

# Determinación de sacarosa en remolacha azucarera

Quím. Ind. FRANCISCO J. PECCI

Quím. Ind. DARIO L. RIZZO

RAUSA — LABORATORIOS INGENIO Nº 2 — MONTES

## 1. — INTRODUCCION.

La determinación de la sacarosa en remolacha es de gran importancia para la estimación de la cantidad de azúcar que entra a fabricación, así como para la fijación del precio de la remolacha comprada y el control del rendimiento en azúcar del área cultivada. \*

Pero es evidente que donde la determinación influye poderosamente es en el balance de sacarosa de una fábrica, desde el momento que aparecen pérdidas indeterminadas que son causa de equívocos. De ahí que, desde los albores de la industria ha sido preocupación constante de los químicos conseguir un método que al mismo tiempo que les permita obtener resultados exactos y reproducibles, sea también rápido y de técnica sencilla, dado que son numerosísimos los análisis que deben efectuarse a diario para un adecuado control de fabricación.

En un principio se utilizaron los métodos de extracción análogos a los empleados para las sustancias de las plantas. El solvente utilizado fué preferentemente alcohol con aparatos extractores de diversos tipos (1). Estos métodos aunque se consideran seguros se han dejado de lado porque requieren mucho tiempo, equipo y reactivos costosos. Por esto fueron suplantados por los métodos de digestión acuosa, en caliente y en frío, entre los cuales están el de PELLET (digestión acuosa en caliente) y el de SACHS-LE DOCTE (SLD) descriptos en 1887 y 1895 respectivamente.

## 2. — METODOS DE DETERMINACION ANTERIORES.

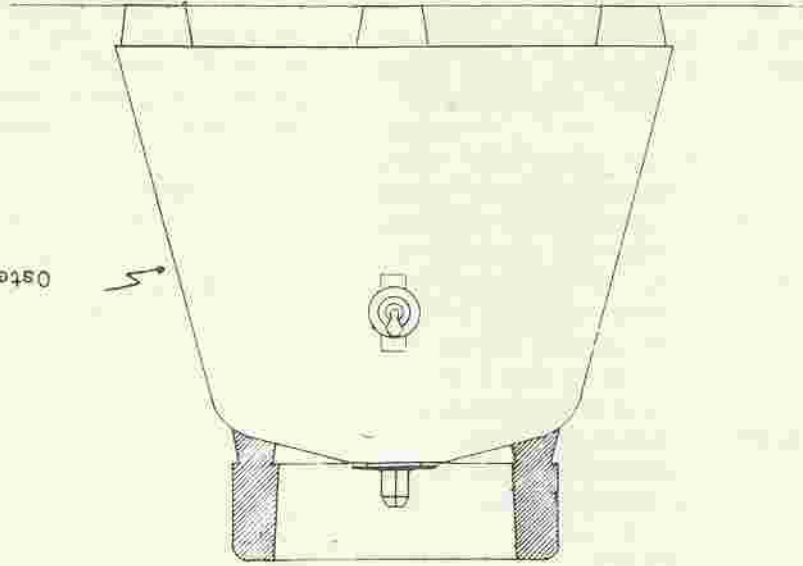
El método PELLET consiste en tomar un PESO NORMAL de pulpa finamente dividida y pasarla a un matraz Kohlrausch aforado a un volumen ligeramente superior a 200 ml. a fin de considerar el volumen ocupado por el marco insoluble. Esta toma se somete a la digestión acuosa con una cantidad de agua de 175 ml. aproximadamente, en un baño maría a 80° C durante 30 min. Los detalles del método experimentaron numerosas variaciones en lo que se refiere a la técnica del agregado del defecante (solución de sub-acetato de plomo), concentración del mismo, técnica de la digestión, extracción de las burbujas de aire, variación de la temperatura de digestión, etc. y figuran en la bibliografía clásica, por lo que no entramos en detalles.

El método SLD ideado para obviar algunas de las dificultades del PELLET pareció, desde un principio, dar resultados más satisfactorios por ser de técnica más simple y por lo tanto logró rápida difusión en los laboratorios azucareros. Consiste a grandes rasgos en agregar al PESO NORMAL de pulpa, en una cápsula especial con cierre hermético, una cantidad de solución acuosa del defecante, dependiente del MARCO determinado, por medio de una pipeta automática.

