

Comportamiento del color en la producción del sirope de fructooligosacáridos, a partir de azúcares refino y crudo

Dayani Hernández-Moré*, Elianne Bell-Anaya, Liney González-Martínez, Odalys Capote-Peña

Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar (ICIDCA)
Vía Blanca, No. 804 y Carretera Central, San Miguel de Padrón. La Habana, Cuba

* dayani.hernandez@icidca.azcuba.cu

RESUMEN

Introducción. Los fructooligosacáridos (FOS) son considerados oligosacáridos no digeribles con propiedades prebióticas, generalmente producidos por vegetales como cebolla, ajo, puerro, alcachofa, espárrago, bardana y yacón.

Objetivo. Estudiar el comportamiento del parámetro color en cada etapa de la tecnología de producción de FOS, a partir de azúcar refino y crudo.

Materiales y métodos. La experimentación se desarrolló en los laboratorios analíticos del Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar, con el empleo de la enzima 1-SSTrec y los sustratos de azúcar crudo y azúcar refino de caña de azúcar.

Resultados y discusión. Mediante el estudio del comportamiento del color de la corriente principal, en cada etapa del proceso de producción del sirope de FOS, se demostró que no existen diferencias entre los colores de la solución azucarada y el jarabe de FOS que sale del reactor; y, para el estudio del efecto del tiempo de residencia del jarabe de FOS, en el tratamiento con carbón activado puede observarse que, a mayor tiempo de contacto del jarabe de FOS con el carbón activado, mayor es la disminución en el color de las corrientes.

Conclusiones. Tanto para los FOS de crudo como para los de refino, la etapa de reacción enzimática no afecta significativamente el color y la etapa de inactivación lo aumenta para ambas materias primas. Al tratarse el jarabe de FOS con carbón se observa una disminución del color; y, al aumentar el tiempo de residencia en el tratamiento con carbón activado disminuye, en mayor medida, el parámetro color. Se sugiere evaluar otros decolorantes y partir de productos de menor color.

Palabras clave. Azúcar crudo, fructooligosacáridos, color, carbón activado.

ABSTRACT

Introduction. Fructooligosaccharides (FOS) are considered non-digestible oligosaccharides with prebiotic properties, generally produced by vegetables such as onions, garlic, leeks, artichokes, asparagus, burdock, and yacon.

Objective. To study the behavior of the color parameter at each stage of the FOS production process from refined and raw sugar.

Materials and methods. The experimentation was carried out in the analytical laboratories of the Cuban Research Institute for Sugarcane Derivatives (ICIDCA), using the enzyme 1-SSTrec and the substrates raw and refined cane sugar.

Results and discussion. The study of the color behavior of the main stream at each stage of the FOS syrup production process showed that there are no differences between the color of the sugar solution and the FOS syrup exiting the reactor. In studying the effect of the residence time of the FOS syrup during treat-

ment with activated charcoal, it was observed that the longer the contact time of the FOS syrup with activated charcoal, the greater the reduction in the color of the streams.

Conclusions. For both FOS from raw and refined sugar, the enzymatic reaction stage does not significantly affect the color, while the inactivation stage increases color for both raw materials. When FOS syrup is treated with charcoal, a reduction in color is observed. Additionally, increasing the residence time in the activated carbon treatment leads to a greater reduction in the color parameter. It is suggested to try other decolorants and raw materials with lower color levels.

Keywords. Raw sugar, fructooligosaccharides, color, activated charcoal.

INTRODUCCIÓN

Los fructooligosacáridos (FOS) son considerados oligosacáridos no digeribles, estos presentan como fórmula general GF_n, que indica la presencia de varias unidades de fructosa unidas a una glucosa terminal o FF_n, que contienen unidades de fructosa unidas entre sí, por enlaces glicosídicos β-(2→1) o β-(2→6) y son, generalmente, producidos por plantas y hongos (1).

Sus principales aplicaciones se relacionan con su efecto prebiótico, su poder edulcorante y su bajo valor calórico. Los efectos beneficiosos de los FOS, como prebióticos, son atribuidos a un incremento de la flora, principalmente, bifidogénica y se dividen en tres acciones: inmunoprotectora, metabólica y nutricional (2).

