

# DETERMINACIÓN DE DEXTRANA EN AZÚCARES TÉCNICOS MEDIANTE EL SISTEMA CROMA-TOGRÁFICO CON DETECCIÓN POLARIMÉTRICA SCDP

DEXTRAN DETERMINATION IN TECHNICAL SUGARS USING A CHROMATOGRAPHIC SYSTEM WITH AUTOMATIC POLARIMETRIC DETECTION SCDP

S. NARANJO<sup>†a</sup>, V. FAJER<sup>a</sup> Y C. W. RODRÍGUEZ<sup>a</sup>

a) Centro de Aplicaciones Tecnológicas y Desarrollo Nuclear (CEADEN); naranjo@ceaden.edu.cu, vfajer@infomed.sld.cu.

<sup>†</sup> corresponding author.

Palabras claves: Laser applications of 42.62.-b, chromatography 82.80Bg, polarimeters 7.60Fs.

La concentración de dextrana es un importante indicador de la calidad de los azúcares técnicos que está regulado a nivel internacional. El método aprobado actualmente para este control por parte de la ICUMSA requiere del uso de espectrofotómetros u otros instrumentos. En el presente trabajo se discute el desarrollo de un método que combina la cromatografía líquida con un polarímetro automático como detector. Se prepararon patrones utilizando Dextrana 110 kDa para obtener la curva de calibración del sistema correspondiente con concentraciones de 50, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700 y 800 PPM. Se detectó la presencia de, al menos, tres picos en la zona de alta y mediana masa molar. Los resultados preliminares muestran la posibilidad de utilizar este método para la determinación de la concentración de dextrana en los laboratorios azucareros aunque resulta necesario mejorar la sensibilidad del sistema.

Dextran concentration is a very important quality indicator of technical sugars which is regulated at international level. The only method approved by ICUMSA requires spectrophotometer or some other equipment. In this paper it is discussed the development of a method combining liquid chromatography with an automatic polarimetric detector. Standard solutions having 50, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800 ppm, using analytical grade dextran (110 kDa), from Amersham, were prepared to obtain a calibration curve. Chromatograms of technical sugars showed three peaks, well defined, in high and medium molar mass zones. Preliminary results indicate the possibility to determine dextran concentration in sugar mill laboratories using this method, even though sensibility can be improved.

## INTRODUCCION

El contenido de dextrana es uno de los parámetros principales de la calidad del azúcar crudo destinado a la refinería. Su concentración está sujeta a regulaciones internacionales. El único método aprobado por ICUMSA para determinar el contenido de dextrana en azúcar crudo es el turbidimétrico, el cual está basado en su poca solubilidad en solución hidrotanólica, y medición espectrofotométrica a 720 nm de la turbiedad producida [1,2].

Se muestran los resultados obtenidos con el empleo de la cromatografía líquida de baja presión acoplada a un detector polarimétrico láser [3-6] y la cuantificación de dextrana en muestras de azúcar crudo mediante la comparación del valor en grados angulares de los picos obtenidos en el cromatograma con una curva de calibración confeccionada con patrones de dextrana de 110 kDa.

## MATERIALES Y METODOS

El sistema de separación utilizado está constituido por dos columnas de acrílico con 150 y 300 ±0,2 mm de longitud y 25 mm ±0.1 mm de diámetro interior, interconectadas y

empaquetadas con geles Sephadex G-10 (límite de exclusión 0,7 kDa) y G-50 (límite de exclusión 10 kDa), respectivamente [4,5].

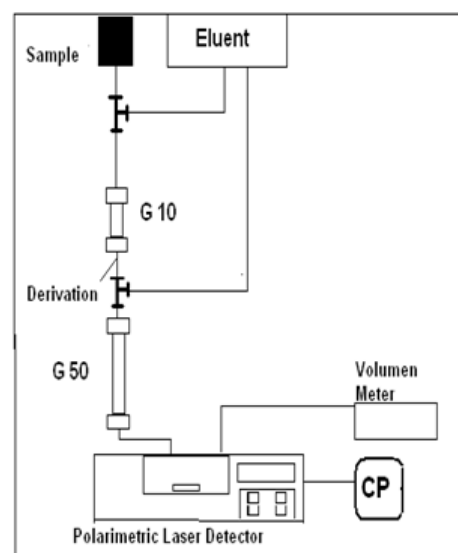


Figura 1: Sistema cromatográfico con detección polarimétrica (SCDP).

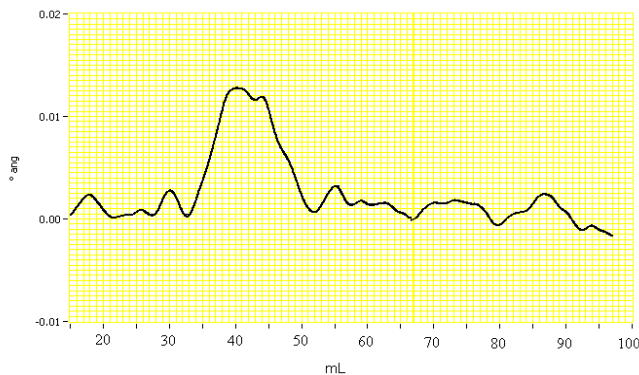


Figura 2. Patrón de dextrana (110 kDa) 100 ppm.

Se prepararon patrones utilizando Dextrana 110 para obtener la curva de calibración correspondiente equivalentes a 50, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700 y 800 PPM.

#### CURVA DE CALIBRACIÓN DE LA DEXTRANA

Un patrón primario de 10000 ppm fue preparado utilizando Dextrana (masa molar 110 kDa) con patrones secundarios desde 50 hasta 800 ppm (0.005% a 0.08% g/100mL p/v). Se cromatografiaron 10 mL de estos patrones secundarios por triplicado y los valores de los picos promediados para obtener la curva de calibración correspondiente.

