



Revista Industrial
y Agrícola de
Tucumán

ISSN 0370-5404

En línea
1851-3018

Tomo 101 (2):
35-44; 2024



ESTACION EXPERIMENTAL
AGROINDUSTRIAL
OBISPO COLOMBRES
Tucumán | Argentina

Av. William Cross 3150
T4101XAC - Las Talitas.
Tucumán, Argentina.

Desarrollo y optimización de un método de Digestión Húmeda para estudio de la calidad industrial de caña de azúcar

Natalia Sorol*, Paula Diez* y Oscar Diez**

* Sección Química de Productos Agroindustriales. EEAOC; **Sección Ingeniería y Proyectos. EEAOC.
Email: nrsorol@eeaoc.org.ar

RESUMEN

La evaluación precisa de la calidad de la caña de azúcar es clave para optimizar la eficiencia industrial en la producción de azúcar y alcohol. En este contexto, las metodologías rápidas, confiables y adaptables a los recursos disponibles adquieren especial relevancia, especialmente en regiones productoras como Tucumán, Argentina. El objetivo de este trabajo fue desarrollar y optimizar un método de digestión húmeda como alternativa al método tradicional de prensa hidráulica para la determinación de variables de calidad que permite obtener simultáneamente Pol%caña, Brix%caña, Humedad%caña, Fibra%caña y azúcares reductores totales (ART%caña) a partir de una única muestra de caña desfibrada, utilizando equipamiento doméstico adaptado. Se optimizó el proceso de digestión, con una licuadora de alta potencia, estableciendo como condiciones óptimas 200 g de muestra, 800 g de agua y 5 minutos de licuado, con un error promedio de 2,11% en pureza. Se validó la metodología mediante comparación con el método de prensa hidráulica, obteniendo alta correlación ($R^2 > 0.90$) para Pol y fibra. Para la humedad, se demostró la equivalencia entre el método convencional por estufa y la alternativa por microondas. En cuanto a fibra, se optimizó la técnica de difusión en bolsa utilizando un lavarropas automático. Como aporte metodológico original, se incorporó la determinación directa de ART%caña desde el extracto de digestión húmeda, una variable relevante que no se mide habitualmente y que refleja el contenido total de azúcares disponibles. Esta metodología representa una alternativa accesible, robusta y reproducible para el análisis directo de calidad de caña en laboratorios regionales, con potencial para mejorar la toma de decisiones industriales e integrarse a tecnologías emergentes como NIRS.

Palabras clave: calidad, método directo, control industrial, ART.

ABSTRACT

Development and Optimization of a Wet Digestion Method for the Study of Industrial Quality in Sugarcane

Precise evaluation of sugarcane quality is key to optimizing industrial efficiency in sugar and alcohol production. In this context, rapid, reliable, and resource-adapted methodologies are especially relevant, particularly in producing regions such as Tucumán, Argentina. The objective of this study was to develop and optimize a wet digestion method an alternative to the traditional hydraulic press method for the determination of quality variables. This approach enables the simultaneous measurement of Pol%cane, Brix%cane, moisture, fiber, and total reducing sugars (ART%cane) from a single sample of defibrated cane using adapted household equipment. The digestion process was optimized using a high-power blender, establishing the optimal conditions as 200 g of sample, 800 g of water, and 5 minutes of blending, with an average purity error of 2.11%. The method was validated through comparison with the hydraulic press technique, showing high correlation ($R^2 > 0.90$) for Pol and fiber. For moisture, equivalence was demonstrated between the conventional oven-drying method and the microwave alternative. For fiber, a bag-diffusion

Fecha de
recepción:
18/10/2023

Fecha de
aceptación:
15/07/2025

technique was optimized using an automatic washing machine. As a methodological innovation, the direct determination of ART% cane from the wet digestion extract was incorporated—an important variable not routinely measured, which reflects the total sugar content available for processing. This methodology represents an accessible, robust, and reproducible alternative for direct sugarcane quality analysis in regional laboratories, with potential to enhance industrial decision-making and integrate with emerging technologies such as NIRS.

Key words: quality, direct method, industrial control, ART.

INTRODUCCIÓN

La caña de azúcar constituye una de las principales materias primas utilizadas en la producción de azúcar y bioetanol a nivel mundial. Su cultivo y procesamiento industrial tienen un impacto económico y social significativo en múltiples regiones tropicales y subtropicales, como es el caso de la provincia de Tucumán, Argentina. En esta región, la actividad cañera representa uno de los pilares de la agroindustria local, involucrando tanto a productores como a ingenios y centros de investigación en un esfuerzo conjunto por mejorar la productividad y la eficiencia del sistema agroindustrial.

La calidad de la caña de azúcar procesada incide de manera directa en el rendimiento industrial de los productos finales, por lo que su evaluación precisa se ha convertido en un objetivo prioritario. Entre los parámetros más relevantes para esta evaluación se encuentran el contenido de sacarosa (Pol), los sólidos solubles totales ($^{\circ}$ Brix), los azúcares reductores totales (ART), la fibra y la humedad. Una caracterización adecuada de estos componentes no solo permite optimizar los procesos de molienda y clarificación, sino también realizar pagos más justos a los productores en base al valor real de la materia prima. Actualmente, para la cuantificación de la calidad existen numerosos métodos definidos por diversos países y laboratorios, y no hay entre ellos acuerdos que estipulen parámetros para la selección más adecuada. Esencialmente puede evaluarse de diferentes maneras; por un lado, el método indirecto, que valora a partir de las determinaciones de Pol y pureza en el jugo de primera presión; por el otro, el método directo, que analiza caña desfibrada, determinando, además de los valores en jugo, la fibra en caña (Romero *et al.*, 2009).