Al ser una fibra dietética, los FOS permiten el alivio de enfermedades como el estreñimiento. Por sus propiedades como edulcorantes de bajo aporte calórico, los FOS ayudan en la prevención de diferentes enfermedades cardiovasculares e hipertrigliceridemia, las cuales están asociadas a dietas hipercalóricas. Igualmente, al no aportar calorías, disminuyen el riesgo de desarrollar enfermedades como la obesidad y diabetes tipo II (3-5). Varios autores los han obtenido por biosíntesis, a partir de diferentes sustratos azucareros, incluyendo la miel final (6).

En Cuba no existe producción industrial de FOS ni consumo, por sus altos precios en el mercado internacional (5-15 USD/kg); sin embargo, se ha llevado a cabo la producción de FOS a escala de laboratorio, escala piloto y una primera prueba industrial en la planta de sorbitol de Camagüey (7).

El Centro de Ingeniería Genética y Biotecnología, de Sancti Spíritus (CIGB SS), ha desarrollado una enzima recombinante 1-SSTrec capaz de convertir la sacarosa en fructooligosacáridos, fundamentalmente kestosa y nistosa (8). De conjunto con el ICIDCA se ha estudiado, a nivel de laboratorio, el comportamiento de la enzima con azúcar refino, azúcar crudo, licores de refinera y, recientemente, con meladura y mieles finales.

La enzima ha mostrado un comportamiento similar ante azúcar refino, azúcar crudo y licores de refinera, según refiere Capote *et al.* (9) y se han logrado alcanzar composiciones de FOS en el jarabe mezcla de 55 % que los hace comercializable. Se reporta que, desde el punto de vista de las características físico-químicas, solo el parámetro color ha mostrado desviaciones, dadas por la coloración inicial de cada una de las materias primas estudiadas y es necesario estudiar cuánto aporta en color cada etapa del proceso y qué cambios tecnológicos se necesitarían para lograr siropes con colores menores a 200 UI.

Se realizó también una prueba industrial en la planta de sorbitol de Camagüey, a partir de azúcar de calidad blanco. Los licores de FOS obtenidos fueron tratados también con carbón activado en polvo y concentrados a 75 °Bx. Sus colores, entre 50 UI y 130 UI, estuvieron en el rango adecuado. Se estimó que la concentración elevó el color en 1.8 veces, mientras que el carbón activado en polvo lo redujo en 3.5 veces (10).

Como resultado de las evaluaciones anteriores se recomendó valorar el uso de otros azúcares y decolorantes y estudiar la influencia del proceso de obtención de FOS sobre su color, que constituyen los objetivos de este trabajo.

Existen diversas técnicas para ayudar en la remoción del color, entre las principales se encuentran: coagulación-floculación, ozonización, tecnología de membranas y adsorción.

La adsorción se basa en la retención física de las moléculas de colorante en la superficie del adsorbente que se utilice. La eficacia del proceso de adsorción está influida por una gran variedad de parámetros, entre los que se encuentran la interacción entre el colorante y el adsorbente, la superficie específica de este, el tamaño de la molécula de colorante, la temperatura, el pH y el tiempo de contacto. Así pues, es fundamental el tipo de adsorbente elegido. Un adsorbente muy utilizado es el carbón activo, aunque también se emplean otros adsorbentes inorgánicos. Los procesos de adsorción generan efluentes de alta calidad, aunque presentan una serie de desventajas que los hace no competitivos para el tratamiento de efluentes coloreados: son procesos lentos; no selectivos, de manera que hay una competición entre las moléculas de tinte y otros compuestos presentes en el efluente; no destructivos, que generan un residuo que debe ser eliminado; la desorción es un proceso difícil y costoso y, por último, los adsorbentes suelen ser caros (11).

MATERIALES Y MÉTODOS

Para caracterizar las materias primas y el producto se emplearon varias técnicas analíticas, con respecto a la originalidad de cada norma para su realización y métodos empleados para llevar a cabo la síntesis enzimática de los fructooligosacáridos en el laboratorio, se emplearon la enzima 1-SSTrec y los sustratos azúcar crudo y azúcar refino de caña de azúcar.