Originalmente este método fué descripto como digestión en caliente, siendo modificado posteriormente, en lo que se refiere a la temperatura de la diges-

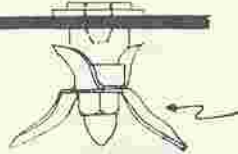
Escala: 1:2

Osterizer



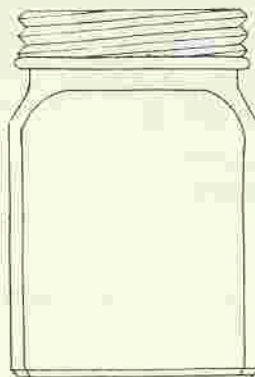
Pieza original del Osterizer

Anillo de goma



Cuchillas

Rosca Universal  
4 pasos por pulgada



Praseo de seccion cuadrada  
Contenido 500 ml.

dado que en la remolacha están presentes otras sustancias ópticamente activas (azúcar invertido, ácidos glutámicos y aspárticos, glutamina y asparagina, fitina, péptidos, hemiceulósicos, rafínosa, etc.) en diferentes proporciones variables con el clima y condiciones del cultivo que, aparte de alterar la lectura sacarina, métrica actúan en distinta forma frente al defecante, este método (SLD) dio lugar a modificaciones en lo que se refiere a temperatura de la digestión, oportunidad del agregado del defecante y concentración del mismo.

Es evidente que todos los métodos de determinación de sacarosa en la remolacha, parten de la suposición que la sacarosa sea la única sustancia ópticamente activa de la remolacha y que las diversas impurezas que componen la raíz no influyan en la rotación. Pero,

la raíz no influyen en la rotación. Pero, la exactitud requerida (2) (3).

Intamente reproducibles, dentro de la mente adoptada dando resultados absurdos que este método ha sido ampliamente usado del defecante. Se puede utilizar (SLD) en frío y a la oportunidad del



### 3. — ULTIMAS MODIFICACIONES DEL METODO SLD.

J. GENOTELLE (4) en 1949 propuso la utilización de un aparato que comercialmente se denomina "licuadora" para utilizarlo en la extracción del azúcar de la remolacha. Originalmente tomaba 4 veces el PN de pulpa y le agregaba una cantidad equivalente a la mitad de la utilizada por SLD (177 ml.) de una solución de 7° Brix de sub-acetato de plomo. GENOTELLE mantenía la agitación durante 3 min. en un aparato TURMIX. Los resultados encontrados reproducían los obtenidos por el método clásico dentro de una seguridad de  $\pm 0.02^{\circ}\text{S}$ .

Posteriormente, en el año 1950, MOORE Y HALLBECK (5) experimentaron este método utilizando el aparato WARING BLENDOR, a los efectos de encontrar el tiempo óptimo de agitación, dado que comprobaron que si éste era demasiado prolongado la elevación de temperatura hacía posible la evaporación de la solución a través de la tapa del vaso que empleaban. Utilizaban un PN y la cantidad correspondiente de solución de defecante, similar a la del SLD, agitando durante un minuto y obteniendo con esta técnica resultados reproducibles y similares a los del SLD.

Los aparatos utilizados, tanto por GENOTELLE como por MOORE, tienen vasos de un litro o más, tapas con cierre no hermético y cuchillas fijas al vaso.

### 4. — EXPERIMENTACION PROPIA.

Desde un principio nuestros laboratorios utilizaron el método de digestión acuosa en caliente y en forma especial el de PELLETT con el agregado del defecante antes de la digestión. Se podía observar entonces que aparecían en el balance de fabricación pérdidas indeterminadas anormales superiores a las admisibles que nos hicieron pensar en la posible inexactitud de la determinación del azúcar entrado. Esta suposición se corroboraba por el hecho de que la polarización del jugo prensado de las mismas remolachas no guardaba la debida relación con la polarización de la cosecha y estas diferencias eran tanto mayores cuanto más deteriorada era la materia prima elaborada, que se comprobaba por la baja pureza y alto contenido de reductores.