En el método indirecto, la evaluación de la calidad se basa en el análisis de los jugos primarios o de primera extracción. La variable más relevante es la Pol % caña, que representa la sacarosa contenida en la caña y se estima de forma indirecta a partir de la Pol del jugo, aplicando el denominado factor Java, el cual supone un valor teórico del contenido de fibra. Esta estimación indirecta introduce una fuente de error que afecta la precisión del análisis y constituye una de las principales desventajas del método. A pesar de su uso generalizado en ingenios azucareros de la provincia debido a su rapidez operativa, el método indirecto presenta limitaciones significativas, especialmente cuando la materia prima contiene niveles elevados de materia extraña (trash) o se encuentra deteriorada, condiciones que pueden alterar la relación jugo-

fibra y distorsionar los resultados obtenidos (Digonzelli *et al.*, 2015).

El método directo de calidad incluye principalmente dos alternativas: por prensa hidráulica y por digestión húmeda, ambas desarrolladas para obtener estimaciones precisas a partir de caña desfibrada, sin recurrir a factores de corrección como en el método indirecto. Este enfoque surgió con el desarrollo del desintegrador húmedo tipo Jeffco en Australia, en 1959 (Spencer-Meade, 1963), adoptado en Sudáfrica bajo la denominación Direct Analysis of Cane (DAC) (Laboratory Manual, 2005; ICUMSA, 2024), y más tarde ampliado con la incorporación de la prensa hidráulica combinada con desfibrador, promovida por M. Hoarau en la isla Reunión entre 1967 y 1968 (Fogliata, 2014). La principal ventaja de los métodos directos es que permiten conocer la composición real de la caña y su rendimiento esperado, sin necesidad de aplicar factores de fábrica, facilitando la determinación directa de Pol%caña y Fibra%caña, un constituyente clave cuya variabilidad se ha incrementado con la mecanización de la cosecha y la incorporación de trash al suministro. Esta información resulta esencial para minimizar costos, optimizar la extracción de jugo y mejorar las oportunidades de ingreso en la industria sucroalcoholera. Sin embargo, su implementación a nivel local ha sido limitada por los altos costos de los equipos industriales requeridos. En este contexto, el presente trabajo propone un método alternativo de bajo costo, accesible y reproducible, basado en el uso de licuadoras de alta potencia y equipamiento doméstico adaptado, para realizar digestión húmeda de caña desfibrada en condiciones de laboratorio regional.

El objetivo de este trabajo fue desarrollar, optimizar y validar un método directo por digestión húmeda para la determinación simultánea de Pol%caña, Brix%caña, Humedad%caña, Fibra%caña y ART%caña, evaluando su correlación con el método por prensa hidráulica. El enfoque propuesto busca mejorar la eficiencia, confiabilidad y velocidad del análisis, e incorpora la determinación de ART%caña, un parámetro de importancia industrial que actualmente no se analiza de forma rutinaria y que aporta información clave sobre la calidad de la materia prima. Este método apunta a facilitar su aplicación en laboratorios regionales y contribuir a la mejora continua de los procesos en el sector azucarero en contextos como el del Noroeste argentino. La necesidad de contar con métodos directos y precisos para evaluar la calidad de caña ha sido señalada en trabajos recientes y normativas internacionales (Shi *et al.*, 2023; ICUMSA, 2024). El método directo por digestión húmeda y sus variantes han sido validados en

diferentes países como alternativas al de prensa hidráulica tradicional (Berding & Pollock, 1982; Spencer-Meade, 1963).

MATERIALES Y MÉTODOS

1. Diseño general del estudio

Durante dos zafas consecutivas, en el Laboratorio de Investigaciones Azucareras de la Estación Experimental Agroindustrial Obispo Colombres (EEOC), se desarrolló y optimizó un método directo por digestión húmeda para evaluar variables macro de calidad en caña de azúcar: humedad, fibra, Brix, Pol y azúcares reductores totales (ART). Para validar este método, se compararon los resultados obtenidos con los del método directo por prensa hidráulica. Se utilizaron muestras representativas de caña desfibrada, preparadas a partir de 10 tallos limpios y despuntados, cosechados manualmente.

2. Preparación de la muestra

La caña se desfibró utilizando un desfibrador de martillos hasta alcanzar una apertura celular (open cell) superior al 92%. Esta muestra homogénea fue dividida en cuatro alícuotas, utilizadas para distintas determinaciones analíticas para el método por digestión húmeda. Para el método por prensa hidráulica, la caña desfibrada fue prensada a 250 kg/cm² durante 1 minuto para obtener el jugo primario.

3. Método propuesto

El método diseñado integra procedimientos para la determinación simultánea de las variables de calidad mencionadas, utilizando equipamiento accesible y adaptable a condiciones de laboratorio regional. El esquema completo del procedimiento se presenta en la Figura 1.

El procedimiento se basa en recomendaciones de manuales internacionales de referencia y normativas reconocidas en la industria (Anon, 2014; ICUMSA, 2024; AOAC, 1964), así como en estudios comparativos de métodos directos (Shi *et al.*, 2023).

Algunas de estas técnicas fueron modificadas con respecto a los métodos tradicionales de medición y

puestas a punto en el laboratorio, lo cual se describe detalladamente a continuación.

3.1 Humedad

Para la puesta a punto de la determinación de Humedad%caña (H%) por el método de microondas, se trabajó con 41 muestras. Estas fueron procesadas por duplicado en estufa (ICUMSA, 2019) y por secado a peso constante utilizando un horno de microondas.

Para el método por estufa se tomaron dos porciones representativas de aproximadamente 100 gramos de cada muestra, se pesaron y se colocaron en bandejas de aluminio; luego se secaron en una estufa eléctrica marca ORL con circulación de aire forzado, regulada a la temperatura de 105°C, hasta peso constante, durante 24 horas, para luego proceder a su pesaje, previo enfriamiento.