Materias primas

- Azúcar crudo estándar, procedente del central Ciro Redondo, con Pol 97.44 %, humedad 0.29 %, insolubles 0.09 % y color 3371 UI
- Azúcar crudo de alta Pol, procedente del central Mario Muñoz, con Pol 99.77 %, humedad 0.10 %, insolubles 0.02 %, reductores 0.021 % y color 754 UI
- Enzima 1-SST liofilizada, procedente del CIGB SS, que se conservó en refrigeración
- Carbón granular Norit Rox-08, con poder decolorante 40 %, humedad 4.8 %, pH 7 y contenido de carbón 22.85 %
- Agua destilada, procedente de la planta de destilación del ICIDCA, clasificada con grado 3, pH entre 5.0 y 7.5 y conductividad de 0.5 a 10.0 ms/m
- Ácido fosfórico e hidróxido de sodio grado reactivo para ajuste de pH

Técnicas de caracterización (12)

- Determinación potenciométrica del pH en productos azucareros
- Determinación de sólidos refractométricos disueltos
- Determinación polarimétrica de sacarosa, fructosa y glucosa

También se determinó color en la solución azucarada a 50 °Bx y en los siropes de FOS a la salida del reactor, inactivado, tratado con carbón granular y concentrado.

Todas las mediciones se realizaron por triplicado (M1, M2 y M3) y se calculó el valor medio y la desviación estándar.

Flujo tecnológico para la producción del sirope de FOS

Se prepararon soluciones de cada azúcar a 50 °Bx. A cada solución se le ajustó el pH a 5.5, con hidróxido de sodio o ácido fosfórico, el adecuado para lograr la máxima productividad de los FOS y se trasvasaron al reactor. La solución se calentó a 45 °C, temperatura óptima de reacción y se le

adicionaron 20 unidades de enzima, por gramo de sacarosa presente. Se mantuvo en esas condiciones durante 90 min. A continuación, se inactivó la enzima a 100 °C, durante 5 min, para que no consumiera más sacarosa. Al producto de la inactivación se le denominó sirope FOS, de 50 °Bx, pues no existió cambio de este parámetro durante la reacción (8).

Decoloración con carbón granular

Se adiciona a un beaker 1 g de carbón y 2 g de tierra infusorio por cada 200 ml de sirope de 50 °Bx, a una temperatura de 45 °C y se agita entre 30, 45 o 60 min. Posteriormente, la suspensión se filtra al vacío y se le determina el color al filtrado, que se compara con el color inicial por la expresión 1:

$$\% \text{ de Remoción} = \frac{\text{Color}_{\text{inicial}} - \text{Color}_{\text{final}}}{\text{Color}_{\text{inicial}}} \quad (1)$$

El filtrado (sirope) se concentró entre 50 y 75 °Bx en un rotoevaporador, con el objetivo de conservar el producto por largos períodos.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la tabla 1 se muestran los resultados que se obtuvieron en la primera variante, con el empleo de azúcar refinado como materia prima. En la tabla 2 se muestran los resultados obtenidos para la segunda variante, con el empleo de azúcar crudo como materia prima.

Tabla 1. Color de los FOS, obtenido de azúcar refinado

Corriente	Color (UI)			
	M-1	M-2	M-3	Media
Azúcar refinado	754	754	754	754
Solución azucarada a 50 °Bx	710	690	682	694
Sirope de FOS a la salida del reactor	700	683	683	689
Sirope de FOS inactivado	768	747	762	759
Jarabe de FOS tratado con carbón activado	640	619	661	640
Sirope de FOS concentrado a 75 °Bx	766	766	764	765

Tabla 2. Color de los FOS, obtenido de azúcar crudo

Corriente	Color (UI)			
	M-1	M-2	M-3	Media
Azúcar crudo	3371	3371	3371	3371
Solución azucarada a 50 °Bx	2997	3319	2950	3089
Sirope de FOS a la salida del reactor	2748	3240	3055	3014
Sirope de FOS inactivado	3103	3405	3489	3332
Jarabe de FOS tratado con carbón activado	2814	3090	3189	3031
Sirope de FOS concentrado a 75 °Bx	3208	3330	3369	3302

Las tablas muestran que, al inactivar la enzima, existe un aumento del color del jarabe, comportamiento que es esperado por el aumento de la temperatura de 45 a 75 °C. Los colores aumentan en un 10 % para el refinado y en un 10.55 % para el crudo. Al tratarse con carbón el jarabe de FOS,

durante 30 min, se observa una disminución del color en 15.67 % para los FOS de azúcar refinado y de 9.03 % para los FOS de azúcar crudo, según las tablas 1 y 2.

