

ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO CON TRANSFORMADA DE FOURIER (FT-IR) PARA ANÁLISIS DE MUESTRAS DE HARINA DE TRIGO, FÉCULA DE MAÍZ Y ALMIDÓN DE YUCA

FOURIER TRANSFORMED INFRARED SPECTROSCOPY (FT-IR) FOR ANALYZING WHEAT, FLOUR, CORN STARCH AND CASSAVA STARCH

Daza Orsini, Sandra Milena^{1*}, Parra Aparicio, Gina Patricia²

^{1*} Universidad de la Guajira, Kilómetro 5, Riohacha, La Guajira, Colombia Correo electrónico: [*smdaza@uniguajira.edu.co](mailto:smdaza@uniguajira.edu.co)

² Universidad de Santander UDES. Bucaramanga, Santander, Colombia.

Recibido: 30 de diciembre de 2020; Aceptado: 30 de mayo de 2021

RESUMEN

Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FT-IR), es una de las técnicas más empleadas para caracterizar los ingredientes alimentarios y detectar posibles adulterantes. Por lo tanto, el objetivo de esta investigación fue la caracterización de los grupos funcionales por (FT-IR) de cuatro muestras de harina: fécula de maíz, almidón de yuca, harina de trigo con y sin edulcorante. Se obtuvieron espectros por duplicado, el análisis consistió en colocar una cantidad adecuada de cada una de las muestras sobre el cristal de diamante, después todos los espectros de absorción obtenidos en este estudio, se registraron en la región espectral de 600 a 4000 cm^{-1} , con una resolución de 4 cm^{-1} y haciendo un promedio de 8 exploraciones. Los resultados obtenidos se analizaron en OriginPro versión de

prueba para normalizar los datos y obtener los espectros, se determinó que las muestras de harina no estaban adulteradas, que están compuestas por hidratos de carbono porque los espectros mostraron vibraciones moleculares en la región de los 4000 a los 500 cm^{-1} , sin embargo, en la longitud de onda de 3281 cm^{-1} , se encuentra en común con todos los espectros. El pico intenso en la longitud de onda de 1000 cm^{-1} corresponde a una vibración de estiramiento del enlace C-O consecuencia de la gran cantidad de almidón, amilosa y amilopectina que contienen las harinas, al dilucidar la gráfica espectral hubo semejanza en la composición química de la harina de trigo, la fécula de maíz y el almidón de yuca.

*Autor de correspondencia: Orsini
Sandra milena¹
smdaza@uniquajira.edu.co

Palabras clave: Espectros, grupos funcionales, harinas.

ABSTRACT

Fourier transform infrared food spectroscopy (FT-IR) is one of the most widely used techniques to characterize ingredients and detect possible adulterants. Therefore, the objective of this research was the characterization of the functional groups by (FT-IR) of four flour samples: corn starch, cassava starch, wheat flour with and without sweetener. Spectra were obtained in duplicate, the analysis consisted of placing an adequate amount of each of the samples on the diamond crystal, after all the uptake spectra obtained in this study, they were recorded in the spectral region of 600 to 4000 cm^{-1} , with a resolution of 4 cm^{-1} and averaging 8 scans. The results obtained were analyzed in OriginPro test version to normalize the data and obtain the spectra, it was determined that the flour samples were not

adulterated, which are composed of carbohydrates because the spectra show molecular vibrations in the region of 4000 to the 500 cm^{-1} , however, at the wavelength of 3281 cm^{-1} , is found in common with all spectra. The intense peak in the wavelength of 1000 cm^{-1} corresponds to a stretching vibration of the CO bond as a consequence of the large amount of starch, amylose and amylopectin contained in the flours, when elucidating the spectral graph there was similarity in the chemical composition of wheat flour, corn starch and cassava starch.

Keywords: Spectra, functional groups, flours

INTRODUCCIÓN.

La característica básica de los almidones nativos de diferentes especies vegetales consiste en que sus propiedades fisicoquímicas y funcionales se verán afectadas por su estructura granular y molecular (Contreras & Rodríguez, 2019; Vélez, et al., 2018; Umaña y Gallardo, 2013). Sin embargo, debido a la complejidad inherente de los alimentos, existen muchas técnicas instrumentales que son empleadas para analizar la composición de estos, como los métodos cromatográficos, sin embargo, son costosos, consumen demasiado tiempo y se necesita alta mano de obra. Por tanto, se encuentran los métodos analíticos que son más sencillos y rápidos para evaluar la

composición de los alimentos, como las técnicas espectroscópicas, como FT-IR. (Morrison & Boyd, 1998). Estos métodos se usan para el análisis de alimentos porque tienen múltiples ventajas requieren poca o ninguna preparación de las muestras, permiten un análisis rápido en línea. (Resende, et al., 2020).