Para el método por microondas se tomaron dos porciones representativas de aproximadamente 100 gramos, las que fueron introducidas en un horno microondas marca Philco, modelo MPD8620N, de 220 V - 50 Hz, con una potencia máxima de 700 W y frecuencia máxima de 2450 MHz. Estas muestras se sometieron a tres ciclos de secado, cada uno de 4 minutos de duración, operando a máxima potencia, lo que resultó en un tiempo total de exposición de 12 minutos. Durante el proceso, se utilizaron recipientes planos para garantizar una distribución uniforme de la muestra. Para asegurar la homogeneidad del calentamiento después de cada ciclo de 4 minutos, se realizó una mezcla cuidadosa con una espátula metálica de superficie reducida, para evitar pérdidas de muestra debidas a la adherencia a elementos de mayor tamaño. Posteriormente, las muestras se enfriaron en un desecador y se procedió al pesaje.

Para el análisis de los resultados se realizó una regresión lineal y una comparación de medias de los resultados obtenidos con ambas metodologías mediante una prueba t para muestras pareadas con $\alpha = 0,05$ (probabilidad del 95%) utilizando el software estadístico R (R Core Team, 2023).

3.2 Fibra

En la segunda alícuota de 100 gramos se deter-

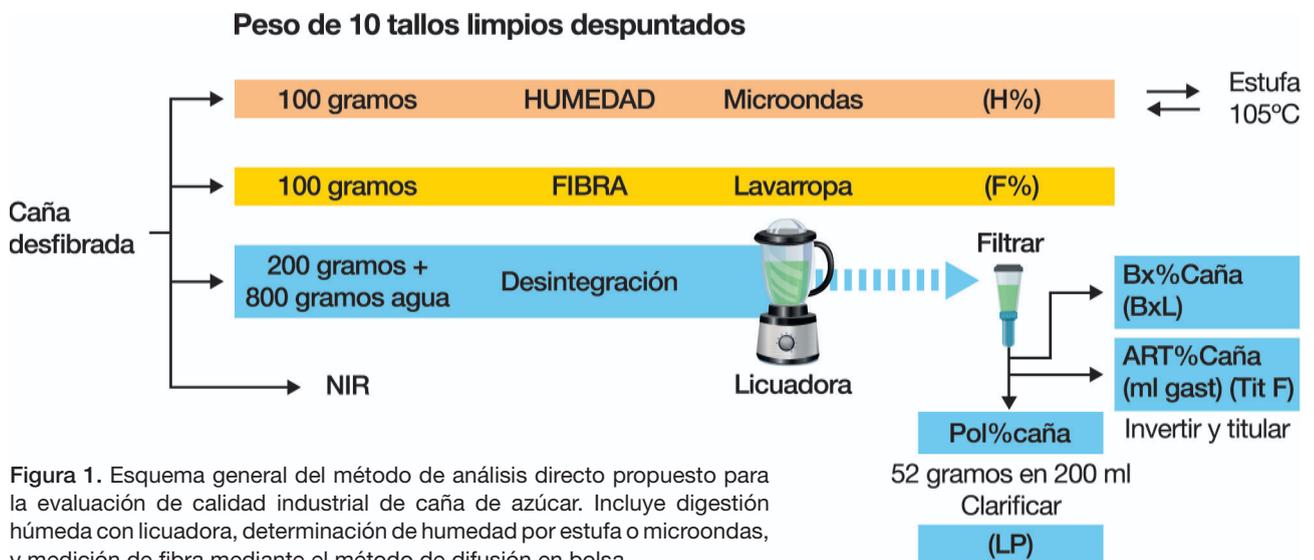


Figura 1. Esquema general del método de análisis directo propuesto para la evaluación de calidad industrial de caña de azúcar. Incluye digestión húmeda con licuadora, determinación de humedad por estufa o microondas, y medición de fibra mediante el método de difusión en bolsa.

minó Fibra%caña (F%). Existen múltiples métodos para su medición, como por ejemplo ICUMSA (ICUMSA, 2011); el método por prensa propuesto por Tanimoto (1964) y mejorado por Berding and Pollock (1982); y el método Hamna (Sanullah, 2013). Estos métodos requieren varios pasos y cálculos, y son indirectos. En cambio, el método de difusión en bolsa (bag-diffusion method) (Anon, 2014), base de este trabajo, es directo. Como evolución de esta técnica se desarrolló el equipo CFM (Cane-Fibre Machine) (Anon, 2021), que automatiza el proceso de lavado de caña desfibrada hasta eliminar completamente el Brix.

En este estudio se empleó una técnica basada en el método de difusión en bolsa, adaptada por el laboratorio, que consiste en colocar la caña desfibrada en bolsas de lienzo de algodón y someterla a un ciclo de lavado en un lavarropas automático hasta eliminar completamente los azúcares y solubles. La fibra se calcula por diferencia de pesos tras secado en estufa a 105°C hasta peso constante (basado en Diez *et al.*, 2000). Durante la etapa de puesta a punto se evaluaron dos variables principales: la cantidad de muestra y las condiciones de lavado. Para la primera, se compararon 50 g y 100 g de caña desfibrada. En cuanto al lavado, se contrastó un ciclo sin temperatura con un ciclo a 60°C. Los ensayos se realizaron por duplicado en 16 muestras para la comparación de cantidades; y en 24 muestras para la comparación de condiciones de lavado. En ambos casos, se utilizó la herramienta Solver de Excel para calcular los errores y optimizar la metodología.

.....3.3 Desarrollo del método de digestión húmeda

..... 3.3.1 Optimización de condiciones de desintegración

En la tercera alícuota se realizó la desintegración propiamente dicha o digestión húmeda. Con el objetivo de optimizar la extracción de los azúcares presentes en la caña, se realizaron pruebas sistemáticas en las que se variaron parámetros operativos: cantidad de muestra, volumen de agua, tiempo y velocidad de licuado. Estas pruebas se llevaron a cabo utilizando una licuadora Blendtec modelo Connoisseur 825 de 3,5 HP de potencia. Los resultados se compararon con los de un digestor húmedo con camisa de agua para refrigeración, similar al modelo Jeffco, que trabaja con 500 g de muestra y 2000 g de agua, considerado como referencia.