La etapa final de concentración también aportó color, debido al aumento de temperatura para evaporar el agua presente en el jarabe y llevarlo a un sirope con 75 °Bx. El aumento en color fue de 19.5 % para el refinado y 8.94 % para el crudo. Las figuras 1 y 2 muestran el comportamiento del proceso para ambas materias primas.

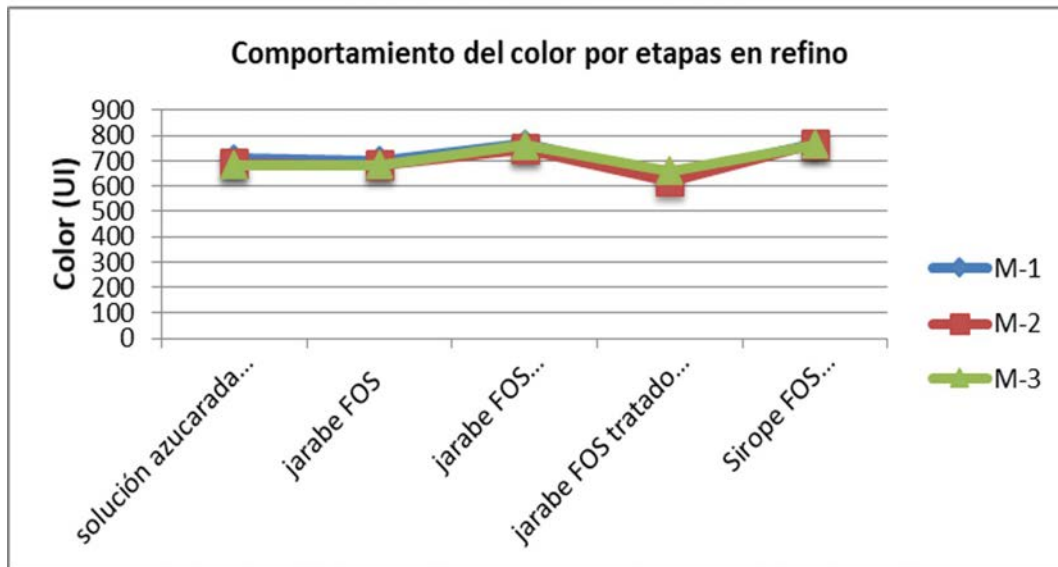


Figura 1. Comportamiento del color a lo largo del proceso, para un FOS, a partir de azúcar refinado.

