

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA

ESCOLA TÈCNICA SUPERIOR D'ENGINYERIA AGRONÒMICA I DEL MEDI
NATURAL

***SELECCIÓN DE LA TEMPERATURA DE SECADO MÁS
ADECUADA Y EFECTO DEL TRITURADO Y
ALMACENAMIENTO SOBRE LAS PROPIEDADES FÍSICO-
QUÍMICAS Y FUNCIONALES DE UN POLVO DE BAGAZO DE
ARÁNDANO OBTENIDO MEDIANTE SECADO POR AIRE
CALIENTE***

TRABAJO FIN DE GRADO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE LOS
ALIMENTOS

ALUMNA: Dña. MARINA MELCHOR GARRIDO

TUTORA: Dña. NOELIA BETORET VALLS

COTUTORA: Dña. LUCÍA SEGUÍ GIL

DIRECTORA EXPERIMENTAL: Dña. LAURA CALABUIG JIMÉNEZ

Curso Académico: 2017-2018

Valencia, Junio 2018



RESUMEN

La reutilización de residuos generados por la industria agroalimentaria incluye el aprovechamiento de la piel y las semillas de muchas frutas y hortalizas, que son materia prima muy rica en compuestos bioactivos. Los arándanos son unos frutos rojos muy populares ricos en antocianinas, ácidos fenólicos y flavonoides. Alrededor del 15% de la producción de estos frutos es destinada al procesado, generando así un subproducto con características muy interesantes para la industria. Por otro lado, el mercado de productos deshidratados como los polvos de fruta se ha incrementado ya que se pueden utilizar como ingredientes en la industria de bebidas, aditivos para alimentos procesados, agentes saborizantes o también como colorantes naturales. Así pues, la obtención de polvo de arándano procedente del subproducto generado tras su procesado plantea muchos beneficios tanto a nivel económico como a nivel medioambiental y de salud.

El presente trabajo consta de dos objetivos: determinar la temperatura de secado más apropiada para la obtención de un polvo de arándano con propiedades funcionales y estudiar la evolución con el tiempo de las características del polvo obtenido. Para ello, se elaboró zumo de arándano y se obtuvo el bagazo fresco, que fue caracterizado en términos de actividad de agua, humedad, sólidos solubles, color y antioxidantes y posteriormente secado a dos temperaturas diferentes, 60 y 70 °C, hasta alcanzar una actividad de agua menor a 0,3. Una vez decidida la temperatura de secado, el bagazo seco a dicha temperatura se trituró en dos condiciones diferentes con la finalidad de obtener dos granulometrías del polvo que se almacenaron durante veinte semanas en bolsas opacas e impermeables en una cámara con humedad relativa controlada. Ambas granulometrías del polvo de arándano se caracterizaron en términos de actividad de agua, humedad, color, sólidos solubles, tamaño de partícula, fibra y antioxidantes cada cuatro semanas de su almacenamiento (exceptuando el tamaño de partícula, la fibra y los sólidos solubles que tan solo se midieron al inicio del mismo).

Los resultados del presente trabajo sugieren que todo y que la temperatura de secado afecta la actividad antioxidante, el aumento de 60 a 70 °C no tiene un efecto de deterioro de la misma lo suficientemente relevante. Los resultados también sugieren que la combinación del proceso de secado seguido de un triturado da como resultado un polvo de arándano que, independientemente de su granulometría, es muy estable en el tiempo.

Palabras clave: residuos, subproductos, bagazo, arándano, fruta, secado por aire caliente, antioxidantes, almacenamiento.

ABSTRACT

The re-use of the organic waste generated by the food industry includes the utilization of the peel and seeds of numerous fruits and vegetables known of being very rich raw material in bioactive compounds. Blueberries are very popular soft berries rich in anthocyanines, phenolic acids and flavonoids. Around 15% of the production of these fruits is destined to processing, generating thus such an interesting by-product for the industry. At the same time, the dehydrated products market such as food powders has increased since they can be used as ingredients in the beverage industry, additives for processed foods, flavouring agents or natural dyes. Therefore, obtaining blueberry powder from by-products generated after its processing has a lot of benefits which are not only for the economy but also for the environment and health.