Una de las técnicas de toma de huellas dactilares más empleadas para caracterizar los ingredientes alimentarios y detectar posibles adulterantes es la espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier (FT-IR), esta técnica es rápida, no destructiva y se considera como un método analítico

verde. (Pallone, et al., 2018; Anguebes, et al., 2016).

Las unidades estructurales, incluidos los grupos funcionales, vibran de modos característicos, y esta sensibilidad a las vibraciones de grupos es la base de la espectroscopia IR. Entre las formas de respuesta de una molécula a la absorción de energía, están los movimientos vibraciones como estiramiento y acortamiento de los enlaces y apertura y cierre (flexión) de los ángulos de enlace (Carey & Giuliano, 2014).

La figura 1 muestra resumidamente respecto a donde se puede encontrar absorciones IR para diversas unidades estructurales. Usualmente se pone énfasis en las señales que se encuentran en el intervalo de $4000 - 1600 \text{ cm}^{-1}$, porque esta es la región donde se encuentran las vibraciones características de grupos funcionales especificados. La región de $1500 - 500 \text{ cm}^{-1}$ se conoce como la región de las huellas digitales, ya que, es aquí donde el patrón de señales varía más entre compuesto y compuesto (Carey & Giuliano, 2014).

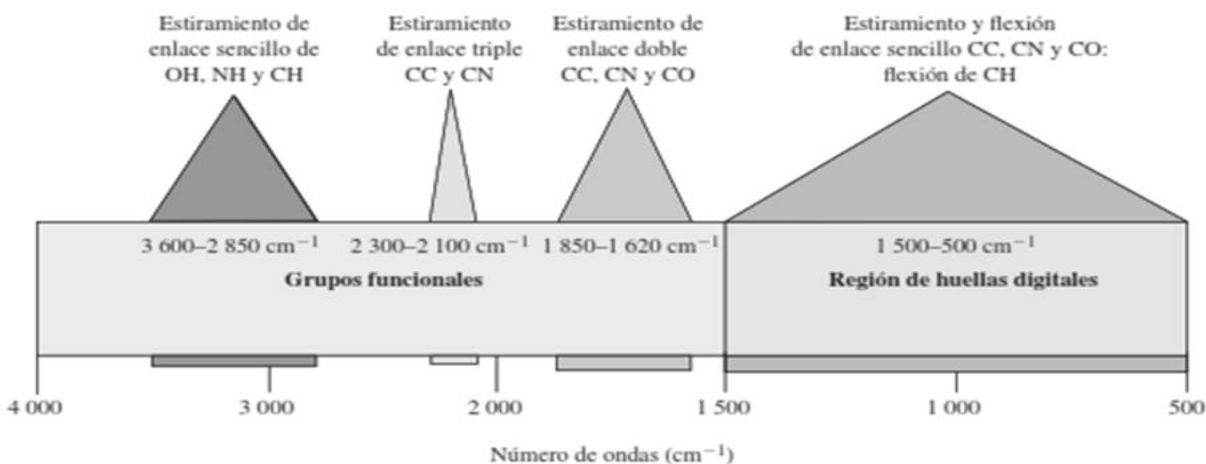


Figura 1. Esquema resumido de las regiones y los grupos funcionales que se pueden encontrar en el espectro IR. (Carey & Giuliano, 2014).

La técnica de espectroscopia infrarroja de Transformada de Fourier, es una herramienta que permite evidenciar la

presencia o ausencia de grupos funcionales en una muestra específica. El espectrofotómetro consiste en la emisión de

una luz infrarroja que se hace pasar a través de una muestra, la cual va adsorber algunas longitudes de onda y va permitir que las demás pasen y sean leídas por el detector. A las ondas recibidas se les aplica la transformada de Fourier obteniendo un espectro de resultados, de tal forma que los grupos funcionales son identificados fácilmente ya que cada uno de ellos

METODOLOGÍA.