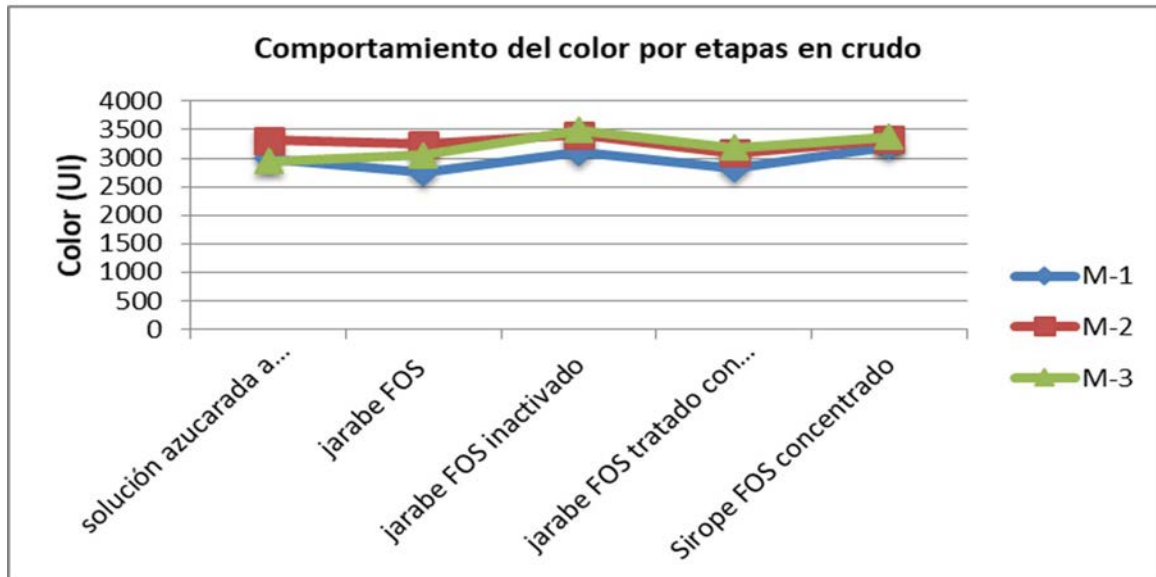


Figura 2. Comportamiento del color a lo largo del proceso para un FOS, a partir de azúcar crudo.

En el gráfico se observa, claramente, el aumento del color en la etapa de inactivación, la disminución con la etapa de tratamiento con carbón activado y el aumento, de nuevo, del parámetro color con la concentración del jarabe.

Las figuras 3 y 4 presentan el cambio de coloración de las muestras extraídas de cada etapa para ambas materias primas.

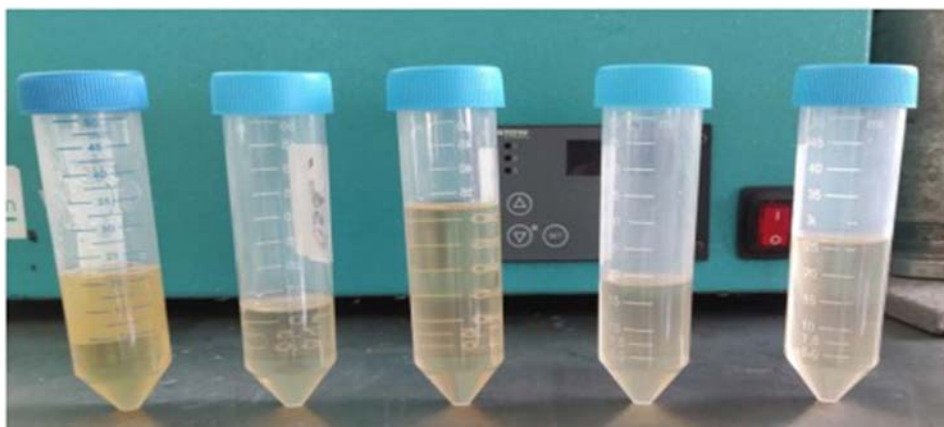


Figura 3. Patrones de color a lo largo del proceso para un FOS, a partir de azúcar refinado.

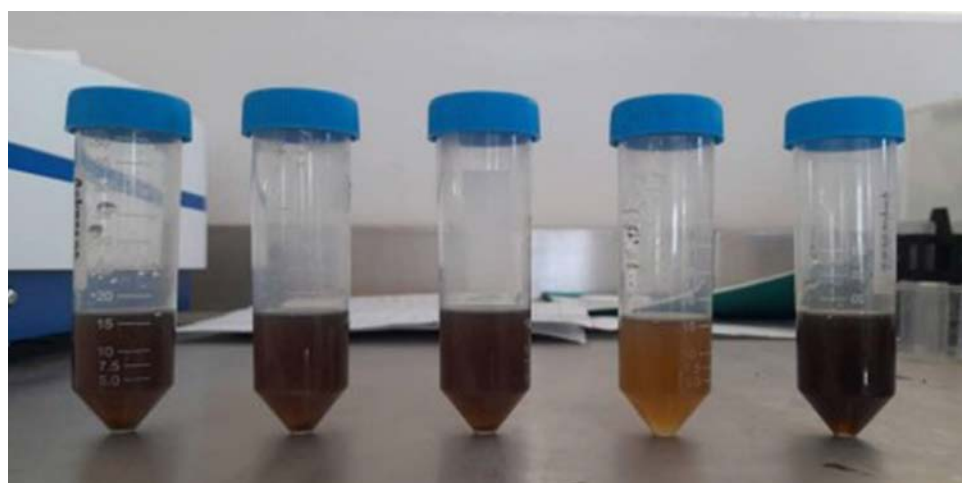


Figura 4. Patrones de color a lo largo del proceso para un FOS, a partir de azúcar crudo.