..... 3.3.2 Comparación entre licuadoras

Se evaluaron posibles diferencias entre licuadoras de diferentes marcas y potencias: una Blendtec (3,5 HP) y una Turboblender modelo TB 020 (4 HP). En ambos casos se procesaron muestras por duplicado (muestras diferentes a las utilizadas en la optimización de condiciones de desintegración) y las variables Brix, Pol y Pureza fueron comparadas para verificar la reproducibilidad del método en diferentes equipos.

..... 3.3.3 Procedimiento estándar adoptado

Como resultado de las pruebas de optimización se definió un procedimiento estándar de digestión con licuadora Turboblender utilizando 200 g de caña desfibrada y 800 g de agua destilada. La mezcla se procesó durante 5 minutos a velocidad máxima (~3500 rpm). El producto

obtenido fue tamizado con malla metálica y filtrado con papel de servilleta para remover los sólidos. El extracto líquido resultante se utilizó para la determinación de las variables analíticas seleccionadas.

..... 3.3.4 Determinaciones analíticas

- **Brix refractométrico (Bx%caña):** se determinó realizando la lectura del extracto utilizando un refractómetro digital marca KEM modelo RA-620 (Chen and Chou, 1993). El valor obtenido se denominó BxL (brix leído).

- **Pol (Pol%caña):** se llevó a cabo pesando 52 gramos del extracto en un matraz de 200 ml, para luego utilizar una cantidad mínima de subacetato de plomo (aproximadamente de 0,70 a 0,90 gramos) como agente clarificante, y filtrar a través de papel de filtro. Se realizaron las lecturas (el valor obtenido se denominó LP) en un polarímetro digital Anton Paar modelo MCP 500 Sucromat (Spencer – Meade, 1967).

- **Azúcares reductores totales (ART%caña):** se realizó en el laboratorio la adaptación y puesta a punto para este tipo de muestras (extracto líquido resultante de la digestión), con una metodología basada en el método de Fehling Causse Bonnans (AOAC, 1964), realizando la inversión ácida de 10 gramos de muestra en un matraz de 100 ml para luego llevar a cabo la titulación con Licor de Fehling Causse Bonnans.

El principio de este método está basado en la propiedad que tienen los monosacáridos y otras sustancias presentes de reducir el cobre del estado cúprico al cuproso. Si la reacción se lleva a cabo en medio alcalino y en condiciones controladas, la cantidad de cobre reducida es proporcional a la cantidad de sustancias reductoras presentes, detectándose el punto final mediante el uso de azul de metileno como indicador interno.

Se invierte la sacarosa contenida en la muestra con una solución de ácido clorhídrico, transformándose en glucosa más fructosa, que se suman a los azúcares reductores presentes inicialmente.

..... 3.3.5 Cálculos

Las variables fueron calculadas según las siguientes ecuaciones:

Ecuación 1

$$S = 100 - H\% - F\%$$

Ecuación 2

$$Pol\%caña = \frac{LP \times (500 - F\%)}{100}$$

Ecuación 3

$$Brix\%caña = \frac{BxL \times (500 - F\%)}{100}$$

Ecuación 4

$$Pureza\%caña = \frac{Pol\%caña \cdot 100}{Brix\%caña}$$

Ecuación 5

$$No\ Azúcares\%caña = Brix\%caña - Pol\%caña$$

Ecuación 6

$$ART\%caña = \frac{10 \times Tit\ F \times (500 - F\%)}{V}$$

Donde:

- S = Sólidos solubles
- H% = Humedad%caña
- F% = Fibra%caña
- LP = Lectura polarimétrica del extracto
- BxL = Brix refractométrico del extracto leído
- Tit F = Título de la solución de Fehling Cause Bonnans
- V = volumen (ml) de muestra gastados en la titulación

.....3.4 Evaluación de precisión metodológica mediante Solver

En el presente estudio se aplicó un enfoque de optimización mediante la herramienta Solver, disponible en Microsoft Excel, con el objetivo de evaluar y mejorar la precisión de los métodos empleados. Las variables analizadas fueron Pol, Brix, ART, humedad y fibra, todas de relevancia crítica para los objetivos de la investigación. Inicialmente, se asumió que la medición de Brix, realizada mediante refractómetro, presentaba un bajo margen de error, y por tanto se la consideró como de referencia. En base a esta premisa, se configuraron distintos modelos en Solver para investigar la precisión relativa de las otras variables. Para las variables Brix, humedad y fibra, se planteó una condición de suma igual a 100, fijando el valor de Brix y permitiendo la optimización de las otras dos. Cada variable fue analizada individualmente, manteniendo las demás constantes, lo que permitió estimar el error promedio asociado a cada método.

.....3.5 Implementación Espectroscopia NIR

La cuarta alícuota de caña desfibrada y el extracto líquido se emplearon para adquirir espectros utilizando un equipo de Espectroscopia de Infrarrojo Cercano (NIR) del que dispone el laboratorio, con detector de reflectancia para muestras sólidas; y transmitancia para muestras líquidas. Esto se llevó a cabo con el propósito de construir en el futuro una base de datos que facilite la creación de modelos de calibración para todas las variables que se encuentran bajo estudio.

.....3.6 Comparación con el método de prensa hidráulica

Durante el año 2022 se procesaron 171 muestras por digestión húmeda y también mediante la utilización de una prensa hidráulica de 60 TN, obteniendo las variables de interés siguiendo la metodología propuesta por Diez et al. (2000), permitiendo así comparar los resultados de las dos metodologías para las variables Pol%caña y Fibra%caña.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

1. Evaluación de precisión de los métodos

Para estimar la precisión de los métodos implementados, se utilizó la herramienta Solver de Excel, configurada para optimizar errores asociados a cada variable analizada. Se asumió que el valor de Brix (medido por refractometría) presentaba un margen de error bajo, utilizándolo como referencia. Las demás variables fueron optimizadas individualmente bajo la restricción

Ecuación 7

$$Brix\%caña + H\% + F\% = 100$$

Inicialmente, se aplicó Solver para encontrar soluciones óptimas para la variable humedad, manteniendo fijas las otras dos variables; posteriormente, se realizó el mismo procedimiento para la variable fibra, manteniendo las otras dos fijas. En el caso de Pol y ART, se utilizaron sus fórmulas analíticas respectivas, y Solver se aplicó para minimizar la diferencia entre los valores medidos y los valores teóricos calculados, sin modificar las condiciones de entrada de Brix, humedad y fibra. Los resultados de los errores obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Errores promedio (%), mínimo y máximo, obtenidos con Solver para Pol%caña, Humedad, Fibra%caña y ART%caña.

