

A photograph of a cornfield at sunset, with a warm orange and yellow color palette. The corn plants are in the foreground, and a line of trees is visible in the distance under a cloudy sky.

# Seamaíz

**XI Congreso Nacional de Maíz**

**MANEJO DEL CULTIVO,  
FERTILIDAD Y USOS**



## **CUANTIFICACIÓN DEL CONTENIDO DE ALMIDÓN PARA DETERMINAR CALIDAD INDUSTRIAL DE MAÍZ**

---

Percibaldi, N. M.; Dinatale, N. y Alegre, M.  
Laboratorio de Calidad de Alimentos, Suelos y Agua (LCASyA), EEA INTA Pergamino;  
Pergamino, Pcia. de Buenos Aires, Argentina,  
percibaldi.nora@inta.gob.ar

---

## **QUANTIFICATION OF STARCH CONTENT TO DETERMINE CORN INDUSTRIAL QUALITY**

### **ABSTRACT**

Starch is the main chemical compound of the maize kernel. Most of the attributes of the pharmaceutical, energetic and food and feed industrial products depend on the amount and quality of starch. Determination of total content of starch in maize kernel is carried out using different analytical methods. This report deals with the setting up and validation of a normalized polarimetric procedure aimed to replace the Dubois method utilized up to now. Repeatability, reproducibility and truthfulness were determined in each case and both methods compared. Coefficients of repeatability and reproducibility were 0,63 and 1,16% for polarimetric method, respectively, and 1,34 and 3,91% for the Dubois method, respectively. Comparison of paired samples detected significant differences between the methods ( $p < 0,05$ ). Results obtained indicate that the polarimetric method improves the analytic capacity and the quality of determinations.

### **Palabras Clave**

Almidón, Maíz, Calidad industrial.

### **Keywords**

Starch, Maize, Industrial quality.

## INTRODUCCIÓN

Después de la celulosa, el almidón es probablemente el polisacárido más abundante e importante desde el punto de vista comercial. Es el componente químico principal del maíz siendo muy utilizado por una amplia variedad de industrias. Gran parte de las propiedades de los productos de la industria alimenticia, farmacológica y de los biocombustibles entre otras; pueden explicarse conociendo la cantidad y calidad de este componente.

La valoración del contenido total de almidón en maíz puede realizarse utilizando diferentes métodos de análisis de laboratorio.

El método colorimétrico de Dubois (fenol-ácido sulfúrico) se basa en una reacción de condensación donde por acción del ácido sulfúrico concentrado, el almidón es hidrolizado hasta liberar completamente las hexosas de manera que todos los carbohidratos monoméricos presentes en la muestra puedan luego reaccionar con el fenol para dar derivados del furano, produciendo una coloración amarillo-dorada proporcional al contenido de carbohidratos totales, la cual es medida espectrofotométricamente. Debido a que este método no es específico para la determinación de almidón, solo puede ser utilizado cuando el cultivo de maíz se encuentra en grado de madurez fisiológica; pues en ese estadio de maduración, el contenido de carbohidratos solubles resulta despreciable. La principal ventaja de este método es su rapidez. Si bien los reactivos utilizados son baratos, fáciles de obtener y estables; los mismos resultan altamente nocivos para la salud y el medio ambiente.

La polarimetría es un método físico que utiliza las propiedades que poseen ciertas

sustancias, como los hidratos de carbono, de provocar la rotación del plano de la luz polarizada. La presencia de un carbono asimétrico o quiral hace posible que la molécula y su imagen especular sean distintas, no superponibles. Por lo tanto, un compuesto es considerado ópticamente activo si la luz linealmente polarizada sufre una rotación cuando pasa a través de una muestra de dicho compuesto. El ángulo de rotación del plano de polarización de la luz varía según la naturaleza y concentración de la sustancia ópticamente activa de que se trate, la longitud de onda de la radiación, la longitud del tubo que contiene la muestra y la temperatura de trabajo. Los métodos polarimétricos resultan sencillos, directos y reproducibles permitiendo múltiples usos industriales. Como desventajas, requieren varias etapas para la preparación de la muestra y necesitan condiciones estrictas de trabajo. El método polarimétrico de Ewers modificado ha sido desarrollado para la cuantificación específica del almidón en cereales, sus harinas y productos derivados.