Los siropes de FOS 55 % comerciales tienen colores del orden de 50 y hasta 200 UI. Capote *et al.* (10) reporta que en la prueba industrial realizada en el 2018 con azúcar refinado, los jarabes de FOS de 55 % de pureza luego de pasar por el tratamiento de carbón activado y concentración a 75 °Bx poseían valores de 57, 63 y 127 UI, respectivamente.

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos en los lotes de la prueba industrial realizada en el año 2018 puede estimarse que el tratamiento con carbón disminuyó el color en 3.54 veces; y la concentración, hasta un Brix de 75, lo aumentó en 1.81 veces, para la materia prima azúcar refinado.

En este estudio el color disminuyó, aproximadamente, 1.099 veces y la concentración lo aumentó en cerca de 1.2 veces. Se considera que, en este caso, el tratamiento con carbón disminuyó menos, debido a que la calidad del carbón debe estar influyendo. El carbón empleado en el laboratorio tiene un poder decolorante bajo. Para obtener valores más ciertos deberá realizarse la experimentación con el mismo carbón industrial que trabaja la planta.

Con la intención de eliminar la etapa de filtración del carbón activado en polvo y su residual, se propuso evaluar el uso de carbón granular, que permite utilizar columnas empacadas con flujo continuo y regeneración oportuna (13).

Para el estudio del efecto del tiempo de residencia del jarabe de FOS, a partir de azúcar crudo, en el tratamiento con carbón activado se obtuvieron los resultados que se muestran en la tabla 3.

Tabla 3. Valores de colores para las corridas experimentales con diferentes tiempos de residencia, en el tratamiento con carbón activado

Corriente	Tiempos de residencia	Valores del color (UI)		
		M-1	M-2	M-3
Jarabe de FOS sin tratar	-	3643	3521	3489
Jarabe de FOS tratado con carbón activado (a partir de azúcar crudo)	30 min	3191	3286	3189
	45 min	3147	3191	3070
	1 h	3012	2982	2896

Puede observarse que, a mayor tiempo de contacto del jarabe de FOS con el carbón activado, mayor es la disminución en el color de la corriente. La tabla 4 muestra el porcentaje de remoción del color con cada tiempo de residencia.

Tabla 4. Valores de porcentajes de remoción para las corridas experimentales con diferentes tiempos de residencia, en el tratamiento con carbón activado

Corriente	Tiempos de residencia	Remoción del color (%)		
		M-1	M-2	M-3
Jarabe de FOS tratado con carbón activado (a partir de azúcar crudo)	30 min	12.40	6.67	8.59
	45 min	13.61	9.37	12.01
	1 h	17.20	15.31	17.00

Las mayores remociones se lograron con un tiempo de residencia de 1 h y se alcanzó hasta un 17 %. Los porcentajes de remoción no son tan buenos como se necesitan para lograr la norma, por lo que pudieran explorarse otros tipos de carbón como en polvo, que según la literatura tiene mayor poder decolorante que el granular.

Para el empleo de azúcar crudo, como materia prima, no debe descartarse el tratamiento con carbón activado. Debe experimentarse con diferentes dosis de carbón activado y aumentar los g de carbón por ml de muestra, hasta que el factor económico lo permita. Se podrá determinar qué calidades de azúcar crudo podrán ser empleadas bajo este tratamiento.