	Error (%)			
	Pol%caña	Humedad	Fibra%caña	ART
Promedio	2,17	1,13	5,49	4,23
Máximo	6,65	3,26	18,15	12,77
Mínimo	0,05	0,09	0,43	0,04

El procedimiento permitió calcular errores promedio de 2,17% para Pol%caña y de 1,13% para Humedad, siendo estas las variables con menor nivel de error. En cambio, los valores más altos se registraron en Fibra%caña (5,49%) y ART (4,23%), lo que indicó que estas determinaciones requerían mayor atención y ajustes para mejorar su precisión. En el caso de ART, se logró una reducción significativa del error mediante la optimización del tiempo de titulación de la muestra, mejorando la exactitud de los resultados. Para la variable Fibra%caña, se realizaron ajustes específicos que se detallan más adelante. Los datos obtenidos brindaron información clave sobre la precisión relativa de cada variable, orientando acciones para la mejora continua de los métodos analíticos y contribuyendo a garantizar resultados más confiables.

2. Comparación de métodos para determinación de humedad

Se compararon los métodos tradicionales de secado en estufa con una alternativa mediante horno microondas. En la Tabla 2 se pueden observar los resultados de humedad obtenidos por ambos métodos.

Se realizó un modelo de regresión lineal utilizan-

Tabla 2. Resultados de Humedad (%) obtenidos por método estufa y microondas para 41 muestras de caña desfibrada. promedios, mínimos, máximos, desvío estándar (Desvío) y coeficiente de variación (CV%).

	Humedad (%)	
	Estufa	Microondas
n	41	41
Promedio	67,26	67,17
Mínimo	63,99	63,90
Máximo	71,83	71,13
Desvío	2,00	1,92
CV%	2,97	2,86

do el software estadístico R con los resultados obtenidos por ambos métodos. Ya que la pendiente fue significativa (p -value: $< 2,2e-16$), dicho modelo sugiere que existe una fuerte relación lineal entre las variables Humedad por Estufa y Humedad por Microondas. En la Figura 2 pueden observarse la correlación de los métodos y la gráfica de las diferencias o residuales en 41 muestras.

Los resultados muestran una fuerte correlación entre ambos ($R^2 \approx 0,97$) y no se observaron diferencias significativas en la prueba t para muestras pareadas (p -value = 0,1235). El error promedio entre métodos fue de 0,09%, validando el uso del microondas como método confiable y eficiente.

3. Optimización del método de Fibra

Durante la zafra 2021, se realizaron ensayos preliminares utilizando un lavarropas doméstico antiguo, donde se observó que un solo ciclo de lavado no era suficiente para eliminar completamente los solubles. En la zafra siguiente, con la incorporación de un nuevo equipo, se comprobó que un único ciclo bastaba para lograr una remoción efectiva, reduciendo la variabilidad y mejorando la eficiencia del proceso. Esto evidenció la influencia significativa del tipo de equipo sobre el desempeño del método.

Para definir la cantidad óptima de muestra, se evaluaron dos niveles (50 g y 100 g de caña desfibrada). El análisis mediante Solver mostró que el uso de 100 g reducía de manera notable el error promedio, mejorando la estabilidad del resultado. Los resultados de los errores obtenidos se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Errores promedio (%), mínimo y máximo, obtenidos con Solver para Fibra%caña utilizando 50 y 100 gramos de caña desfibrada en 16 muestras.

	Error (%)	
	Fibra (100 g)	Fibra (50 g)
Promedio	5,60	10,76
Máximo	14,39	20,47
Mínimo	0,08	0,25

Asimismo, se investigó el efecto de la temperatura del agua de lavado. Se compararon 24 muestras por duplicado, lavadas a 60°C y sin temperatura. Los errores obtenidos con Solver se presentan en la Tabla 4. Aunque los errores promedio fueron levemente menores en el lavado sin temperatura, las diferencias fueron sutiles.

Tabla 4. Errores promedio (%), mínimo y máximo, obtenidos con Solver para Fibra%caña sin Temperatura y con Temperatura (60°C) en 24 muestras.

	Error (%)	
	Fibra sin T	Fibra con T (60°C)
Promedio	3,15	4,46
Máximo	9,71	9,23
Mínimo	0,29	0,00

Desde el punto de vista estadístico, el análisis de medias mediante test t para muestras pareadas no detectó diferencias significativas entre ambos métodos (p -value = 0,1637). Por otro lado, la regresión lineal mostró una asociación estadísticamente significativa (p -value = 0,03011), aunque el coeficiente de determinación fue bajo ($R^2 = 0,1386$), indicando que la proporción de la variabilidad explicada era limitada. Esta combinación de resultados sugiere que, si bien existe cierta relación entre los métodos, la diferencia práctica es poco relevante.

En base a estos hallazgos, se concluyó que el uso de lavado sin temperatura resulta apropiado para la determinación de fibra, ya que permite reducir el consumo energético sin comprometer la precisión analítica del método.