The present study has two objectives: to establish the most appropriate drying temperature for obtaining a blueberry powder with functional properties and to study the evolution throughout time of the characteristics of this powder. Blueberry juice was produced in order to obtain fresh pomace, which was characterized in terms of activity water, moisture, water-soluble solids, color and antioxidants and was later dried at two different temperatures, 60 and 70 °C, until an activity water lower than 0,3 was reached. Once the drying temperature decided, the pomace dried at that temperature was grinded under two different conditions with the purpose of obtaining two grain size of the powder which were stored away during twenty weeks in opaque and waterproof bags in a relative humidity controlled chamber. Both grain sizes of the blueberry powder were characterized in terms of activity water, moisture, color, water-soluble solids, particle size, fiber and antioxidants every four weeks of their storage (excluding the particle size, the fiber and the water-soluble solids which were only obtained at the beginning of the storage).

The results of the present work suggest that even though the drying temperature affects the antioxidant activity, the increase from 60 to 70 °C does not have a loss of antioxidant activity relevant enough. The results also suggest that the combination of the drying process with grinding results in a blueberry powder which, regardless of its grain size, is very stable in time.

Keywords: waste, by-product, pomace, blueberry, fruit, hot air drying, antioxidants, storage.

ÍNDICE GENERAL

1. INTRODUCCIÓN.....	1
2. OBJETIVOS Y PLAN DE TRABAJO	3
3. MATERIAL Y MÉTODOS.....	4
3.1. Materia prima	4
3.2. Obtención del bagazo fresco	4
3.3. Obtención del bagazo seco	5
3.4. Obtención del polvo de arándano	5
3.5. Almacenamiento del polvo de arándano.....	5
3.6. Determinaciones experimentales	5
3.6.1. Humedad (x_w)	5
3.6.2. Actividad de agua (a_w)	6
3.6.3. Sólidos solubles (x_{ss})	6
3.6.4. Contenido en fibra	6
3.6.5. Propiedades antioxidantes.....	6
3.6.6. Propiedades ópticas (color)	9
3.6.7. Tamaño de partícula	9
3.6.8. Isothermas.....	10
3.6.9. Análisis estadístico.....	12
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	12
4.1. Determinación de la temperatura de secado más adecuada	12
4.2. Caracterización del polvo de arándano seco	16
4.2.1. Propiedades físico-químicas del polvo. Efecto del triturado	16
4.2.2. Isothermas.....	22
4.3. Evolución de las propiedades del polvo de arándano durante el almacenamiento	25
5. CONCLUSIONES	28
6. BIBLIOGRAFÍA.....	29

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Actividades de agua relativas de las sales saturadas a 20 °C	11
Tabla 2. Caracterización en términos de actividad de agua (a_w), humedad (x_w) (g agua/g muestra) y sólidos solubles (x_{ss}) (g sólidos solubles/g muestra) del bagazo fresco (BF) y seco a 60 y 70 °C (B60 °C y B70 °C). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones	13
Tabla 3. Coordenadas CIEL*a*b*, pureza de color (croma o saturación, C), tono (ángulo de matiz, h) y diferencia global de color (ΔE) respecto al bagazo fresco del bagazo fresco (BF) y de los secos a 60 y 70 °C (B60 °C y B70 °C). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.....	14
Tabla 4. Contenido en fenoles totales (mg GAE/100 g de materia seca) y antocianinas monoméricas (mg glucósido-3-cianidina/100 g de materia seca) del bagazo fresco (BF) y los secos a 60 y 70 °C (B60 °C y B70 °C). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.....	15
Tabla 5. Capacidad antioxidante por los métodos del DPPH (mg TE/100 g materia seca) y ABTS (mg TE/100 g materia seca) del bagazo fresco (BF) y los secos a 60 y 70 °C (B60 °C y B70 °C). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.....	15
Tabla 6. Caracterización en términos de actividad de agua (a_w), humedad (x_w) (g agua/g muestra) y sólidos solubles (x_{ss}) (g sólidos solubles/g muestra) del bagazo seco a 70 °C (B70 °C), del polvo de arándano grueso (PG) y del fino (PF) y. Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.....	17
Tabla 7. Contenido en hemicelulosa o fibra dietética soluble, celulosa y lignina junto a los valores de fibra total y fibra insoluble del polvo de arándano grueso (PG) y del fino (PF). Porcentaje en base seca. Media \pm desviación estándar	18
Tabla 8. Coordenadas CIEL*a*b*, pureza de color (croma o saturación, C), tono (ángulo de matiz, h) y diferencia global de color (ΔE) respecto al bagazo seco a 70 °C del bagazo seco a 70 °C, del polvo de arándano grueso (PG) y del fino (PF). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.....	19
Tabla 9. Valores de los parámetros del tamaño de partícula por vía seca y húmeda del polvo grueso (PG) y del polvo fino (PF). Media \pm desviación estándar.....	20
Tabla 10. Contenido en fenoles totales (mg GAE/100 g materia seca) y antocianinas monoméricas (mg glucósido-3-cianidina/100 g materia seca) del bagazo seco a 70 °C (B70 °C) y de los polvos de arándano grueso (PG) y fino (PF). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.....	21

