacement with continuous ones.

**Keywords.** Glucose, invert liquor, glucose yield, seed, crystal dimensions

## INTRODUCCIÓN

En la UEB Chiquitico Fabregat se obtiene glucosa azucarera monohidratada, que se emplea como materia prima en la obtención de sorbitol, en la planta anexa al central Argentina. El sorbitol es un polialcohol con propiedades edulcorantes y humectantes que se utiliza, principalmente, en cosméticos y en las industrias alimentaria y farmacéutica.

La glucosa azucarera se obtiene por cristalización de una solución sobresaturada de azúcar refino invertido (mezcla equimolar y equimaterial de glucosa y fructosa), con 78 de Brix en presencia de semilla. La solubilidad de la glucosa a 30 °C es de 120.5 g/100 g de agua (1), mientras que en el licor invertido es de 186.6 g/100 g de agua (41.05/22), por lo que su sobresaturación de 1.55 (186.6/120.5) es significativa. La presencia de glucosa precipitada (semilla) garantiza, además, la sobresaturación permanente. Esta tecnología se transfirió de una planta existente en la antigua Checoslovaquia, en la que la cristalización se realizaba a 15 °C con un rendimiento del 22 % o 4.5 unidades de sacarosa por unidad de glucosa monohidratada (2). En las plantas cubanas, la cristalización se realiza a temperatura ambiente, de unos  $27 \pm 5$  °C, entre 20 y 22 días y el rendimiento obtenido es del orden del 15 % (~ 7 unidades en peso de sacarosa por una de glucosa monohidratada). Aunque se ha propuesto enfriar con agua y/o aire, en realidad no se han implementado estas posibilidades (3).

Las principales etapas del proceso de obtención de glucosa azucarera, a partir del azúcar refino, son 9: disolución, inversión, enfriamiento, primera cristalización (con semillamiento), filtración, segunda disolución, segunda cristalización (con semillamiento), centrifugación (el licor centrifugado se retorna a la primera cristalización) y envase. En la UEB Chiquitico Fabregat, la rotura del filtro prensa obligó a paralizar la segunda cristalización, utilizar sus centrífugas en la primera y tener como producto final solo la glucosa de primera cristalización con superior calidad. El control del fin de la cristalización se realizó por la medición del rendimiento de cristales, cuando este alcanzó un valor superior al 22 %, que incluyó entre un 8 y un 10 % de semilla añadida. El lugar y la forma del muestreo no garantizaron que la muestra fuera suficientemente representativa.

Los problemas principales de la tecnología actual están vinculados con la etapa de cristalización, que no tiene suficientemente esclarecida su cinética ni el papel de la semilla, como método para inducir la cristalización y garantizar la sobresaturación. En gran medida, el menor rendimiento de la glucosa azucarera cubana en comparación con la checa, está relacionado con las diferentes temperaturas de enfriamiento y sobresaturación asociadas (30 °C versus 15 °C). La agitación reduce los gradientes de temperatura y de concentración, mantiene los cristales en suspensión y asegura que se acerquen a zonas sobresaturadas. En el caso de la glucosa azucarera para producir sorbitol, ni la forma de los cristales ni su tamaño o dispersión influyen porque, en la primera etapa de esa tecnología, se disuelve la glucosa.

El objetivo de este trabajo es replicar en el laboratorio la primera cristalización de la glucosa bajo condiciones, lo más cercanas posibles, a las existentes en la UEB Chiquitico Fabregat, para hacer recomendaciones que mejoren su rendimiento.

## MATERIALES Y MÉTODOS

El azúcar refino C y la glucosa para semilla se pesaron en una balanza analítica XS BL 224 Basic, con precisión 0.0002 gramos (g) en 200 g. Los grados sacarimétricos (°Z) se midieron con un polarímetro automático Kruss y el pH con un pHmetro Mettler Toledo. Se utilizó, para darle seguimiento a la cristalización, una zaranda New Brunswick Scientific, con control de temperatura, de vibración de las muestras y recendido automático, en caso de falla de electricidad.