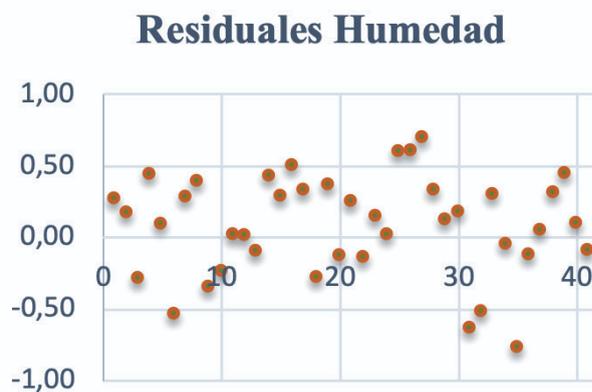
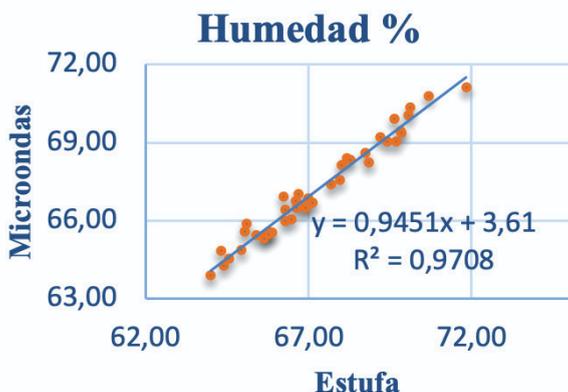


Figura 2. Comparación de métodos de determinación de humedad por estufa y microondas. Regresión lineal y Residuales, ensayos realizados en 41 muestras.

4. Desarrollo del método de Digestión Húmeda

4.1 Optimización del proceso de desintegración

Como resultado de las pruebas experimentales de puesta a punto, se estableció que una combinación de 200 g de caña y 800 g de agua, licuada durante 5 minutos a velocidad máxima, era adecuada para lograr una extracción eficiente de los azúcares. Se procesaron cinco muestras por triplicado y se calculó la pureza a partir de los valores de Brix y Pol obtenidos. La comparación con el digestor similar al Jeffco mostró un error promedio en pureza de 2,11%, dentro del margen aceptable (<5%). La correlación entre métodos fue alta ($R^2 > 0,95$), validando la propuesta basada en licuadoras de alta potencia como una alternativa eficaz y accesible. La correlación de los valores de pureza entre digestor y licuadora se muestra en la Figura 3.

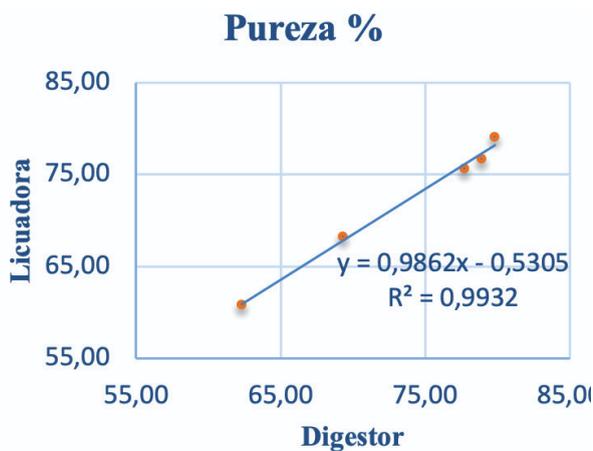


Figura 3. Correlación de valores de Pureza% obtenidos por Digestor y Licuadora Blendtec en cinco muestras por triplicado.

4.2 Comparación entre licuadoras

Se compararon los resultados de dos equipos: Blendtec y Turboblender. Ambos mostraron valores promedio similares y coeficientes de variación (CV%) menores al 2% (Tabla 5), confirmando la robustez del método ante diferencias de marca o potencia del equipo.

5. Comparación con el método de prensa hidráulica

Se determinó la calidad industrial de 171 muestras por los métodos de digestión húmeda y prensa hidráulica. Se observan los valores promedio, mínimos, máximos, desvío estándar y CV% y la comparación entre ambos métodos para los parámetros Pol%caña y Fibra%caña en la Tabla 6.

Los valores de desvío estándar y coeficiente de

Tabla 6. Comparación de métodos de prensa hidráulica y digestión húmeda para Pol%caña y Fibra % caña, promedio, mínimos, máximos, desvío estándar y CV% de los ensayos realizados en 171 muestras.

	Pol%caña		Fibra%caña	
	Digestión húmeda	Prensa hidráulica	Digestión húmeda	Prensa hidráulica
	%	%	%	%
Promedio	14,21	14,38	12,27	12,07
Mínimo	8,62	8,48	9,46	9,14
Máximo	20,23	20,33	17,20	17,84
Desvío	2,40	2,42	1,66	1,58
CV%	16 88	16 82	13 48	13 10

variación (CV%) calculados a partir de esta tabla reflejan la variabilidad natural entre muestras de caña de azúcar con diferente composición. Por lo tanto, no deben interpretarse como indicadores de precisión analítica.

En la Figura 4 se puede observar un análisis de las diferencias o residuales para las variables Pol%caña y Fibra%caña en 171 muestras.

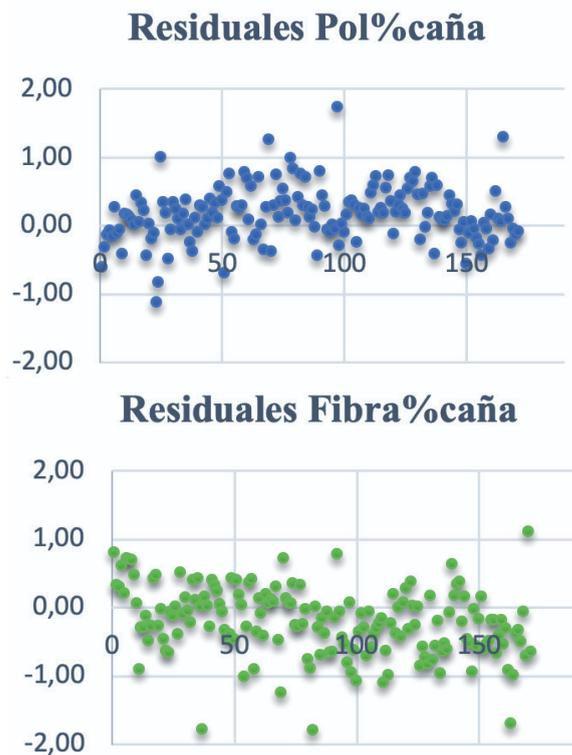


Figura 4. Comparación de métodos de prensa hidráulica y digestión húmeda. Residuales para Pol%caña y Fibra%caña, ensayos realizados en 171 muestras.

