

Estudio comparativo de métodos químicos y físicos para la determinación de azúcares en jugos cítricos

Abib, Myriam; Ferraris, Norma; Carughi, Isabel; Fontanarrosa, María Estela; Sanchís, Juan Carlos

Cátedras de Bromatología y Nutrición y de Química General.
Facultad de Bioquímica y Ciencias Biológicas Ciudad Universitaria - Universidad Nacional del Litoral
Paraje El Pozo - CC 242 - 3000 Santa Fe - Tel 0342 - 4575211

RESUMEN: En este trabajo se realizaron determinaciones de sólidos solubles por métodos físicos (refractómetro de Abbe y manual) y de azúcares reductores y totales por dos métodos químicos diferentes (volumétrico y espectrofotométrico), que pueden desarrollarse en laboratorios de control de calidad de baja complejidad.

El análisis de varianza muestra que no existen diferencias significativas entre los valores de azúcares reductores, con un nivel de significación $\alpha = 0,01$, entre los dos métodos químicos. Igual conclusión se obtiene para los azúcares totales ($\alpha = 0,01$).

La comparación de los métodos físicos tampoco muestra diferencia ($\alpha = 0,05$), pero sí existe diferencia significativa entre los resultados de los métodos físicos vs los métodos químicos, por lo que se concluye que los datos de refractometría (aún corregidos) no deberían asimilarse al tenor de azúcares, ya que no reflejan el contenido real de azúcares totales de los jugos.

SUMMARY: COMPARATIVE STUDY OF CHEMICAL AND PHYSICAL METHODS FOR SUGAR DETERMINATION IN CITRUS JUICES. Abib, Myriam; Ferraris, Norma; Carughi, Isabel; Fontanarrosa, María Estela; Sanchís, Juan Carlos. In factories processing citric juices, it is usual to use a manual refractometer for reading °Brix, as a direct measurement of sugar values, assuming all soluble solids to be sucrose.

It is known that dissolved substances include not only sucrose, but other sugars, acids (especially citric acid) and salts, sugars representing 70 to 75 per cent of soluble solids. That is why it is advisable to correct refractometer readings by means of factors depending on the acidity of the juice (corrected °Brix).

In this work, soluble solid determinations were made by physical methods (Abbe and manual refractometers) whereas reducing and total sugars were determined by two different chemical methods (volumetric and spectrophotometric). They can all be carried out in low complexity quality control laboratories.

The analysis of variance shows that no important differences exist between values for reducing sugars, in a significance level $\alpha = 0,01$, found with both chemical methods. The same conclusion applies for total sugars ($\alpha = 0,01$).

The comparison of physical methods shows no differences either ($\alpha = 0,05$), but a significant difference does exist between the results with physical methods vs. those obtained by chemical methods. It can therefore be concluded that the refractometer data (even when corrected) should not be assimilated to the value of sugars, since they do not reflect the real content of total sugars in the juices.

Introducción

Uno de los parámetros más importantes de calidad en los zumos cítricos, es el contenido en sólidos solubles, que depende de la variedad del fruto, su grado de madurez y las técnicas de cultivo (1). Estos parámetros de calidad incluyen también acidez, contenido de azúcares, de aminoácidos, de carotenoides que le dan color y de vitamina C, que les aportan valor nutritivo.

En el jugo de naranja, aproximadamente, el 75 % de los sólidos solubles lo constituyen los azúcares: sacarosa, glucosa, fructosa y pequeñas cantidades de galactosa, estando frecuentemente equilibrados los reductores y no reductores. (3)

Los grados Brix son utilizados en la industria de las bebidas basadas en jugos de frutas, como un índice comercial, aproximado, de la concentración de azúcares, que se acepta convencionalmente, como si todos los sólidos disueltos fueran sacarosa. Para determinar estos grados Brix, se usa un refractómetro manual.

Sin embargo, en los zumos cítricos, se sabe que los sólidos solubles no son sólo sacarosa, sino que hay otros azúcares, ácidos (principalmente cítrico) y sales. Por esta razón, para obtener una mayor

aproximación a la verdadera concentración, se aconseja corregir las lecturas refractométricas mediante factores que dependen de la acidez del jugo (Grados Brix corregidos) (2)

Por lo dicho anteriormente decidimos evaluar la diferencia entre la medida de azúcares por refractometría y el tenor de azúcares real.

Los objetivos de nuestro trabajo fueron comparar:

- * los datos obtenidos por el refractómetro manual (utilizado en la industria) con el refractómetro de Abbe

- * dos métodos químicos distintos, que pueden ser utilizados en laboratorios de baja complejidad

- * los resultados de azúcares totales obtenidos según refractometría y metodología química

Materiales y Métodos

Se analizaron 50 muestras de jugos de naranjas (*Citrus sinensis*) de variedad Valencia Late, tratándose de frutas sanas y en buen estado de conservación.

Las frutas provenían de dos zonas citricolas de Entre Ríos (costa del Paraná y del Uruguay), cuya recolección se realizó entre los meses de setiembre y diciembre del año 1997.

La técnica de muestreo utilizada fue aleatoria sistemática.

Preparación de la muestra

Las muestras fueron preparadas en nuestro laboratorio de la siguiente forma:

Las naranjas se lavaron con agua corriente, se cepillaron y se secaron. Fueron exprimidas con un exprimidor de jugos cítricos de tipo semiindustrial, con retención de las semillas, siendo procesadas de inmediato o conservadas a temperatura de congelación.

Sólidos solubles

Para la determinación de sólidos solubles, cada muestra fue previamente pasada por tamiz. Las lecturas se realizaron en un refractómetro de Abbe (Zeiss), en la escala correspondiente a °Brix y en un refractómetro manual (Atago).