Se partió de un licor invertido, obtenido hidrolizando una solución de azúcar refino C con ácido fosfórico al 85 %, en las mismas condiciones en que se realiza esta operación en la Planta de Chiquitico Fabregat (78 % de Brix y 0.6 ml de ácido fosfórico por kilogramo de azúcar, durante 3 horas a 90 °C, hasta una lectura inferior a 6 °Z).

Trescientos mililitros de licor invertido sin semilla o con esta (45 g de glucosa en polvo, equivalente al 10 % en peso) se ubicaron en frascos de 500 mL sellados, que permitieron extraer muestras de 12 mL por cuadruplicado, durante las 6 semanas previstas para el experimento y conocer su valor promedio y la desviación estándar. Los frascos se ajustaron a los nidos de la zaranda, que garantizaron su rigidez durante la vibración. Se ajustó el nivel de vibración al que mantuviera la semilla en suspensión (200 rpm). Se seleccionó la temperatura de 30 °C, por ser la más cercana al promedio que se tiene en la fábrica durante la cristalización.

Con la aparición de turbidez en los frascos sin semilla y, a partir del día 16 en los frascos con semilla, las muestras se procesaron en una centrífuga Neya 10, que giró a 3 000 rpm para separar el sobrenadante de los cristales. Las mediciones de los °Z del sobrenadante se realizaron con el polarímetro MCP 5300 Sucromat y las del diámetro de los cristales, a partir de fotografías de la suspensión, ubicadas en portaobjetos en el microscopio Zeiss Axioestar Plus con cámara acoplada. Las imágenes obtenidas se procesaron con el software libre ImageJ para calcular sus dimensiones.

Al licor centrifugado se le midieron los °Z y, a partir de ese valor, se calculó su concentración de glucosa, la diferencia con la original permitió calcular con facilidad el rendimiento obtenido.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Rendimiento sin semilla

En los frascos sin semilla solo apareció turbidez ligera a los 20 días, que no pesó lo suficiente para poderla separar, procesar y secar, y considerarla un rendimiento de cristales (tabla 1). La desviación estándar de cálculo de las lecturas polarimétricas resultó entre el 0.2 y el 1.5 %.

**Tabla 1.** Resultados con el licor sin semilla

Días	Turbidez
0	No se aprecia
10	No se aprecia
20	Ligera turbidez
30 - 50	Se mantiene, pero no se incrementa

Los datos obtenidos demuestran que la sobresaturación en el licor invertido, en las condiciones de Chiquitico Fabregat no es suficiente para que aparezcan cristales en un tiempo compatible con el del proceso industrial, por lo que es necesario añadir semilla, como se realiza en la planta.

### Rendimiento con semilla

En la tabla 2 aparecen los valores obtenidos de la concentración de glucosa en solución, en cada momento; de donde puede calcularse la cristalizada, que dividida por la cantidad original de sacarosa nos da el rendimiento obtenido. Los valores son el promedio de las 4 determinaciones y la desviación estándar osciló entre el 2 % y el 5 % de los valores obtenidos, que no alteraron los resultados del análisis. Evidentemente, en el rendimiento no se consideró la semilla añadida.

Tabla 2. Resultados con el licor con semilla

Días	F (1)	G (1)	G <sub>o</sub>	G <sub>cristal</sub>	Rendimiento
0	41.05	41.05	41.05	10.00	0
21	58.16 ± 0.87	41.84 ± 0.87	29.53	11.52	14.77
26	55.43 ± 1.15	44.58 ± 1.15	33.02	8.03	10.29
32	61.29 ± 0.50	38.71 ± 0.50	25.93	15.12	19.39
36	63.36 ± 0.32	36.64 ± 0.32	23.75	17.30	22.17
39	62.29 ± 0.54	37.72 ± 0.54	24.86	16.19	20.75
Deseable	≥ 60	≤ 40	≤ 27.4	≥ 13.7	≥ 17.6
Norma	≥ 54	≤ 46	≤ 35.0	≥ 6.1	≥ 7.8
Real	~ 58	~ 42	~ 30	~ 11	~ 14