OSBORN (6) ya hacía notar en un trabajo exhaustivo sobre los detalles del método de digestión acuosa en caliente la influencia de la deterioración de la remolacha en el aumento de las fuentes de error de la determinación de POL de la cosecha, principalmente cuando se trabajaba agregando el defecante antes de la digestión. Este fenómeno es atribuible en gran parte al azúcar invertido presente, sobre la base que la levulosa sería atacada rápidamente durante la digestión, por el óxido de plomo ( $\text{PbO}$ ) del sub-acetato, mientras que la glucosa no sería afectada de la misma manera, dando por esto un valor de polarización demasiado elevado (7) (8) (9).

Nuestra experiencia nos permitió confirmar esta teoría utilizando remolachas de marcada deterioración, cuyo contenido de reductores variaba entre 5.8 y 9.0% materia seca. En estos ensayos se constató que los valores de POL obtenidos diferían en  $+0.82^{\circ}\text{S}$  cuando el defecante se agregaba antes de la digestión. (Diferencias para el grupo de ensayos que figuran en la Tabla 1). Realizamos centenares de determinaciones de POL de cosecha de fabricación comparando resultados con el agregado del defecante ANTES y DESPUES de la digestión. La diferencia de los valores de POL fué comprobada siempre.

Es de hacer notar que las diferencias encontradas fueron mayores que las que figuraban en la bibliografía clásica dado que, el contenido de reductores de la materia prima de nuestro país, es mucho más alto en sus valores promedio, que los considerados **anormales** en otros países de clima más frío (10) (11).

Otras experimentaciones nos demostraron que los resultados obtenidos al agregar el sub-acetato después de la digestión en caliente eran asimismo superiores a aquellos obtenidos por el método de la digestión en frío, cuando se trataba de remolacha de marcada deterioración y solamente eran similares cuando se trabajaba con remolachas sanas. Con éstas no hay diferencias apreciables y el método de SLD puede considerarse adecuado.

Sin embargo, se admite, aún en ese caso que los resultados de la digestión en caliente pueden ser más altos con respecto a los de digestión en frío, no por mejor extracción de la sacarosa, sino porque a alta temperatura las pec-



tinias y hemicelulosas, presentes siempre en la remolacha, son parcialmente descompuestas formando sustancias dextro-rotatorias (12). Además, con el método de digestión en caliente es probable la destrucción de sacarosa por inversión. De acuerdo a diversos investigadores un pH de 6.0 es probablemente el límite inferior admisible para que la digestión en caliente se haga sin destrucción apreciable de sacarosa, pero es de hacer notar que el pH de nuestros jugos (JP), de todas las zafra es siempre inferior a 6.0 en el promedio total, sin perjuicio de que en determinados períodos y con buenas condiciones de conservación en el almacenamiento se obtengan valores de pH superiores y que en otros, esos valores alcancen cifras tan bajas como 5.4-5.6 (13).

## 5. — ADOPCION DE NUEVOS METODOS.

Desde un principio nos pareció que debíamos adoptar el método de GENOTELLE ya citado, dado que podía cumplir, modificándolo convenientemente, con todas las condiciones que estimábamos necesarias.

Desde la zafra 1951-1952 adoptamos dicho método con ciertas modificaciones que detallamos más adelante. Entre los inconvenientes que el propio autor reconoce (4) se encuentra el del error producido por la evaporación a causa de la elevación de temperatura durante la agitación a velocidades superiores a 10.000 rpm. Otro detalle que se tuvo en cuenta como fuente de posibles errores era la característica del vaso original de los aparatos utilizados por los GENOTELLE y MOORE que parecía no permitir la reincorporación al líquido en agitación de las partículas de pulpa que se proyectaban en la parte superior y en la tapa. Para evitar esto, utilizamos una licuadora marca OSTERIZER cuyas cuchillas no están fijadas directamente al vaso sino a una tapa que se enrosca en el mismo. Sustituimos entonces el vaso original por frascos de 300 ml. de sección cuadrada, fáciles de obtener en plaza y que se adaptan al OSTERIZER por su boca de cierre, cuyo borde se frentea a la piedra esmeril, utilizándose además un anillo de goma de 2 mm. como junta. En esta forma se consigue una agitación tumultuosa debida a la sección cuadrada del

vaso y a su poco volumen, dentro de un sistema estanco.