Inicialmente se encendió el espectrómetro FT-IR marca Shimadzu, modelo Prestige-21 del laboratorio de investigación en alimentos de la Universidad de Pamplona, se obtuvieron espectros por duplicado de cada muestra usando el micro muestreador ATR. El análisis consistió en colocar una cantidad adecuada de cada una de las muestras de harinas (fécula de maíz, almidón de trigo, harina de trigo con y sin edulcorante) sobre el cristal de diamante para cubrir completamente la superficie de este y luego, se bajó suavemente la perilla de aplicación de presión sobre la sustancia depositada hasta que estuviese apretado

absorbe una longitud de onda diferente (Rodríguez, 2011). El objetivo general de esta investigación se centra en el análisis espectral de tres muestras diferentes de harina por espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier, para obtener una visión general y cualitativa de la composición química a través de los grupos funcionales presentes en estos alimentos.

contra el cristal, cuidando de no agrietarlo. Entre cada análisis realizado, el accesorio ATR fue limpiado con varias porciones de etanol y posteriormente se secó con papel absorbente para reducir las interferencias espectrales en cada medición. Finalmente, todos los espectros de absorción obtenidos en este estudio, se registraron en la región espectral de 600 a 4000 cm^{-1} , con una resolución de 4 cm^{-1} y haciendo un promedio de 8 exploraciones. Los resultados obtenidos fueron recopilados, y se analizaron en OriginPro versión de prueba para normalizar los datos y obtener los espectros.

RESULTADOS

Y

DISCUSIÓN.

Se obtuvieron los espectros de infrarrojo por transformada de Fourier de 8 muestras de harina de diferente materia prima, harina de trigo con y sin edulcorante, fécula de maíz y almidón de yuca, como se observa en las figuras 2 a la figura 9.

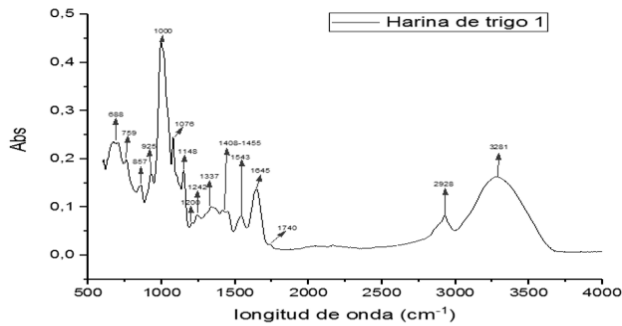


Figura 2. Espectro IR de la muestra 1 de harina de trigo

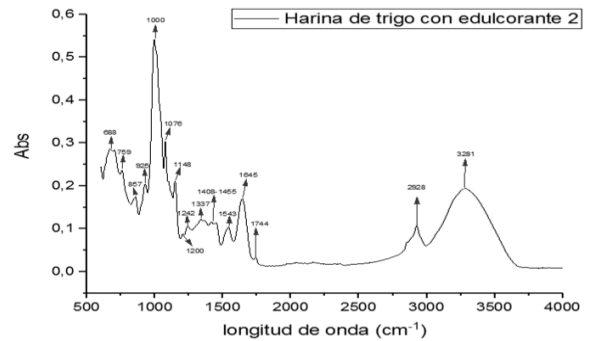


Figura 5. Espectro IR de la muestra de harina de trigo con edulcorante 2.

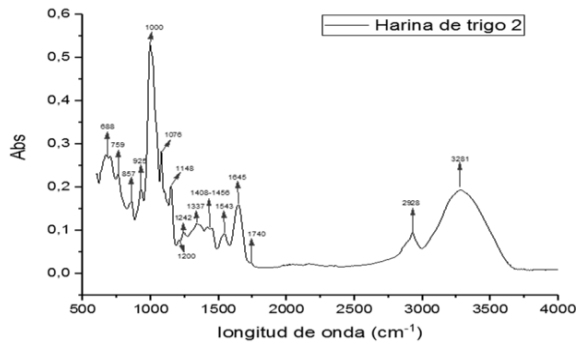


Figura 3. Espectro IR de la muestra 2 de harina de trigo.