Como parte del proceso de mejora continua del Laboratorio de Calidad de Alimentos, Suelos y Aguas (LCASyA) de INTA Pergamino, se puso en marcha la técnica polarimétrica de Ewers modificada (IRAM 15859:2014) para la determinación de almidón en maíz. En este trabajo se presentan los resultados obtenidos en el proceso de validación del mismo, además se realiza una comparación con el método de condensación de Dubois utilizado hasta ese momento.

## MATERIALES Y MÉTODOS

Para realizar este trabajo se utilizó 31 muestras de maíz provenientes de programas de mejoramiento y de ecofisiología del INTA y variedades comerciales cultivadas en

diferentes regiones maiceras de Argentina, bajo diferentes condiciones de cultivo. Las muestras fueron cosechadas en madurez fisiológica y secadas en condiciones naturales.

Para la preparación de las muestras, las mismas fueron limpiadas y molidas en un molino a cuchillas planas refrigerado *HQ Analyzer MC-II*, hasta un tamaño de partícula menor a 1 mm.

El contenido de humedad de las muestras se analizó utilizando el método de referencia, AACC; 44-16, 1995.

Para estimar el contenido de almidón por el método polarimétrico usando la técnica de Ewers modificada (IRAM 15859:2014), es necesario determinar el poder rotatorio total y el poder rotatorio de las sustancias solubles en agua.

Para determinar el poder rotatorio total, se colocaron 5 gramos de la muestra en un matraz aforado de 100 ml, se agregaron 50 ml de una solución de ácido clorhídrico (1,128 % P/V) y se sumergió en un baño de agua a 100°C durante 15 minutos. Se sacó del baño y se agregó 30 ml de agua fría y se enfrió la solución hasta 20°C. Posteriormente se agregaron 15 ml de solución de ácido fosfowolfrámico (4 % P/V), se llevó a volumen con agua destilada y se filtró por papel de filtración lento. El filtrado obtenido fue utilizado para determinar el poder rotatorio de la solución (P) en el polarímetro según las indicaciones del fabricante.

Para determinar el poder rotatorio de las sustancias solubles en agua, otra porción de la muestra de 25 gramos se colocó en un matraz aforado de 250 ml, y se hidrató con 200 ml de agua destilada. La mezcla se dejó a temperatura ambiente durante 1 hora; luego se enrasó con agua destilada, y se dejó filtrando toda la noche con filtro lento, a temperatura de refrigeración. Se tomó 50 ml del filtrado obtenido y se agregaron 2,1 ml de solución de ácido clorhídrico (d = 1,126 g/ml). Se agitó fuertemente y se sumergió en un baño de agua a 100°C durante 15 minutos. Se agregaron 30 ml de agua fría y se enfrió la solución hasta 20°C. Posteriormente se agregaron 15 ml de solución de ácido fosfowolfrámico (4 % P/V), se llevó a volumen con agua destilada y se filtró por papel de filtración lento. El filtrado obtenido fue utilizado para determinar el poder rotatorio de la solución (P').

Se calculó el contenido de almidón, en

gramos por 100 gramos de muestra, utilizando la fórmula siguiente:

$$A = \frac{(P-P')}{l \cdot [\alpha] \cdot m} \times 100 = \frac{10\,000 \cdot (P-P')}{l \cdot [\alpha] \cdot m}$$

Siendo:

**A** = el contenido de almidón en gramos por cien gramos;

**P** = el poder rotatorio total de la solución, en grados sexagesimales;

**P'** = el poder rotatorio de las sustancias activas solubles en agua, en grados sexagesimales;

**l** = el largo del tubo del polarímetro, en decímetros.

**m** = la masa de la muestra, en gramos.

**[ $\alpha$ ]<sub>T=20,0°C;  $\lambda$ =589 nm</sub>** = la rotación específica del almidón de maíz que es de 184,6 grados sexagesimales (IRAM 15859:2014).