Nuestro método consiste en tomar un PN de pulpa pesado sobre un papel glaseado que se traspasan conjuntamente al vaso cuadrado, se agrega 177 ml. de agua destilada, se tapa el frasco con la pieza original de la licuadora que contiene las cuchillas, se invierte y se procede a la agitación de la pulpa durante DOS MINUTOS. Los ensayos realizados demostraron que ese tiempo de DOS MINUTOS es el óptimo para obtener valores reproducibles y similares al método SLD. Ver Tablas 2-3-4.

Después de estacionar algunos minutos la solución, se invierte nuevamente el frasco, se desenrosca la pieza de las cuchillas, se agregan 5 ml. de solución de sub-acetato de plomo, de 54.3° Brix, medidos exactamente y se filtra de inmediato. Sobre el filtrado se hace la lectura polarimétrica en tubos de 400 mm. y el resultado obtenido multiplicado por 1.025 da el valor de la POL.

## 6. — CONSIDERACIONES A SER TENIDAS EN CUENTA.

Es necesario recalcar que según lo especifican los diversos autores y como ha sido comprobado por nosotros, el tiempo de agitación es función exclusiva del grado de división de la toma de muestra. Por lo general los americanos preparan la muestra, pasando previamente la coseta por la máquina SPRECKER-SAW análoga a la alemana KLEIN-WANZLEBEN. De ahí que MOORE y HALLBECK (5) encontraron que bastaba un minuto de agitación para obtener resultados reproducibles.

Nosotros, no disponiendo de esos elementos preparamos la muestra pasando la coseta a través de un tipo especial de máquina de picar carne, con chapa perforada con agujeros de 6 mm. En estas condiciones el tiempo óptimo de agitación resultó ser de DOS MINUTOS, utilizando la máquina OSTERIZER de 14.000 rpm.

Un detalle a ser tenido en cuenta y que también influye en el tiempo de agitación es el afilado de las cuchillas, que debe ser perfecto.

El agregado de la solución de acetato de plomo básico lo hicimos luego de la digestión (que propiamente dicho es una exudación por ruptura de las células) a los efectos de evitar la influencia del de-



fecante sobre los elementos NO-SACAROSA que mencionamos en un principio. En el método original de GENOTELLE la digestión se hacía con solución diluída de 7° Brix de sub-acetato. Posteriormente nos informamos que dos investigadores (14) admitieron que la presencia de sub-acetato durante la digestión retarda la extracción del azúcar, lo que nos permitió confirmar la conveniencia de nuestra técnica. En el informe de ICUMSA (15) de 1954 se admite que el papel impermeable del tipo utilizado por nosotros para la pesada del PN al parecer facilita la filtración actuando las partículas de celulosa como ayuda de filtro.

Debemos expresar además que la toma de 177.0 ml. se ha adoptado en función de la influencia del volumen del marco, cuya discusión y estudio escapa a este tema.

Como método comprobatorio hemos utilizado el SLD, digestión en caliente, agregado el defecante DESPUES de la digestión a los efectos de corroborar la exactitud del método OSTERIZER.

La remolacha utilizada para los estudios comparativos fué siempre de calidad superior, es decir raíces frescas sin que experimentaran la influencia del almacenamiento a los efectos de que el contenido de reductores y el pH del jugo celular se mantuvieran dentro de límites normales que no afectarían la reproductibilidad de los resultados como se puede deducir de las TABLAS N° 5. Como se recordará manifestamos anteriormente que el método SLD en caliente

es exacto únicamente cuando se utiliza para remolachas absolutamente frescas.

Para la preparación de muestras comprobatorias se siguió una técnica rigurosa, utilizándose como máximo dos remolachas de tamaño normal, para cada serie de muestras para facilitar la homogenización de la propia muestra, operación difícil dada la conocida variabilidad de la materia prima que difiere notoriamente dentro de la misma variedad, el mismo campo, el mismo fertilizante, el mismo surco y el mismo tamaño.

## 7. — CONCLUSION.

Hemos descrito una tentativa de modificación rápida del método SLD y aunque del estudio estadístico que se deduce de la serie de valores obtenidos por investigadores extranjeros y por nosotros mismos de acuerdo a los resultados registrados en las Tablas adjuntas, cuyas desviaciones tipo son absolutamente aceptables mostrando diferencias no significativas con respecto al método clásico, creemos que, como lo especifica ICUMSA (11ª Sesión, París, 1954) se deberá seguir investigando a los efectos de conseguir un método internacional definido para la determinación de sacarosa en la remolacha.