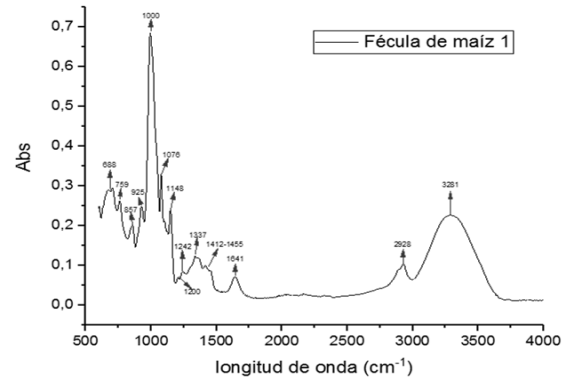


Figura 6. Espectro IR de la muestra de fécula de maíz 1.

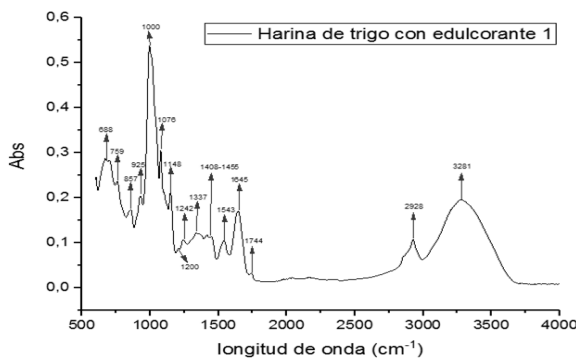


Figura 4. Espectro IR de la muestra de harina de trigo con edulcorante 1.

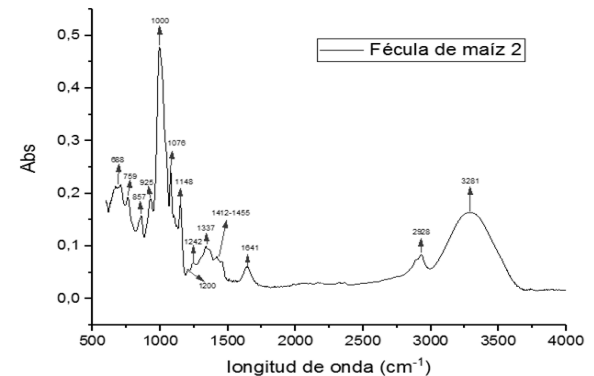


Figura 7. Espectro IR de la muestra de fécula de maíz 2.

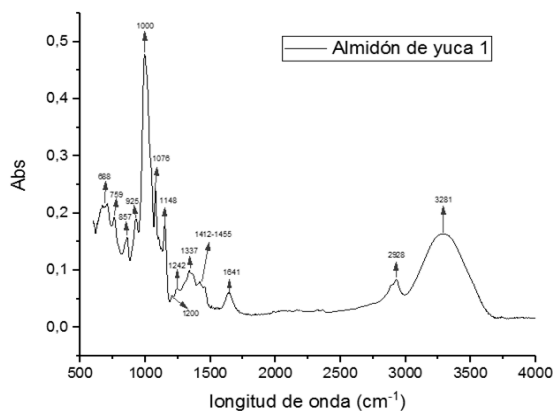


Figura 8. Espectro IR de la muestra de almidón de yuca 1.

En los espectros de infrarrojo correspondientes a las figuras 2 - 9, se muestran vibraciones moleculares en la región de los 4000 a los 500 cm^{-1} , estas son las vibraciones moleculares encontradas:

En la longitud de onda de 3281 cm^{-1} , se observa en común con todos los espectros, la vibración de estiramiento del enlace -O-H característico de los puentes de hidrogeno del agua; en los 2928 cm^{-1} , están las vibraciones de estiramiento asimétrico del enlace C-H de las cadenas hidrocarbonadas de lípidos, carbohidratos y quizás los radicales proteicos; en la región de 1740-1744 cm^{-1} se evidencia una vibración minúscula de estiramiento del enlace carbonilo C=O, presente en el grupo ácido de las proteínas (glutenina) y los lípidos en

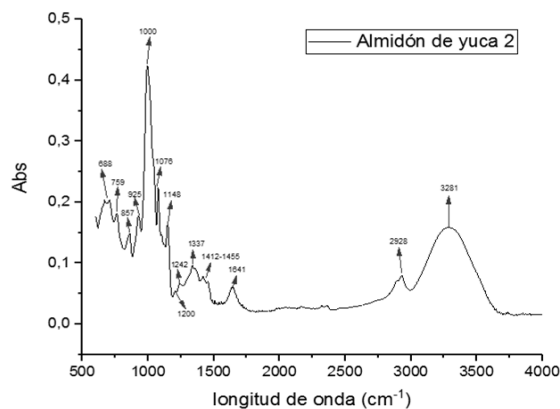


Figura 9. Espectro IR de la muestra de almidón de yuca 2.