G: glucosa, F: fructosa, (1) 78.0 g de sacarosa se convierten en 82.1 g de F + G,

$$G_o = 41.05(G / F) \quad G_{\text{cristal}} = 41.05 - G_o, \quad \text{Rendimiento} = G_{\text{cristal}} / 78.$$

Un dato interesante es la relación F/G que, en el caso de estudio, va desde el 50 % inicial hasta el 61 - 63 %, lo que permite asegurar que las experiencias realizadas están en el rango industrial. En otras palabras, a pesar de los inconvenientes asociados a las fallas eléctricas no controladas, por ejemplo, los datos obtenidos concuerdan razonablemente con la realidad industrial. En un trabajo anterior se obtuvo un rendimiento similar a los 20 días, pero de una glucosa separada por filtración, con una pureza inferior al 75 % y un alto contenido de fructosa (4). El rendimiento, expresado en glucosa pura, fue del 15 %, similar al obtenido en este trabajo. En la figura 1 aparecen los resultados obtenidos. No fue posible establecer un inicio de la cristalización medible, que se situó aproximadamente entre los 10 y 15 días. El inicio y forma de la curva de crecimiento deberán precisarse en futuras experiencias. Se evidenció que la extensión del tiempo de cristalización hasta 30 días permite incrementar, significativamente, el rendimiento hasta un valor del 22 %, con tendencia a estabilizarse en el entorno de ese valor. Es importante destacar que esta forma de calcular y de analizar la cristalización de la glucosa es original y permite comprender mejor lo que sucede realmente.

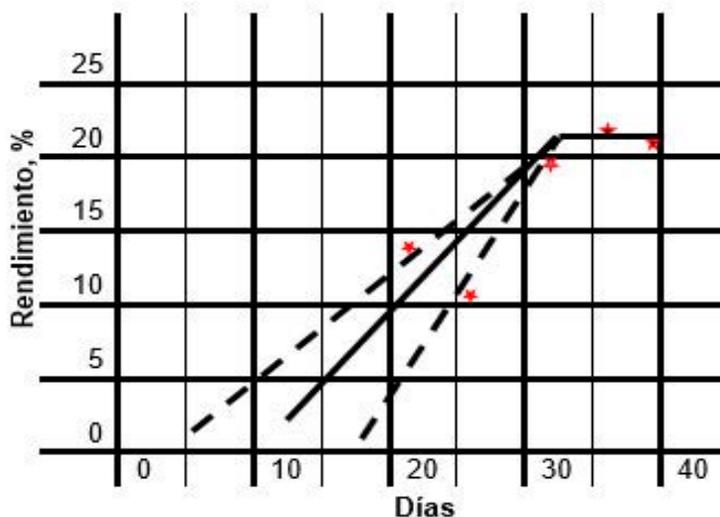


Figura 1. Rendimiento de glucosa en el tiempo.

La separación de la glucosa en el laboratorio confirma que pueden utilizarse centrífugas, en lugar de filtros, para realizar esta operación lo que, de hecho, ya se está haciendo en Chiquitico Fabregat. De esa manera, se pueden sustituir los filtros-prensa faltantes por centrífugas, para separar la

glucosa de primera cristalización, inclusive con más calidad, y reincorporar la segunda cristalización al proceso.

### El tamaño de los cristales

La figura 2 muestra los resultados del análisis de los cristales. La forma de la expresión que modela el crecimiento de los cristales parece confirmar que su origen medible está, aproximadamente, entre 10 y 15 días. También se aprecia que, en los primeros 20 días, no hay cristales o son muy pequeños y no se distinguen en la imagen fotográfica, es en el entorno de los 20 días cuando ya pueden fotografiarse. Su tamaño crece sistemáticamente en el tiempo.