Tabla 11. Capacidad antioxidante determinada por los métodos del DPPH (mg TE/100 g materia seca) y ABTS (mg TE/100 g materia seca) del bagazo seco a 70 °C (B70 °C) y de los polvos de arándano grueso (PG) y fino (PF). Media ± desviación estándar de tres repeticiones	21
Tabla 12. Parámetros W_0 , C y K del modelo de BET y GAB y valor de R^2 de ambas granulometrías de arándano, polvo grueso (PG) y polvo fino (PF)	25
Tabla 13. Evolución durante el almacenamiento durante 20 semanas de la actividad de agua (a_w) y humedad (x_w) (g agua/g muestra) del polvo de arándano grueso (PG) y del fino (PF). Media ± desviación estándar de tres repeticiones.....	25
Tabla 14. Evolución durante el almacenamiento de fenoles totales (mg GAE/100 g materia seca) y antocianinas monoméricas (mg glucósido-3-cianidina/100 g materia seca) del polvo de arándano grueso (PG) y del polvo de arándano fino (PF). Media ± desviación estándar de tres repeticiones.....	26
Tabla 15. Evolución durante el almacenamiento de la actividad antioxidante medida mediante el método del DPPH (mg TE/100 g materia seca) y ABTS (mg TE/100 g materia seca) de los polvos de arándano grueso (PG) y fino (PF). Resultados expresados mediante media ± desviación estándar de tres repeticiones	27
Tabla 16. Coordenadas CIEL*a*b*, pureza de color (croma o saturación, C), tono (ángulo de matiz, h) y diferencia global de color (ΔE) respecto a la semana 0 de almacenamiento del polvo de arándano grueso (PG). Media ± desviación estándar de tres repeticiones	28
Tabla 17. Coordenadas CIEL*a*b*, pureza de color (croma o saturación, C), tono (ángulo de matiz, h) y diferencia global de color (ΔE) respecto a la semana 0 de almacenamiento del polvo de arándano fino (PF). Media ± desviación estándar de tres repeticiones	28

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Coordenadas L*a*b* del bagazo fresco y de los secos a 60 y 70 °C	14
Figura 2. Distribución de tamaño de partícula obtenida por vía seca y por vía húmeda para las dos granulometrías, el polvo grueso y el fino.....	20
Figura 3. Isoterma de sorción a 20 °C para los polvos de arándano a las dos granulometrías ensayadas, la gruesa y la fina.....	23
Figura 4. Resultados experimentales de las isotermas de sorción de los polvos de arándano grueso y fino y los respectivos ajustes según el modelo de BET	24

Figura 5. Resultados experimentales de las isothermas de sorción de los polvos de arándano grueso y fino y los respectivos ajustes según el modelo de GAB 24

1. INTRODUCCIÓN

Los fitoquímicos, como son los compuestos fenólicos y los carotenoides y la fibra dietética, están adquiriendo un gran interés debido a sus propiedades antioxidantes, anti cancerígenas, anti mutagénicas y otras relacionadas directamente con una mejora de la salud (Vattem *et al.*, 2004). Concretamente, los antioxidantes tienen un papel muy importante en los alimentos y en el cuerpo humano, ya que contrarrestan procesos de oxidación y previenen enfermedades crónicas relacionadas con el estrés oxidativo.

Actualmente, en la industria alimentaria se ha restringido el uso de antioxidantes sintéticos por su posible efecto tóxico y/o cancerígeno. En los últimos años ha habido un incremento muy notable en investigaciones dirigidas al aprovechamiento y/o extracción de antioxidantes naturales procedentes de fuentes económicas y residuales generadas por la industria agroalimentaria (Ajila *et al.*, 2010; Cömert y Gökmen, 2018).

De forma paralela, durante las últimas dos décadas, una de las directrices más importantes en el campo de la investigación y el desarrollo agroalimentario ha sido el problema del exceso de residuos generado por las industrias alimentarias. Se ha planteado la posibilidad de la reutilización de los mismos no tan solo para pienso animal o fertilización orgánica sino también como materia prima de nuevos productos alimentarios (Redcorn, 2018).