la harina de trigo (figura 2 al 5), El comportamiento observado en los espectros, es consistente con la identificación molecular del almidón nativo propuesta por (Salcedo et al., 2016), que analizó cualitativa y cuantitativamente los almidones de diferentes variedades de batata, y mostró los picos más relevantes entre 3900 y 1087 cm^{-1} , indicando que la presencia de grupos OH, CH y CO se mantiene igual que en la yuca y el ñame. La similitud de la harina está presente en el rango de longitud de onda entre 500 cm^{-1} y 4000 cm^{-1} , y los picos característicos están entre 3000-3900 cm^{-1} y 1087 cm^{-1} (Figuroa et al., 2016; Salcedo et al., 2016).

Las figuras 6 al 9 correspondientes a los espectros de las muestras de fécula de

maíz y almidón de yuca, no presentan esta absorción, dado que, en su mayoría son mezclas de carbohidratos; la absorción de $1641-1645\text{ cm}^{-1}$ refleja un pico intenso y ancho del estiramiento H-O-H particular del agua presente. Este pico disminuye en intensidad en las figuras 6 al 9, dado que poseen un menor porcentaje de agua en su estructura; el pico en la longitud de onda de 1543 cm^{-1} está asociado con las vibraciones de bandeo del enlace N-H (60%) y estiramiento del enlace C-N (40%) perteneciente a los grupos proteicos como la glutenina en el trigo, cosa que no aparece en las figuras 6 a la 9, ya que, estos almidones no poseen una cantidad de proteína significativa; en cuanto a la región de la huella dactilar espectral, donde encontramos las vibraciones de flexión de los enlaces C-H y C-C de las cadenas hidrocarbonadas de los lípidos, carbohidratos y proteínas como globulina, prolamina, la glutenina, entre otras, en la región de absorción de $1408-1455\text{ cm}^{-1}$; la región de $1200-1337\text{ cm}^{-1}$ está asociada a los movimientos vibracionales de alargamiento o estiramiento del enlace C-O de ésteres (lípidos). En esta región también pueden presentarse solapadas las flexiones del $-\text{CH}_3$ y la vibración de tijera del metileno $-\text{CH}_2$ de las moléculas lipídicas; la región

entre la longitud de onda de $857-1148\text{ cm}^{-1}$ se asocia a una combinación de vibraciones de los enlaces C-O (estiramiento), C-H (balanceo) y C-O-C (estiramiento y balanceo) correspondientes a las biomoléculas lipídicas y carbohidratadas, principalmente cuando se encuentran en polvo como las muestras de harina en cuestión; el pico intenso en la longitud de onda de 1000 cm^{-1} corresponde a una vibración de estiramiento del enlace C-O, consecuencia de la gran cantidad de almidón, amilosa y amilopectina que contienen las harinas; a los 759 cm^{-1} encontramos la absorbancia asociada a las vibraciones de balanceo del enlace C-H. Por otra parte el almidón nativo de malanga se observaron señales a números de onda en la región espectral de $1159, 1082, 1014\text{ cm}^{-1}$, que son atribuidas a los estiramientos de los enlaces C-O, también se reporta las vibraciones de los enlaces C-H de los grupos de metilo que corresponde a la señal observada a 2923 cm^{-1} y la banda amplia que aparece a 3421 cm^{-1} es consecuencia de los estiramientos que presentan los enlaces H-O de los grupos hidroxilos presentes en la molécula de almidón (Torres et., al 2015).

Sin embargo, el espectro FT-IR de la harina de maíz cruda exhibió una banda ancha entre 3400 y 3650 cm^{-1} que se atribuyó a la vibración de estiramiento O-H del agua unida a hidroxilo. La banda ancha a 1745 cm^{-1} se atribuye comúnmente al estiramiento de C - O (Santiago-Ramos et al. 2018; Santiago-Ramos et al., 2017). La región entre 600 y 1200 cm^{-1} se considera la región de huellas dactilares, y hubo varias absorbancias discernibles a 705 , 856 , 933 , 1079 y 1152 cm^{-1} , que están relacionadas con el almidón nativo y atribuidas a C - H y C - O, característico del anillo de anhidroglucosa (Cornejo-Villegas, Rincón-Londoño, Del Real-López y Rodríguez-García, 2018).