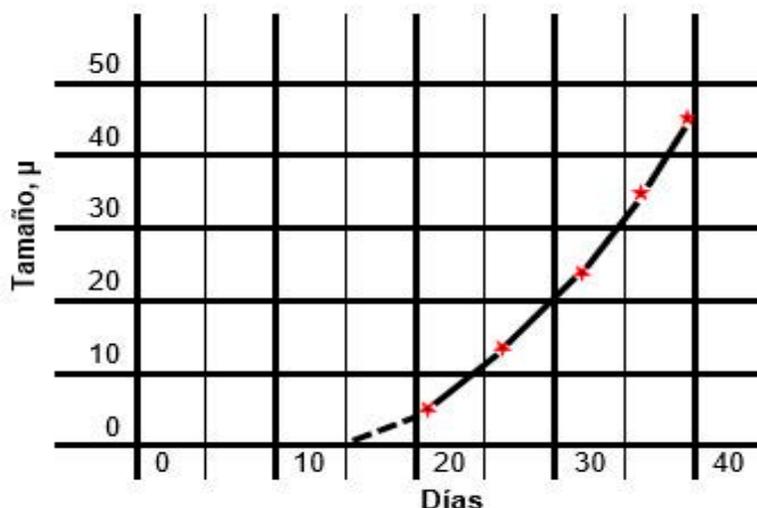


Figura 2. Tamaño del cristal en el tiempo.

El pequeño tamaño de los cristales de glucosa, su dispersión y el hecho de que se disuelven para producir sorbitol, como ya se mencionó, sugieren que podrían utilizarse centrífugas continuas para su separación en la primera cristalización y sustituir los filtros prensa, ya que su principal deficiencia de romper los cristales y elevar su dispersión no son relevantes en este caso. También, por los mismos motivos, debería evaluarse su utilización en la segunda cristalización. Las centrífugas continuas cuestan varias veces menos, no tienen picos eléctricos, su consumo de energía es menor, son sencillas de operar y su mantenimiento es fácil y poco costoso, comparados con las centrífugas discontinuas

### CONCLUSIONES

1. Se determinó el rendimiento de glucosa azucarera en el tiempo, con semilla añadida y sin ella, a una temperatura de 30 °C. Sin semilla no se obtuvo glucosa cristalizada, con semilla se obtuvo hasta un 22 % de rendimiento, entre los 30 y 35 días de cristalización.
2. Posteriormente, entre los 30 y los 35 días de cristalización, el rendimiento tiende a estabilizarse.
3. El tamaño de los cristales aumentó con el paso del tiempo.
4. Debe revisarse el tiempo de residencia de la primera cristalización y la técnica de medición de su punto final por el rendimiento de cristales, que no contabiliza la semilla añadida.
5. Se deben sustituir, definitivamente, los filtros-prensa por centrífugas.
6. Se debe evaluar la sustitución de las centrífugas discontinuas por continuas.

## RECOMENDACIONES

1. Continuar los experimentos y precisar el origen de los cristales medibles y variar sus condiciones iniciales de Brix del licor y temperatura de trabajo.
2. Evaluar la utilización de glucómetros para medir, directamente, la concentración de glucosa en solución.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Honig, P. (1953). Principles of Sugar Technology. Volume 1, First edition. Elsevier Publishing Company. Amsterdam, Houston, New York and London. 767 pages. Chapter 3. Physical and Chemical Properties of Reducing Sugars. Table 1: Solubility of dextrose in water, page 78.
2. Comunicación personal de Jorge Lodos, el 23 de mayo del 2024.
3. Chávez, L.; Cárdenas, L.; Ones, O. y Pedroso, G. (2020). Evaluación del proceso de producción de glucosa a partir de sacarosa en la UEB Argentina. Revista Tecnología Química. Volumen 40, página 16.
4. Fariñas, A.; Rodríguez, R.; Lodos, J. and Valdés, A. (1977). Technology for the Production of Fructose Syrup and Crystallized Glucose from different Sugar Sources. Proceedings XVI Congress International Society of Sugar Cane Technologists (ISSCT), Sao Paulo, Brazil. Poster, 10 page.