Según la FAO (2013), cada año se desperdician alrededor de 1,3 billones de toneladas de comida, lo que supone un tercio del total de la producción de la industria alimentaria. Por lo que respecta a las frutas y hortalizas la cifra asciende a 0,5 billones de toneladas. Además, el 25% de las pérdidas en frutas y hortalizas en los países en desarrollo se debe al procesado de las mismas (Ferreira *et al.*, 2015).

El procesado de frutas generalmente implica la separación de la parte valiosa de dicha fruta de subproductos tales como la piel o las semillas que en algunos casos pueden representar un volumen superior al de la parte aprovechada. Al mismo tiempo, diferentes estudios demuestran que pieles y cáscaras de las frutas son muy ricas en compuestos bioactivos de interés para la industria alimentaria (Ayala-Zavala *et al.*, 2011).

Los arándanos (*Vaccinium corymbosum* L.) son unos de los frutos rojos más populares y se cultivan principalmente en los Estados Unidos, Chile y Canadá, siendo Estados Unidos el principal productor, consumidor, exportador e importador de arándanos del mundo. En la Unión Europea, las mayores producciones de arándano se encuentran en Alemania, Polonia y España (García, 2010; Forbes *et al.*, 2009).

En España, la mayor producción de arándanos se encuentra en Andalucía, concretamente en Huelva, donde el pasado año 2017 se cultivaron 2.983 hectáreas

que dieron una producción de 34.077 toneladas de arándanos. Esta cifra representó el 96,54% de la producción total española (MINISTERIO DE AGRICULTURA Y PESCA, 2017).

Mundialmente, el 80% de la producción de arándano se destina al consumo en fresco, el 15% es industrializado para la elaboración de zumos, postres, tortas, mermeladas, etc, y el 5% restante se destina a otros usos (Forbes *et al.*, 2009).

Muchos estudios han demostrado que este tipo de fruto es rico en antocianinas, ácidos fenólicos y flavonoides. Las antocianinas, que son las responsables del color, son glucósidos de las antocinidinas, y éstas últimas son los componentes principales de los arándanos. Entre las antocinidinas destacan la cyanidina, malvidina, peonidina y delphinidina de las cuales la cyanidina es la más abundante en el fruto. Por lo que respecta a los flavonoides, los mayoritarios en el fruto son la quercetina, myricetina y el kaempferol (Wang *et al.*, 2017; Mainland y Tucker, 2002; Pino-Pinto, 2007).

Aunque en los arándanos las antocianinas y los flavonoides están localizados tanto en la piel como en la pulpa, el contenido en la piel de estos compuestos puede llegar a ser 4 veces mayor que el de la pulpa. Esto hace que el subproducto de arándano sea realmente interesante para su uso como ingrediente en nuevos alimentos (Pino-Pinto, 2007).

Las antocianinas de los arándanos contribuyen a la elevada capacidad antioxidante de esta fruta. Sin embargo, sus propiedades beneficiosas pueden reducirse en gran medida si se someten a temperaturas elevadas durante largos periodos de tiempo (Somsong *et al.*, 2010; Zielinska y Michalska, 2016).

Por otra parte, el mercado de las frutas y hortalizas deshidratadas ha experimentado un incremento muy pronunciado (del 3,3%) a nivel mundial (Karam *et al.*, 2016). Dentro de este tipo de productos se incluyen los polvos de frutas y hortalizas, usados como ingredientes en la industria de bebidas, aditivos para alimentos procesados, agentes saborizantes o también como colorantes naturales (Karam *et al.*, 2016). Un ejemplo de ingrediente procedente de subproducto de fruta es el obtenido por Singh-Oberoi y Singh-Sogi (2017), que secaron el subproducto resultante del procesado de la sandía por aire caliente. Un estudio reciente ha demostrado que el secado por aire caliente y posterior triturado del subproducto de la grosella negra da como resultado un polvo que se puede utilizar como un sustituto de colorante en comidas instantáneas (Michalska *et al.*, 2017).

La calidad del polvo procedente de frutas u hortalizas depende en gran medida de las condiciones en las que se lleven a cabo las operaciones de deshidratación y molienda así como también de la composición, las propiedades físico-químicas de la materia prima y del sistema de producción (tradicional o ecológico). La temperatura del proceso, la presencia o no de oxígeno y el tamaño de partícula son decisivos en la calidad del producto final.