**NOTA:** Los valores de polarización registrados en las TABLAS 2-3-4 y 5 son promedios de 10 lecturas polarimétricas dentro de  $\pm 0.05^{\circ}S$ . Lecturas realizadas a la misma temperatura. Incluimos un diseño del equipo empleado.

T A B L A 1

Influencia del agregado del defecante sobre la pol de remolachas deterioradas.  
Zafra de 1951 - 1952

Brix	JUGO PENSADO			Pol remolacha Defecante		Número de Determinaciones
	Pol	Pureza	Reductores	Antes	Después	
18.8	15.7	83.3	5.8	15.3	14.0	5
18.2	14.8	81.1	7.6	15.7	14.8	5
18.5	15.1	82.1	5.8	16.4	15.9	5
19.3	16.0	83.3	9.0	16.1	15.2	5
18.9	15.6	82.6	7.3	16.7	16.2	5
18.75	15.45	82.4	7.1	16.05	15.20	20

**Nota:** Método Pellet. 1) Agregando sub-acetato antes de la digestión. 2) Agregando sub-acetato después de la digestión y enfriamiento.

TABLAS 2, 3 y 4  
Influencia del tiempo de agitación utilizando el Aparato Osterizer.

TABLA 2

Tiempo de agitación Osterizer: 1 minuto.

Muestra	Pol S. L. D.	Pol Ost.	Diferencia
1	13.58	13.49	0.09
2	13.59	13.35	0.24
3	13.59	13.46	0.13
4	13.60	13.50	0.10
5	13.60	13.59	0.01
6	13.63	13.25	0.38
7	13.55	13.51	0.04
8	13.61	13.48	0.13
9	13.52	13.50	0.02
10	13.48	13.59	0.11
PROMEDIO	—	13.47	0.11

$$Ss.l.d. = 0.045 \quad Ss.l.d. = 0.015$$

$$Sost. = 0.045 \quad Sost. = 0.325$$

TABLA 3

Tiempo de agitación Osterizer: 1.5 minutos.

Muestra	Pol S. L. D.	Pol Ost.	Diferencia
1	13.58	13.52	0.06
2	13.56	13.45	0.11
3	13.57	13.52	0.05
4	13.55	13.59	0.04
5	13.53	13.67	0.14
PROMEDIO	—	13.55	0.01

$$Ss.l.d. = 0.020 \quad Ss.l.d. = 0.010$$

$$Sost. = 0.085 \quad Sost. = 0.040$$

TABLA 4

Tiempo de agitación Osterizer: 2 minutos.

Muestra	Pol S. L. D.	Pol Ost.	Diferencia
1	14.31	14.29	0.02
2	14.24	14.21	0.03
3	14.27	14.31	0.04
4	14.31	14.29	0.02
5	14.26	14.31	0.05
6	14.30	14.29	0.01
7	14.29	14.29	0.00
8	14.31	14.28	0.03
9	14.31	14.27	0.04
PROMEDIO	—	14.28	0.01

$$Ss.l.d. = 0.025 \quad Ss.l.d. = 0.010$$

$$Sost. = 0.030 \quad Sost. = 0.010$$

$$S dif. = 0.015 \quad d = 0.67$$

TABLA 5

Ensayos de comprobación de la modificación SLD con Osterizer.

Tiempo de agitación Osterizer: 2 minutos.

Ensayo Nº 1	Muestra	Pol S. L. D.	Pol Ost.	Diferencia
	1	16.78	16.84	0.06
	2	16.77	16.80	0.03
	3	16.81	16.79	0.02
	4	16.81	16.76	0.05
	5	16.82	16.78	0.04
PROMEDIO	—	16.80	16.79	0.01

$$S_{s.l.d.} = 0.020 \quad \bar{S}_{s.l.d.} = 0.010$$

$$S_{ost.} = 0.030 \quad \bar{S}_{ost.} = 0.015$$

$$\bar{S}_{dif.} = 0.020 \quad t = 0.50$$

Ensayo Nº 2	Muestra	Pol S. L. D.	Pol Ost.	Diferencia
	1	14.53	14.57	0.04
	2	14.67	14.51	0.16
	3	14.63	14.61	0.02
	4	14.53	14.65	0.08
	5	14.61	14.60	0.01
	6	14.63	14.64	0.01
	7	14.63	14.66	0.03
	8	14.69	14.69	0.00
PROMEDIO	—	14.62	14.62	0.00