Tabla 5. Promedio, desvío estándar, CV% para Brix%caña, Pol%caña y Pureza%caña obtenidos con licuadoras marca Blendtec y Turboblender en veinte muestras.

	Bx%caña		Pol%caña		Pza%caña	
	Blendtec	Turboblender	Blendtec	Turboblender	Blendtec	Turboblender
Promedio	20,07	20,29	17,75	18,32	88,45	90,30
Desvío	0,32	0,13	0,27	0,38	1,18	1,60
CV%	1,61	0,62	1,52	2,07	1,34	1,77

Aunque la prueba t de comparación de medias indicó diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,05$), las diferencias absolutas fueron pequeñas: 0,17 para Pol y -0,20 para fibra. La regresión mostró una relación lineal muy fuerte ($R^2 = 0,97$ para Pol%caña, $R^2 = 0,91$ para Fibra%caña), lo que sugiere buena concordancia entre ambos métodos (Figura 5).

6. Discusión comparativa con trabajos previos

Los resultados obtenidos en este estudio sobre determinación de humedad mediante microondas y optimización del método de fibra muestran concordancia con investigaciones previas tanto nacionales como internacionales.

En relación a la humedad, el trabajo de Zamora Rueda *et al.* (2016) validó la metodología de secado por microondas en bagazo, concluyendo que no existían diferencias significativas respecto al método de estufa, con errores estándar menores al 1% y desviaciones estándar dentro de los rangos aceptables. Nuestros resultados, obtenidos con muestras de caña desfibrada y no de bagazo, reflejan una tendencia similar: diferencias mínimas entre métodos, alta correlación ($R^2 \approx 0,97$) y error promedio de 0,09%, lo cual valida la aplicabilidad del microondas también en esta matriz. Este hallazgo representa un avance local, ya que aporta evidencia concreta para extender esta metodología a etapas tempranas del proceso industrial.

Por otra parte, Imbachi-Ordonez *et al.* (2023) también señalan las limitaciones del secado en estufa por su lentitud, alta demanda de espacio y variabilidad entre fábricas, destacando la necesidad de métodos más rápidos y reproducibles. Si bien su estudio se centra en caña prensada y compara métodos tradicionales con analizadores digitales de humedad, sus conclusiones refuerzan la idea de que los métodos alternativos más rápidos, como microondas, pueden ser implementados con resultados confiables. En este contexto, nuestros resultados respaldan el potencial del microondas como alternativa eficaz, económica y accesible en laboratorios regionales.

Los resultados obtenidos en este trabajo sobre optimización del método de fibra son consistentes con los criterios analíticos propuestos por Shi *et al.* (2023), quienes compararon los principales métodos internacionales de determinación de fibra utilizados en la industria azucarera. Estos autores concluyen que los métodos más precisos y repetibles son aquellos que utilizan una única mues-

tra completa de caña y evitan suposiciones adicionales en el cálculo de fibra, como ocurre con algunos métodos basados en prensado. En esta propuesta, el empleo de caña desfibrada, el lavado directo con agua y la ausencia de etapas de extracción mecánica complejas permiten cumplir con estos principios. Asimismo, el enfoque de optimización mediante Solver permitió cuantificar el impacto del tipo de equipo, el peso de muestra y la temperatura sobre la precisión analítica, validando la eficacia del procedimiento bajo condiciones prácticas y accesibles. En este sentido, el protocolo desarrollado representa una alternativa reproducible y de bajo costo, alineada con los estándares metodológicos actuales propuestos a nivel internacional.

A nivel internacional, no se ha reportado hasta ahora la utilización de licuadoras de uso doméstico como equipo de digestión húmeda en lugar del digestor Jeffco o de otros equipos industriales, lo que convierte a este estudio en un caso potencialmente único y pionero en el campo. El método propuesto combina eficiencia, accesibilidad y resultados comparables a los obtenidos por métodos de referencia, con la ventaja adicional de requerir una inversión mínima y ser plenamente replicable en laboratorios con recursos limitados. La robustez del método y su aplicabilidad en laboratorios regionales se alinea con los criterios técnicos propuestos en manuales australianos y sudafricanos (Anon, 2014; ICUMSA, 2024).

En la Bibliografía citada no se hallan reportes de métodos específicos para la determinación de ART%caña (azúcares reductores totales expresados sobre caña entera) a partir del extracto líquido generado mediante digestión húmeda o desintegración directa con agua. Los métodos disponibles se enfocan casi exclusivamente en la determinación de azúcares reductores totales en el jugo de caña, empleando técnicas como Fehling y Lane-Eynon, y luego infieren el ART%caña mediante cálculos. En este contexto, la incorporación de esta variable analítica directa representa un aporte metodológico novedoso. Este parámetro permite cuantificar la suma de los principales azúcares presentes en la caña (sacarosa, glucosa y fructosa), y estimar así el contenido total de azúcares disponibles para los procesos industriales. Su determinación directa en caña desfibrada resulta particularmente útil, ya que refleja el estado fisiológico y de conservación de la materia prima, y puede anticipar su comportamiento en términos de eficiencia de extracción, fermentabilidad o potencial de



Figura 5. Comparación de métodos de prensa hidráulica y digestión húmeda. Regresión lineal para Pol%caña y Fibra%caña, ensayos realizados en 171 muestras.

formación de compuestos no deseados durante la fabricación de azúcar y bioetanol. Además, aporta información que actualmente no se obtiene de forma rutinaria en los laboratorios de control de calidad.