El secado por aire caliente (SAC) es la técnica más económica y más aplicada en la industria alimentaria aun requiriendo tiempos largos de secado y aire a temperatura elevada. En este tipo de secado, el aire caliente, con una humedad relativa baja, entra en contacto con la superficie mojada del material húmedo, produciéndose una transferencia de energía y materia entre el sólido y el aire. Conforme el secado avanza, el agua migrará hacia la superficie del material donde será transferida al aire. El transporte del agua en el alimento sólido tendrá lugar mediante difusión líquida o de vapor.

Los productos que se han secado mediante aire caliente se diferencian de los que se han obtenido por otros métodos de secado, como la liofilización, por tener muy poca porosidad y una densidad aparente altamente elevada.

Es importante destacar que el comportamiento y propiedades de los alimentos durante y al final del secado dependen tanto de las condiciones externas, como la temperatura, la presión, la humedad relativa y la velocidad del aire, como de las condiciones internas que van cambiando a lo largo de la operación. También la composición del alimento, la humedad, el espesor y la geometría, la estructura inicial, la difusividad del agua y su estado físico (vítreo o gomoso) influyen en el resultado final (Karam *et al.*, 2016).

2. OBJETIVOS Y PLAN DE TRABAJO

En el presente Trabajo Final de Grado se plantean dos objetivos: la determinación de la temperatura de secado más adecuada para la obtención de un polvo de arándano con propiedades funcionales procedente del subproducto obtenido en la elaboración de zumo, y la determinación de la evolución durante el almacenamiento a lo largo de 20 semanas de las propiedades físico-químicas y funcionales del polvo de arándano obtenido.

Para llevar a cabo el objetivo planteado, se estableció el siguiente plan de trabajo:

1. Adquirir arándanos congelados de calidad industrial y obtener el subproducto resultante, el bagazo, tras la elaboración de zumo mediante el método descrito por Castagnini (2015).
2. Caracterizar el bagazo de arándano fresco obtenido en términos de actividad de agua, humedad, sólidos solubles, capacidad antioxidante y color.
3. Someter al bagazo a un secado con aire caliente a 60 y 70 °C hasta conseguir una actividad de agua inferior a 0,3.
4. Caracterizar en términos de actividad de agua, humedad, sólidos solubles, capacidad antioxidante y color los bagazos secos a las dos temperaturas.
5. En base al efecto de la temperatura de secado sobre las propiedades antioxidantes y el color, y a aspectos económicos relacionados con el consumo

energético teórico de la operación, seleccionar la temperatura de secado más adecuada. A partir de este punto, seguir trabajando tan solo con el bagazo obtenido a partir de ésta.

6. Triturar el bagazo a dos velocidades distintas con el fin de obtener polvo de arándano a dos granulometrías diferentes.
7. Caracterizar en términos de actividad de agua, humedad, sólidos solubles, capacidad antioxidante, color y fibra los dos polvos de arándano.
8. Almacenar los polvos de arándano durante 20 semanas en una cámara con humedad relativa controlada.
9. Caracterizar, cada 4 semanas, en términos de actividad de agua, humedad, capacidad antioxidante y color los dos polvos de arándano almacenados y estudiar su evolución con el tiempo.

3. MATERIAL Y MÉTODOS

3.1. Materia prima

Se utilizaron arándanos ecológicos congelados de la variedad "DUKE", de calidad industrial, cultivados en Navarra y comprados a granel en bolsas de 20 kg a la empresa Importaciones Samanes S.L.

3.2. Obtención del bagazo fresco

La obtención de bagazo de zumo de arándano se realizó siguiendo el método descrito por Castagnini (2015). Se pesaron y descongelaron en condiciones adecuadas 5 kilogramos de arándano. A continuación se trituraron con la ayuda de una Thermomix® (Vorwerk, España) a 4.000 rpm durante 20 segundos seguido de 10 segundos más a 5.000 rpm (Thermomix®, Vorwerk, Spain). A la pasta obtenida se le realizó un tratamiento enzimático para despectinizarla. Para ello se calentó en un baño termostato de agua (PSELECTA mod. PRECISTERM S-141, Barcelona, España) hasta alcanzar los 50 °C en el centro térmico y una vez se llegó a esta temperatura, se añadió 1mL de un preparado enzimático comercial (Viscozyme® L) por litro de triturado (Rodríguez-Durán *et al.*, 2010). El proceso de despectinización de la pasta de arándano, durante el que se mantuvo una agitación mecánica constante, duró 150 minutos.