Por último, se observa la vibración de flexión del enlace N-H de los grupos amina y amida de las proteínas, picos no muy intensos dado la poca cantidad de esta en las harinas. A si mismo se encontró una señal en el intervalo de $1240-990\text{ cm}^{-1}$ que son características del estiramiento C-O del

grupo éster en la estructura C-O-C y en C-OH del anillo glicosídico de los gránulos de almidón presentes en la harina de avena, identificando las vibraciones típicas de los hidratos de carbono (Flores et al., 2014). También en la harina y almidón de quinua, se realizó un análisis vibracional por espectroscopia FTIR, se encontraron los grupos característicos de los polímeros; compuesto principalmente por: grupos -CH-, -CH₂-, C-OH y -OH se identificaron en la región espectral de 2915 , 2850 , 998 y 855 cm^{-1} , de igual manera, mostraron una banda de señal a 1237 cm^{-1} (modos vibracionales de C - N), asociada a los aminoácidos (Contreras-Jiménez, et al., 2019).

Así mismo, en la figura 10, se logra dilucidar la gráfica espectral de todas las muestras de harina relacionadas en esta investigación, donde se puede ver de forma general y cualitativa, la semejanza en la composición química de la harina de trigo, la fécula de maíz y el almidón de yuca.

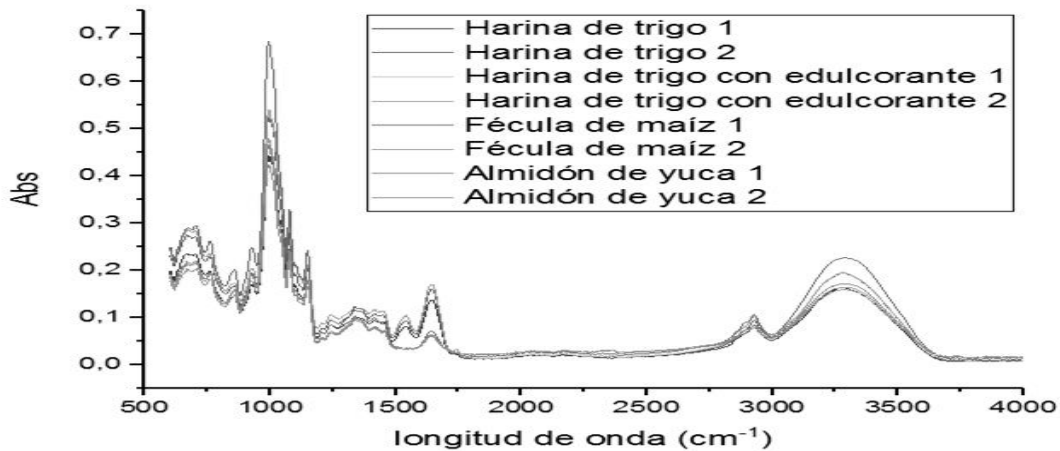


Figura 10. Espectro IR acumulado de todas las muestras en cuestión.

CONCLUSIONES.

Se implementó la espectroscopia infrarroja como una técnica viable y rápida para identificar los grupos funcionales presentes en las muestras de harina. Los resultados obtenidos afirman que existe cierta semejanza en la composición química de la harina de trigo, la fécula de maíz y el almidón de yuca, así mismo se observó que el pico intenso en la longitud de onda de 1000 cm^{-1} corresponde a una vibración de estiramiento del enlace C-O, consecuencia de la gran cantidad de almidón, amilosa y amilopectina que contienen las harinas; por último, se puede ver que la vibración de flexión del enlace N-H de los grupos amina y amida de las proteínas, picos no muy intensos dado a la pequeña cantidad que estas poseen en las harinas.

Por otra parte, las muestras de trigo que tenían edulcorante, no mostraban diferencia alguna en el espectro, dado que el edulcorante era agua y un carbohidrato, cosa que se veía presente en todas las muestras. Con el pico ancho en la región de 3281 cm^{-1} y el pico intenso agudo en la región de 1000 cm^{-1} .