CONCLUSIONES

El presente estudio propuso, desarrolló y validó un método directo de digestión húmeda para la determinación simultánea de variables clave en caña de azúcar (Pol%caña, Brix%caña, Humedad%caña, Fibra%caña y ART%caña), utilizando equipamiento accesible y replicable en laboratorios con recursos limitados como alternativa al método por prensa hidráulica, y utilización de equipos industriales de desintegración. Se comprobó que el empleo de licuadoras de alta potencia permite obtener resultados comparables a los del digestor industrial Jeffco, con un error aceptable (2,11% de pureza) y fuerte correlación con el método de prensa hidráulica para Pol%caña y Fibra%caña. La incorporación del método de secado por microondas para determinación de humedad y de una adaptación del método de difusión en bolsa para medición de fibra con un lavarropas automático resultaron eficientes, reproducibles y operativamente viables, incluso bajo condiciones de laboratorio convencionales.

Como innovación relevante, se incorporó por primera vez la determinación directa de ART%caña a partir del extracto líquido de la digestión húmeda, lo cual representa un aporte novedoso que permite conocer el contenido total de azúcares disponibles para los procesos industriales. Esta variable, que no se determina de forma rutinaria, puede ofrecer una visión más completa del estado fisiológico y calidad de la caña procesada.

En conjunto, esta propuesta amplía las posibilidades de evaluación en la industria sucroalcoholera regional, promueve una estandarización más accesible y sienta las bases para futuras integraciones con tecnologías emergentes como NIRS, cuya aplicación durante la cosecha ha sido explorada recientemente con fines de monitoreo en tiempo real, como lo demuestran Corrêdo et al. (2024). Su aplicabilidad y bajo costo la posicionan como una alternativa viable para mejorar la eficiencia analítica y operativa en contextos productivos del Noroeste argentino y regiones cañeras similares.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Ing. Qca. Romina Salazar por sus valiosos aportes en las pruebas preliminares para la puesta a punto de la metodología de digestión húmeda.

BIBLIOGRAFÍA CITADA

- Anon. 2014.** The standard laboratory manual for Australian sugar mills: Volume 2. Sugar Research Australia. <https://sugarresearch.com.au/>
- Anon. 2021.** Can fibre machines. Sugar Research Institute. <https://www.sri.org.au/can-fibre-machines/>
- Association of Official Analytical Chemist (AOAC). 1964.** Método de Fehling-Causse-Bonnans modificado. USA., pp. 495
- Berding, N. and J. S. Pollock. 1982.** Screening clones for fibre content with a hydraulic press. International Society of Sugar Cane Technologists Sugarcane Breeders' Newsletter 44: 43-48.
- Chen, J. C. P. and C. C. Chou. 1993.** Cane Sugar Handbook, 12th ed., Wiley & Sons, pp. 121.
- Corrêdo, M.; J. Molin e R. Filho. 2024.** Is it possible to measure the quality of sugarcane in real time during harvesting using on-board NIR spectroscopy? *AgriEngineering*, 6 (1): 64-80. DOI: <https://doi.org/10.3390/agriengineering6010005>
- Diez, O.; S. Zossi; E. Chavanne y G. Cárdenas. 2000.** Calidad industrial de las variedades de caña de azúcar de maduración temprana LCP 85-384 y LCP 85-376 en Tucumán. Análisis de sus principales constituyentes físico-químicos. *Rev. Ind. y Agric. Tucumán* 77 (2): 39-48.
- Digonzelli, P.; E. Romero y J. Scandaliaris. 2015.** Guía técnica del cañero. Las Talitas, Argentina. Estación Experimental Agroindustrial Obispo Colombes. Capítulo C3.
- Fogliata, F. 2014.** Caña de azúcar: aportes para su valoración cualitativa. 1era Edición, pp. 47.
- Imbachi-Ordóñez, S.; A. Triplett; G. Eggleston and A. Mandalika. 2023.** Evaluation of a rapid analysis of press-cane moisture content. *Proceedings of the International Society of Sugar Cane Technologists*, volume 31, 411-416. <https://www.issct.org/proceedings/>
- International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA). 2024.** Method book. Method GS 5-1 (2022): Sucrose, dry substance and fibre in cane and bagasse by VIS-Polarimetry after clarification of the aqueous extract with lead acetate and by refractometry - Official. Bartens, Berlin.
- International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA). 2019.** Method book. Method GS 7-5: The Determination of moisture in cane and bagasse by oven drying (Accepted) (1994). Bartens, Berlin.
- Laboratory Manual. 2005.** Laboratory Manual for South African Sugar Factories. S.Afr.Sugar Technol. Ass., Mount Edgecombe, South Africa. 4th Ed.
- R Core Team. 2023.** R: A Language and Environment for Statistical Computing (versión 4.3.1)
- Romero, E.; P. Digonzelli y J. Scandaliaris. 2009.** Manual del Cañero. Las Talitas, Argentina. Estación Experimental Agroindustrial Obispo Colombes. Capítulo 17.
- Sanullah, A. 2013.** An alternative method for determination of fibre% cane. *Proceedings of the International Society of Sugar Cane Technologists* 28: pp. 5.
- Shi, C.; G. Kentand C. Henderson. 2023.** A new approach to measuring the fibre content of sugarcane. *Proceedings of the International Society of Sugar Cane Technologists* 31, pp. 345-356. <https://www.issct.org/proceedings>
- Spencer - Meade. 1963.** Cane Sugar Handbook. Editorial: J. Wiley - USA, pp. 542.
- Spencer - Meade. 1967.** Manual del Azúcar de Caña,

Editorial: Montaner y Simón, pp. 457.

Tanimoto, T. 1964. The press method of cane analysis.
The Hawaiian Planters' Record 57: 133-150.

Zamora Rueda, G.; C. Gutierrez; G. Mistretta; F. Peral-

ta; M. Golato; M. Ruiz y D. Paz. 2016. Determinación del contenido de humedad del bagazo de caña de azúcar por medio de microondas. Rev. ind. agríc. Tucumán 93 (2): 7-12.