Una vez finalizada la despectinización, con la ayuda de agua fría, se dejó enfriar la mezcla hasta temperatura ambiente para poder así proceder a su tamizado. El tamizado se realizó en dos etapas, primero con un tamiz de 1,2 mm de paso y luego con otro de 0,7 mm de paso. De este modo se separó el bagazo de arándano del zumo.

3.3. Obtención del bagazo seco

El bagazo fresco (BF) se colocó en forma de lecho de unos 2 mm de espesor sobre unas rejillas perforadas y se sometió a un secado por aire caliente a 60 y 70 °C en un secador de bandejas con circulación de aire a través (POL-EKO modelo CLW400 TOP, Controltecnica Instrumentación Científica, S.L., Madrid). En cada una de las temperaturas, el secado se prolongó hasta conseguir una actividad de agua inferior a 0,3 tanto en el bagazo seco a 60 °C (B60 °C) como en el bagazo seco a 70 °C (B70 °C).

3.4. Obtención del polvo de arándano

El bagazo seco a 70 °C se trituró a dos velocidades diferentes con la finalidad de obtener polvo de dos granulometrías distintas. La granulometría gruesa (PG) se obtuvo triturando el bagazo seco durante 20 segundos a 4.000 rpm y posteriormente 5 segundos a 10.000 rpm. Para la granulometría fina (PF), se trituró durante 2 minutos, en intervalos de 30 segundos, a 10.000 rpm. En los dos casos el triturado se realizó a temperatura ambiente con el equipo de cocina Thermomix®.

3.5. Almacenamiento del polvo de arándano

Las dos granulometrías del polvo de arándano se almacenaron dentro de doce bolsas individuales de plástico alimentario opaco e impermeable (seis bolsas por granulometría) con la menor presencia de aire posible en su interior para evitar oxidaciones y un incremento en la humedad.

Las bolsas fueron almacenadas durante 20 semanas en una cámara con humedad relativa controlada (25-30%). Las propiedades se determinaron cada 4 semanas.

3.6. Determinaciones analíticas

3.6.1. Humedad (x_w)

La humedad se determinó a partir del método oficial para alimentos ricos en azúcares (AOAC 934.06, 2000). En este método la muestra es introducida en una estufa a vacío (Vaciotem, J.P. Selecta, Barcelona, España) a 60 °C y -0,8 bar con el fin de determinar la pérdida de agua hasta peso constante. Todos los pesos se obtuvieron con una balanza de 1 mg de precisión (Mettler Toledo Inc., Barcelona, Spain).

$$\text{Humedad (\%)} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \cdot 100 \quad (1)$$

Donde:

M_0 : peso del crisol (g).

M_1 : peso del crisol y de la muestra antes del secado (g).

M_2 : peso del crisol y de la muestra tras el secado (g).

3.6.2. Actividad de agua (a_w)

La actividad de agua fue determinada con un higrómetro de punto de rocío (Aqualab 4TE; Decagondevices Inc., Pullman WA, USA) con una precisión de $\pm 0,003$ y una temperatura de 25 °C calibrado con disoluciones saturadas de referencia.

3.6.3. Sólidos solubles (x_{ss})

Los sólidos solubles totales de las muestras fueron medidos por refractometría, mediante la determinación de los grados Brix. Para medir las muestras secas, se realizaron disoluciones acuosas 1:10 (p/v) que fueron medidas con un refractómetro termostataado a 20 °C de acuerdo con el método ISO 1743:1982, modelo ABBE ATAGO, 3-T (Japón).

3.6.4. Contenido en fibra

Para determinar el contenido en fibra se siguió el método aprobado por la AOAC descrito por Van Soest (AOAC, 2000; Mertens, 2002). Por una parte se determinó la FAD (fibra con detergente ácido) que incluye la cantidad de fibras insolubles, como lo son la celulosa y lignina. Por otra parte se determinó la FAL (lignina con detergente ácido) que hace referencia a la lignina. Además, se determinó FDN (fibra con detergente neutro) siguiendo el método de Mertens (2002).

El contenido en cada uno de los componentes se expresó en porcentaje y en base seca.

3.6.5. Propiedades antioxidantes

La complejidad de los alimentos hace muy difícil elegir un solo análisis de antioxidantes. Así pues, se requiere más de una metodología para estudiar la actividad antioxidante de los mismos.