Los criterios evaluados para validar el método polarimétrico fueron repetibilidad, reproducibilidad y veracidad. Para la determinación de la repetibilidad se realizaron 10 determinaciones en la mismas condiciones (misma muestra, mismo día, mismo analista, mismo equipamiento) y se mantuvieron iguales las condiciones ambientales y de operación. Para evaluar la reproducibilidad del método se realizaron 10 determinaciones de la misma muestra bajo diferentes condiciones (diferentes días, diferentes analistas y diferentes reactivos), se utilizó el mismo equipamiento y se mantuvieron iguales las condiciones ambientales y de operación. En ambos casos se calculó el coeficiente de variación (CV). La veracidad del método se evaluó mediante la determinación del sesgo. Para ello se utilizó como referencia una muestra control cuya concentración de almidón fue establecida a partir de un gráfico de control (valor de referencia). Se realizaron 10 mediciones de este analito y se determinó la diferencia en valor absoluto entre el valor conocido y la media del valor obtenido (Instituto de Salud Pública de Chile, 2010). Los mismos parámetros se aplicaron para evaluar el método de Dubois.

Finalmente, un set de 30 muestras fue utilizado para realizar la comparación entre ambos métodos. Los resultados obtenidos fueron analizados mediante el test de Student para comparación de pares de medidas (Harris, 2003).

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La repetibilidad y reproducibilidad del método polarimétrico presentaron CV menores que para el método de Dubois; siendo los CV de 0,63 y 1,16 % y de 1,34 y 3,91 %, respectivamente.

Para conocer si existen diferencias entre el valor de la experiencia analítica y el valor de referencia, se determinó el t experimental, siendo 0,163 para el método polarimétrico y 0,019 para el método Dubois. En ambos casos fueron menores que el t crítico (2,262);

por lo tanto, no existieron diferencias significativas entre ambos valores para el 95 % de confianza y 9 grados de libertad. Se puede inferir que para la medición de almidón en maíz, la veracidad de ambos métodos es aceptable.

En la Tabla 1 se muestra la media, el rango y la desviación estándar obtenidos a partir de los resultados del análisis de las 30 muestras para el estudio comparativo.

	<b>% Alm (BS) x Polarimetría</b>	<b>% Alm (BS) x Dubois</b>
Media	69,8	67,8
Rango	63,6-73,6	65,4-71,5
Desviación Estándar	2,0911	1,5631

**Tabla 1.** Resultados del contenido de almidón en muestras pareadas (n=30).

El análisis del test de Student para comparación de métodos a partir de muestras pareadas demostró que existen diferencias significativas entre el método polarimétrico y el mé-

todo de Dubois. Siendo el t calculado (5,013) mayor que el t crítico (2,045), para el 95 % de confianza y 29 grados de libertad.

## CONCLUSIÓN

A partir de la puesta en marcha del método polarimétrico para determinación del contenido de almidón en maíz, se estableció una metodología analítica que presenta mejor precisión que el método de Dubois, mejorando la calidad de los resultados del laboratorio. Con esta metodología es posible determinar almidón de maíz en estadios diferentes al de madurez fisiológica ya que permite medir separadamente los carbohidratos solubles y el almidón. Utilizando el método de Dubois no es posible la separación de los carbohidratos solubles y solo en madurez fisiológica del grano de maíz éstos pueden resultar despreciables.

Por último, la implementación del método polarimétrico implica la utilización de reactivos más amigables con el medio ambiente.

**Referencias**

BeMiller, J. N. (2009). *El análisis de los hidratos de carbono. Análisis de los Alimentos* (Capítulo 10). (p: 169-205). Zaragoza, España: Acriba S.A

Harris, Daniel E. (2003). *Análisis químico cuantitativo 3º edición* (p. 61-76). Barcelona, España: Reverté S.A.

Instituto de Salud Pública de Chile, 2010. *Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: aspectos generales sobre la validación de métodos.*

IRAM 15859:2014 - ICS 67.060 - Cereales. *Método de determinación del almidón por la técnica polarimétrica de Ewers modificada.*