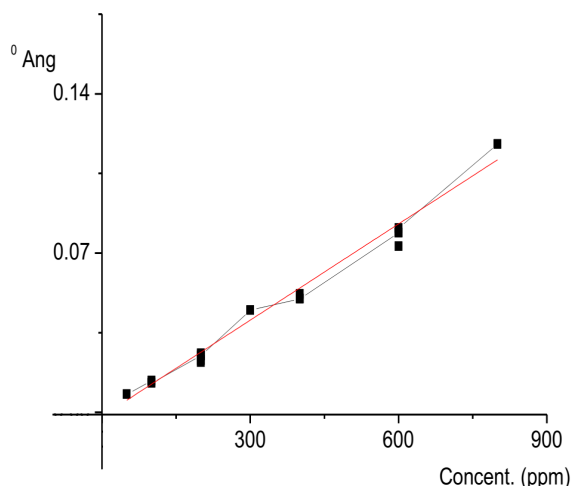


Figura. 3 Curva de calibración de la dextrana

#### RESULTADOS CON MUESTRAS DE AZÚCAR CRUDO

En el cromatograma de las muestra de azúcar crudo analizada se observa la presencia de dos máximos relativos en la zona de alta masa molar (37 y 42/44 mL de elución) que corresponden a polímeros que fueron excluidos de Sephadex G-50 por tener masas molares mayores de 10kDa, así como otro, a los 52/55 mL, que resultó excluido de G-10, pero no de G-50, que lo identifica como de mediana masa molecular, es decir, mayor de 0,7kDa pero menor de 10kDa, eluyendo antes que los carbohidratos de baja masa molecular (glucosa, fructosa, sacarosa, etc.)

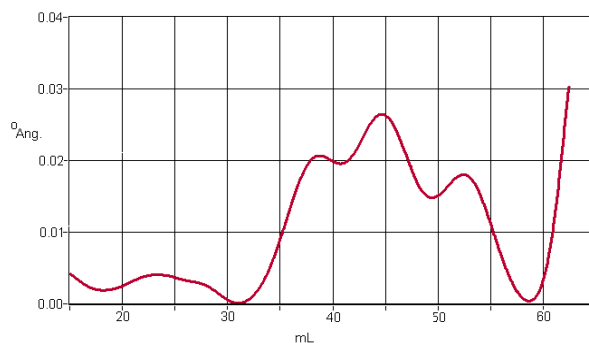


Figura 4. Cromatograma obtenido después de ajustar la solución a pH 8, sin aplicar clarificación

En los cromatogramas de la dextrana utilizada como patrón, se aprecia que, en todos los casos, el máximo aparece a los 42/44 mL, lo cual permite deducir que las muestras de azúcar crudo pudieran contener dextranas de alta y muy alta masa molar.

#### CONCLUSIONES

El método descrito permite la determinación de la concentración de dextrana a través de la medición de la altura de los picos de los cromatogramas, en azúcares técnicos con un nivel de sensibilidad por debajo de los 200 ppm susceptible de mejorarse. Esto constituye un método factible de utilizarse en los laboratorios de los centrales azucareros que empleen polarímetros cubanos de la serie LASERPOL.

#### AGRADECIMIENTOS

Se agradece la valiosa colaboración de los miembros del Grupo de Polarimetría del CEADEN, del laboratorio de técnicas analíticas del ICIDCA y del laboratorio del central Urbano Noris.

- [1] F. H. Pérez Sanfiel y F. Fernández Álvarez (2006) Métodos Analíticos para Azúcar Crudo. (ICINAZ). ISBN 959-7140-18-7 Publicac. Azucareras, La Habana, Cuba. 209 pp.
- [2] Earl J. Roberts. (1982) A Quantitative Method for Dextran Analysis. INTERNATIONAL COMMISSION FOR UNIFORM METHODS OF SUGAR ANALYSIS (ICUMSA) Procedure 1982 Meeting, New Orleans, Louisiana, E.U pp116-122.
- [3] V. Fajer, N. Duarte, J. C. López; R. Torres, T. Colomé, A. Combarro, J. L. Díaz. (1998). Electronic polarimeter. U K patent. GB2286244A.
- [4] V. Fajer. C. W. Rodríguez, T. Cepero, S. Naranjo, E. Arista, W. Mora, G. Mesa, H. Fernández, J. Arteché. y G. Cossío. (2008) Sistema Automatizado de Cromatografía Líquida con Detección Polarimétrica Láser y Aplicaciones. Rev. Cub. Física vol. 25 No. 2.
- [5] C. W. Rodríguez, T. Cepero, V. Fajer, S. Naranjo, W. Mora, E. Arista, G. Mesa, H. Fernández y D. Piñón (2009) Chromatographic Automatic System with Laser Polarimetric Detection Technique for Estimating Real Sucrose in Sugarcane. Sugar Technology No.: 11 (4) pp 392-394.

[6] V.Fajer, C. W. Rodríguez, S. Naranjo, H. Fernández, W. Mora, T. Cepero, E. Arista, G. Mesa, G. Cossío, J. Arteché y C. Fonfría. (2010) Chromatography automatic system with optical activity laser detector and its applications. Sugar Technology Vol 12 No.:3.

[7] S.Naranjo, T.Cepero, V. Fajer, C.W.Rodríguez, W. Mora, E. Arista, H..Fernández, G.Mesa. y G. Cossío. (2006) Application of a Flow System with Laser Polarimetric Automatic Detection for Molecular Exclusion Chromatography of Carbohydrates. Sugar Technology 8 (2&3):23-26, 2006.