Preparación de los extractos

Las muestras de bagazo fresco se diluyeron a una concentración de 1:20 en una disolución de metanol al 80% (v/v) y se mantuvo una hora en agitación en oscuridad. Pasada la hora de agitación, se centrifugó en una centrífuga (Medifriger BL-S, Barcelona, España) durante 5 minutos a 10.000 rpm.

Para la preparación de los extractos de bagazo seco y del polvo de arándano, el sobrenadante obtenido se diluyó a 1:100 (v/v) en la disolución de metanol 80% (v/v) para el análisis de los fenoles totales y la capacidad antioxidante, mientras que para analizar las antocianinas monoméricas totales, el sobrenadante fue diluido a 1:50 en la disolución de metanol 80% (v/v).

Fenoles totales

Para la determinación de fenoles totales se utilizó el método espectrofotométrico de Folin-Ciocalteu (Singleton *et al.*, 1999; Wolfe *et al.*, 2003). Este método mide la intensidad de coloración azul que genera el reactivo al interaccionar con los compuestos fenólicos a una longitud de onda de 765 nm.

Para llevar a cabo la determinación, a cada cubeta se le adicionaron 0,5 mL de una disolución de metanol al 80% (v/v), 0,125 mL de muestra (en el caso de la cubeta para el blanco, la disolución de metanol al 80% (v/v)) y 0,125 mL del reactivo de Folin-Ciocalteu (Sigma Aldrich). Se dejó reaccionar el contenido de las cubetas durante 6 minutos en oscuridad. A continuación, se añadieron 1,125 mL de carbonato de sodio 7% (m/v) y 1 mL de agua bidestilada a cada una de las cubetas, éstas se cubrieron con parafilm y se esperó 90 minutos en oscuridad a que se completaran las reacciones. Transcurrido este tiempo, se midió la absorbancia de las cubetas a una longitud de onda de 765 nm con la ayuda de un espectrofotómetro Helios Zeta UV/Vis Thermoscientific.

Como patrón se utilizó ácido gálico con una pureza mayor o igual al 98% (Sigma-Aldrich) y se obtuvo una recta de calibrado trabajando con un rango de concentraciones de 0 a 0,5 mg/mL. El contenido total de fenoles se expresó como equivalentes de ácido gálico (GAE, del inglés Galic Acid Equivalent) por 100 gramos de muestra en base seca.

Antocianinas monoméricas totales

El contenido en antocianinas monoméricas totales se determinó mediante el método diferencial del pH (Giusti y Wrolstad, 2001; Jungmin *et al.*, 2005). Para llevarlo a cabo, se prepararon dos disoluciones tampón: una de pH 1 de cloruro de potasio 0,025 M y otra de pH 4,5 de acetato de sodio 0,4 M.

Se prepararon seis cubetas, tres por cada disolución tampón y en ellas se pusieron 100 µL de muestra y 2.900 µL de las disoluciones preparadas. A los 30 minutos de reacción se midieron las absorbancias a 510 y 700 nm usando como blanco agua destilada.

El contenido de antocianinas monoméricas totales fue calculado según las siguientes ecuaciones y expresado en miligramos de glucósido-3-cianidina por cada 100 gramos de muestra en base seca.

$$ABS = (Abs_{510} - Abs_{700})_{pH 1,0} - (Abs_{510} - Abs_{700})_{pH 4,5} \quad (2)$$

Donde:

Abs₅₁₀: absorbancia de la muestra a 510 nm.

Abs₇₀₀: absorbancia de la muestra a 700 nm.

$$\text{Antocianinas totales (mg/L)} = \frac{\text{ABS} \cdot \text{Pm} \cdot f \cdot 1000}{\epsilon \cdot l} \quad (3)$$

Donde:

ABS: absorbancia determinada en la ecuación 2.

Pm: peso molecular de la glucósido-3-cianidina (449,2 g/mol).

f: factor de dilución.

ϵ : coeficiente de extinción molar (26900 L/mol cm).

l: ancho de la cubeta (1 cm).

Capacidad antioxidante

La capacidad antioxidante fue analizada a través de los métodos de DPPH y ABTS (o también llamado método TEAC, de las siglas en inglés Trolox Equivalent Antioxidant Capacity).

Método del DPPH

El método del DPPH se basa en la capacidad que tiene el radical DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl) de secuestrar componentes antioxidantes produciendo como consecuencia un cambio en la coloración. Inicialmente, la disolución de DPPH en metanol tiene un color morado. Al poner en contacto el radical DPPH con los antioxidantes presentes en la muestra, el radical se reduce y cambia a un color más amarillento (Molyneux, 2004; Brand-Williams *et al.*, 1995; Yu *et al.*, 2002). Teniendo esto en cuenta, cuanto menor sea la absorbancia en la mezcla de la reacción, mayor será el poder antioxidante de la muestra empleada.