$$S_{s.l.d.} = 0.060 \quad \bar{S}_{s.l.d.} = 0.020$$

$$S_{ost.} = 0.060 \quad \bar{S}_{ost.} = 0.020$$

$$\bar{S}_{dif.} = 0.030 \quad t = 0.00$$

Ensayo Nº 3	Muestra	Pol S. L. D.	Pol Ost.	Diferencia
	1	14.70	14.75	0.05
	2	14.71	14.62	0.09
	3	14.74	14.60	0.14
	4	14.64	14.82	0.18
	5	14.77	14.74	0.03
	6	14.65	14.70	0.05
	7	14.70	14.71	0.01
	8	14.74	14.73	0.01
	9	14.71	14.73	0.02
	10	14.65	14.71	0.06
PROMEDIO	—	14.70	14.71	0.01

$$S_{s.l.d.} = 0.045 \quad \bar{S}_{s.l.d.} = 0.015$$

$$S_{ost.} = 0.065 \quad \bar{S}_{ost.} = 0.020$$

$$\bar{S}_{dif.} = 0.025 \quad t = 0.40$$



## 8. — RECONOCIMIENTO.

Por las numerosas determinaciones cuyos resultados están incluidos en este trabajo agradecemos la valiosa colaboración del ayudante químico de nuestro Laboratorio, Br. RAUL PRANDO SEMERÍA y, por el aporte prestado en muchas oportunidades para ajustar la técnica del método, la del Q. I. DOMINGO LUSARDI.

## 9. — BIBLIOGRAFIA.

- (1) BROWNE y ZERBAN, Sugar Analysis, Third Edition, pg. 353.
- (2) IBID. pg. 365 en adelante.
- (3) Proceedings of A.S.S.B.T. pg. 208, 1954.
- (4) J. SUCRERIE FRANCAISE (J. Fabr. Sucre) 90 (10) 20, 1949.
- (5) SUGAR, Octubre 1950, pg. 35.
- (6) Proceedings of A.S.S.B.T. 1945, 550 en adelante.
- (7) BROWNE y ZERBAN, Third Edition, 322, 324 y 372.
- (8) LE DOCTE A., Sucrierie Beige, 40, 130.
- (9) WEISBERG J., Bull. Ass. Chim. Sucri. Belg., 25: 600, 1947.
- (10) A.S.S.B.T., 1946, pg. 552.
- (11) WOHRZYK, Chimie de L'Industrie du Sucre, 1931, pg. 222.
- (12) BROWNE y ZERBAN, pág. 372.
- (13) A.S.S.B.T., 1946, pg. 554.
- (14) Vandeweyer and J. Henry de Tirllemont, I. J. R. B., Comunicación 25.
- (15) ICUMSA (International Commission) for Uniform Methods of Sugar Analysis, 11<sup>th</sup> Session, Paris, 1954).

Montez, 5 de Abril de 1957.

## LA AUTOMACION EN LA INDUSTRIA QUIMICA

La tendencia a la "automación" en la industria química, reduce gradualmente el número de operarios y los gastos de operación de las plantas, pero se anota una tendencia al aumento del personal y los gastos de mantenimiento, como consecuencia de los instrumentos necesarios, que requieren personal capacitado para su conservación y reparación.

Un estudio de las industrias reveló en EE. UU. que entre todas ellas, la industria química tenía, en un grupo de grandes plantas consideradas, el 21% de su personal de producción ocupado en tareas de mantenimiento.

En la campaña Du Pont, desde 1940 el personal de mantenimiento aumentó un 170% y el resto del personal de operación sólo un 25%.

Algunas plantas contratan actualmente el mantenimiento a firmas especializadas. Una consecuencia de esta evolución ha sido la aceptación generalizada del principio de "mantenimiento preventivo" en vez de reparar el instrumental deteriorado una vez que el desperfecto lo ha vuelto inoperante.

Chemical Eng. Enero 13, 1958.