CONCLUSIONES

1. Se demostró tanto para los FOS de crudo como para los de refino que la etapa de reacción enzimática no afecta significativamente el color, la etapa de inactivación aumenta el color entre un 10 y 10.55 %, para ambas materias primas.
2. Al tratarse el jarabe de FOS con carbón, durante 30 minutos, se observa una disminución del color en 15.67 % para los FOS de azúcar refino y de 9.03 % para los FOS de azúcar crudo y, en el caso de la etapa de concentración, el aumento del color fue de 19.5 % para el refino y 8.94 % para el crudo.
3. Se demostró que, al aumentar el tiempo de residencia en el tratamiento con carbón activado disminuye, en mayor medida, el parámetro color. Las remociones del color evaluadas para el jarabe de FOS, a partir de crudo, reportaron remociones de 9.22, 11.66 y 16.50 % para los tiempos evaluados de 30 min, 45 min y 1 h, respectivamente.

RECOMENDACIONES

1. Evaluar el impacto de la dosis de carbón en la etapa de tratamiento del licor de FOS.
2. Evaluar el empleo de carbón activado en polvo, en lugar de carbón activado granular.
3. Evaluar otros métodos de remoción de color que permitan disminuir, en mayor medida, el color del azúcar crudo.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Sosa, M.; Delgado, V. Capítulo IV. Propiedades funcionales y aplicaciones tecnológicas de fructanos, páginas 97 a 116, en Alimentos Funcionales de Hoy. Barcelona, España: Editorial OmniaScience 2016. <https://doi.org/10.3926/oms.357>
2. Koenen, M. *et al.* The effect of agave fructan products on the activity and composition of the microbiota determined in a dynamic in vitro model of the human proximal large intestine. *Journal of Functional Food* 2016, 22, page 201. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2016.01.018>
3. Sabater, M. *et al.* Dietary fructooligosaccharides and potential benefits on health. *Physiology and Biochemistry* 2009, 3, page 315.
4. Apolinário, A. *et al.* Inulin-type fructans: A review on different aspects of biochemical and pharmaceutical technology. *Carbohydrate Polymers* 2014, 101, page 368. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.09.081>
5. Roberfroid, M. *et al.* B. Prebiotic effects: metabolic and health benefits. *British Journal of Nutrition* 2010, 104(S2), S1-S63. Doi: <https://doi.org/10.1017/S0007114510003363>
6. Zhang, S. *et al.* Efficient Conversion of Cane Molasses into Fructooligosaccharides by a Glucose Derepression Mutant of *Aureobasidium melanogenum* with High β -Fructofuranosidase Activity. *Journal of Agricultural Food Chemistry* 2019. No. 67, page 40.
7. Bell Anaya, E. (2023). Síntesis enzimática de fructooligosacáridos a partir de corrientes intermedias del proceso de producción de azúcar de caña. (Tesis en opción al título de Ingeniero Químico). Universidad Tecnológica de La Habana "José Antonio Echeverría" (Cujae).
8. Pérez, E. *et al.* Método de obtención de 1-kestosa. US Patent 20150232898A1. Solicitada por el Centro de Ingeniería Genética y Biotecnología el 18 de septiembre del 2013, concedida el 20 de agosto del 2015 y publicada el 21 de enero del 2016. Activa hasta el 18 de septiembre del 2033.
9. Capote, O. *et al.* Análisis del empleo de diferentes materias primas azucaradas en la producción de fructo-oligosacáridos. *ICIDCA sobre los derivados de la caña de azúcar* 2023. No. 2, página 55. ISSN: 0138-6204.
10. Capote, O. *et al.* Estudio del escalado de la producción de fructo-oligosacáridos (FOS) a nivel industrial en la planta de sorbitol. *ICIDCA sobre los derivados de la caña de azúcar* 2018. No. 2, página 47. ISSN: 0138-6204.
11. Barrios-Ziolo, L. F. *et al.* (2015). Tecnologías para la remoción de colorantes y pigmentos presentes en aguas residuales. *Dyna*, 82, 118-126.
12. Pérez-Sanfield, F.; Fernández, F. Métodos analíticos para azúcar crudo. 1ª edición. Publicaciones Azucareras, La Habana, Cuba, 2006. ISBN: 959-7140-18-7.
13. Chang, R.; Goldsby, K. Carbon activado, páginas 1013 a 1015, en Química, 1ª edición, Editorial McGraw-Hill, México, 2017. ISBN: 978-1-4562-5705-7.