La calibración del refractómetro manual Atago

se realizó con agua destilada, a la misma temperatura que el jugo, obviándose así la corrección por temperatura. En el refractómetro de Abbe se usó la corrección por la Tabla Internacional de Corrección por Temperatura, cuando la temperatura de calibrado difiere en más de 1°C de la temperatura de la muestra. Dicho factor se resta si las temperaturas son inferiores a 20°C y se suma, si son superiores. (4)

Se determinó acidez, expresada como ácido cítrico anhidro, por valoración con NaOH 0,1 N, con detección potenciométrica del punto final. Ambas lecturas refractométricas se corrigieron por acidez, utilizando la tabla de corrección correspondiente. (1)

Azúcares

Se determinaron azúcares totales y reductores, ambos por métodos químicos (5-7)

- * Método volumétrico de Fehling-Causse-Bonnans

- * Método espectrofotométrico de Ting.

Se realizó previamente una clarificación con acetato de Pb al 25 % (4). El filtrado se diluyó convenientemente, ya que es necesario un ajuste de la concentración sacarina en aproximadamente 5 g/l, a fin de evitar lecturas espectrofotométricas muy altas y volúmenes muy bajos en la titulación del método de Fehling.

La hidrólisis para la determinación de los azúcares totales se llevó a cabo con HCl al 20 %, a 70°C por 1 hora. Una vez hidrolizado se trabaja de igual modo que para azúcares reductores.

Método volumétrico de Fehling -Causse-Bonnans

La reacción de óxido reducción ocurre entre los azúcares reductores y el cobre, formándose ferricianuro cuproso, soluble en agua y de color amarillo.

El reactivo de Fehling-Causse-Bonnans se tituló con una solución de glucosa de concentración conocida.

Método espectrofotométrico

La reacción que tiene lugar es una óxido reducción, en la que intervienen los azúcares reductores y el ferricianuro, generándose una nueva reacción del

mismo tipo entre el producto de la primera y el arsenomolibdato. Esto da un producto coloreado (cuya concentración es proporcional a la concentración de azúcares) que se lee en el espectrofotómetro.

En ambos métodos, una vez determinados los azúcares totales y los reductores, la concentración de azúcares no reductores se obtuvo por diferencia.

Análisis estadístico

Las muestras se procesaron por triplicado, y se elaboraron tablas con los resultados promedios. Se obtuvo la media aritmética y la desviación estándar para cada parámetro analizado.

Luego, mediante un análisis de varianza

(ANOVA) (8), se compararon los resultados para los distintos métodos aplicados, estableciéndose si existen o no diferencias significativas.

Resultados

En la Tabla 1 se muestran los promedios de las determinaciones, por ambos métodos químicos, de azúcares reductores y totales. Los azúcares no reductores fueron obtenidos individualmente por diferencia.

En la tabla 2 se exponen los promedios para sólidos solubles realizados con el uso de ambos refractómetros (métodos físicos)

Tabla 1. Valores medios correspondientes a los métodos químicos

Método	Azúcares reductores(g%)	Azúcares no reductores(g%)	Azúcares totales(g%)
Volumétrico	4,5 ± 2,13	3,9 ± 0,71	8,4 ± 1,34
Espectrofotométrico	4,99 ± 0,93	3,93 ± 0,92	8,92 ± 1,22

Tabla 2. Valores medios correspondientes a los métodos físicos

Refractómetro	Sólidos Solubles (°Brix)
Abbe	9,75 ± 1,62
Manual	10,9 ± 1,55

Conclusiones

Al comparar ambos métodos químicos, el análisis de varianza (ANOVA) muestra que no existe diferencia significativa

- entre los valores de azúcares totales ($\alpha = 0,01$)
- entre los valores de azúcares reductores ($\alpha = 0,01$)
- entre los valores de azúcares no reductores ($\alpha = 0,01$)

En cuanto al análisis estadístico para los métodos físicos, el mismo muestra que tampoco existe diferencia significativa ($\alpha = 0,05$) entre ellos.

Si se comparan ambos métodos, físicos y químicos entre sí, para azúcares totales y/o sólidos solubles, se observa que sí existe diferencia estadísticamente significativa, ya que con los méto-

dos físicos se obtienen resultados superiores (8,13 - 12,45 g %) a los químicos (7,06 - 10,14 g %), en las naranjas de las dos zonas estudiadas.

De lo anterior se infiere que los resultados de los métodos refractométricos, aún aplicándoseles las correcciones por acidez y temperatura, no deberían asimilarse al tenor de azúcares, ya que no reflejan el contenido real de azúcares totales de los jugos.

Bibliografía

- Primo Yúfera, E. - 1979 - "Química Agrícola" - Alhambra (Madrid) - III: 373-442.
- Nagy, S; Shaw, P.E. and Veldhuis, M.K. -1977.- "Citrus Science and Technology" - The AVI Publishing Company - Westport (U.S.A.) - II.

- 3- Stepak, Y. and Lifshitz, A. - 1971 - J. Assoc. Off. Anal. Chem. - **54** - 1215-1217.
- 4- Hart, F.L. and Fisher, H.J. - 1971 - "Análisis moderno de los alimentos" - Acribia (Zaragoza).- 270-326.
- 5- AOAC, Official Methods of Analysis - Edición 1990
- 6- Métodos ICUMSA de análisis de azúcar - 1975 - Compañía Editorial Continental S.A. (México)
- 7- Ting, S. - 1956 - Journal of Agriculture and Food Chemistry **4**, 3: 263-266.
- 8- Snedecor, G.W.P. and Cochran, W.G. - 1967 - Statistical Methods - Iowa State University Press - Ames