El análisis de las muestras de estas harinas por FT-IR, permitió también identificar diferencias en las bandas de absorción, debido a que en la región de $1740\text{-}1744\text{ cm}^{-1}$ se observó una vibración minúscula de estiramiento del enlace carbonilo, presente en el grupo ácido de las proteínas y los lípidos en la harina de trigo. Caso contrario sucede con los espectros de las muestras

de fécula de maíz y almidón de yuca, ya que estos, no presentan la absorción, dado que, en su mayoría son mezclas de carbohidratos; la absorción de 1641-1645 cm^{-1} refleja un pico intenso y ancho del estiramiento H-O-H, particular del agua

presente; el pico en la longitud de onda de 1543 cm^{-1} está asociado a los grupos proteicos como la glutenina en la harina de trigo, y no aparece en las otras harinas, ya que, estos almidones no poseen una cantidad de proteína significativa.

REFERENCIAS

BIBLIOGRAFICAS.

Anguebes, F., Pat, L., Ali, B., Guerrero, A., Córdova, A. V., Abatal, M., & Garduza, J. P. *Application of Multivariable Analysis and FTIR-ATR Spectroscopy to the Prediction of Properties in Campeche Honey*. (2016). *Journal of Analytical Methods in Chemistry*. 1(14): <https://doi.org/10.1155/2016/5427526>.

Contreras, B., Torres, O., & Rodríguez, M. *Physicochemical characterization of quinoa (*Chenopodium quinoa*) flour and isolated starch*. (2019). *Food Chemistry*. 298: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.124982>

Carey & Giuliano. (2014). *Química Orgánica. Introducción a la espectroscopia de infrarrojo*. Novena Edición. España: Mc Graw Hill Education, .P 545-548.

Cornejo, V., Rincón, A., Del Real, ME., Rodríguez, G. (2018). *El efecto de los iones Ca^{2+} sobre las propiedades de pegado, morfológicas, estructurales, vibracionales y mecánicas del sistema almidón de maíz-agua*. *Journal of Cereal Ciencia*. P 174 - 182.

Morrison & Boyd. *Espectro infrarrojo*. (1998). Quinta Edición. España: Pearson Addison Wesley, P 564- 566.

Pallone, J.A.L., Carames, E.T.S., Alamar, P.D. (2018). *Green analytical chemistry applied in food análisis: alternative techniques*. P 115-121.

Rodríguez, M. (2011) *Caracterización de la harina de yuca y su influencia en las propiedades mecánicas de la mezcla TPS-PLA*. Bogotá, Colombia: Universidad de los Andes.

- Flores, F., Lozano, F. Y., Ramos, A., Salgado, R., Guerrero, V. M., Ramírez, S., Bello, L.A. & Zamudio, P. B. (2014). *Caracterización fisicoquímica, reológica y funcional de harina de avena (Avena sativa L. cv Bachíniva) cultivada en la región de Cuauhtémoc*. Octava edición. Chihuahua. Tecnociencias. P 152-162.
- Santiago-Ramos, D., Figueroa-Cárdenas, J. de D., Véles-Medina, J. J., & Mariscal-Moreno, R. M. *Changes in the thermal and structural properties of maize starch during nixtamalization and tortilla-making processes as affected by grain hardness*. (2017). Journal of Cereal Science. 74: P 72–78.
<https://doi.org/10.1016/j.jcs.2017.01.018>.
- Santiago-Ramos, D., Figueroa-Cárdenas, J. de D., & Véles-Medina, J. J. *Viscoelastic behaviour of masa from corn flours obtained by nixtamalization with different calcium sources*. (2018). Food Chemistry, 248: Pp.21–28.
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.12.041>
- Salcedo, J., Hernández, E., Cervera, M. & Buelvas, J. *Evaluación de ocho clones de batata (Ipomoea batatas L.) para determinar su uso agroindustrial*. (2016). Revista Udca. 1: 9-24.
- Umaña, J., Lopera, S. & Gallardo, C. *Caracterización de harinas alternativas de origen vegetal con potencial aplicación en la formulación*. (2013). Alimentos Hoy, 22(29). P33-46.
<http://www.alimentoshoy.acta.org.co/index.php/hoy/article/view/230/223>.
- Vélez, M., Jiménez, L. C., & Yepes, X. *Evaluación de las proporciones de almidón de yuca y emulsificantes para el mejoramiento textural de una torta libre de gluten*. (2018). ACI Avances En Ciencias E Ingenierías, 10(1).
<https://doi.org/10.18272/aci.v10i1.483>