Se preparó una disolución madre del reactivo DPPH de concentración 100 μM . Para ello se pesaron 0,0019 g de reactivo DPPH y estos se diluyeron en 50 mL de metanol. Esta disolución fue preparada el mismo día del análisis.

Se prepararon cuatro cubetas. A continuación se añadieron a cada una de las cubetas 2mL del reactivo DPPH preparado junto a 30 μL de muestra (en el caso de la cubeta de referencia, 30 μL de metanol en lugar de muestra) y 970 μL de metanol. Las cubetas fueron tapadas con parafilm y se dejó reaccionar el contenido de éstas durante 60 minutos en oscuridad. Pasado este tiempo, se midió con la ayuda de un espectrofotómetro la absorbancia del contenido de las cubetas a una longitud de onda de 517 nm. Los resultados se expresaron en trólox equivalente a partir de una recta de calibrado con el mismo, trabajando con un rango de concentraciones de 0 a 500 ppm.

Método ABTS

El otro método utilizado para la determinación de la capacidad antioxidante fue el descrito por Re *et al.* (1999). En este método, el ABTS (ácido 2,2'-azinobis-3-

etilbenzotiazoline-6-sulfónico) reacciona con persulfato potásico obteniéndose así el radical ABTS+.

Se preparó una disolución madre 7 mM de ABTS con 2,45 mM de persulfato potásico. Para liberar el radical ABTS, la disolución fue almacenada 16 horas en oscuridad. Fue necesaria la preparación de un tampón fosfato (pH 7,4) para que la disolución de trabajo tuviera una absorbancia de 0,7. Para ello se preparó una disolución 0,2 M de fosfato sódico dibásico y 0,2 M de fosfato sódico monobásico.

Posteriormente, se hizo reaccionar 2.970 µL de la disolución de 0,7 de absorbancia con 30 µL de muestra (en el caso de la cubeta de referencia, 30 µL de una disolución de metanol al 80% (v/v)) y se midió el valor de la absorbancia a 734 nm.

Como antioxidante estándar de referencia se utilizó trólox (C₁₄H₁₈O₄) de la marca Sigma-Aldrich, cuya pureza era del 97%. Se ensayó a una concentración de entre 0 y 1.000 ppm de concentración final en tampón fosfato. Los resultados se expresaron en mg de trólox equivalente (Payet *et al.*, 2005) por cada 100 gramos de muestra en base seca.

3.6.6. Propiedades ópticas (color)

Tanto las coordenadas de color CIEL*a*b de la muestra fresca como las de las muestras sometidas al proceso de secado se midieron con un espectrocolorímetro (MINOLTA modelo CM-1000R) por reflectancia, utilizando el iluminante D65 y un ángulo de observador de 10 ° como referencia. El equipo fue calibrado con cerámica blanca y una cámara negra, ambos proporcionados por el fabricante. Las muestras fueron introducidas en una cubeta de metacrilato transparente de 25 mL con 2 cm de espesor.

Se obtuvieron las coordenadas de color en el espacio CIEL*a*b* y las coordenadas psicométricas de tono (h_{ab}) (ecuación 4) y croma (C_{ab}) (ecuación 5) a partir de los valores de L*, a* y b* mediante las siguientes ecuaciones.

$$h^*_{ab} = \arctg \frac{b^*}{a^*} \quad (4)$$

$$C^*_{ab} = \sqrt{a^{*2} + b^{*2}} \quad (5)$$

La diferencia global de color (ΔE) fue calculada mediante la ecuación 6.

$$\Delta E^*_{ab} = \sqrt{(L^*_2 - L^*_1)^2 + (a^*_2 - a^*_1)^2 + (b^*_2 - b^*_1)^2} \quad (6)$$

3.6.7. Tamaño de partícula

El tamaño de partícula se determinó tanto por vía seca como por vía húmeda utilizando para ello un equipo de difracción láser (Masterizer, Malvern Instruments

Limited, Worcester, Gran Bretaña). Este equipo mide el tamaño de partícula abarcando un rango de 0,02 a 2.000 μm . Para determinar el tamaño de partícula del polvo por vía seca se utilizó un sistema, Scirocco 2.000, que emplea aire seco como agente dispersante a 2,5 bares de presión y con una agitación del 60%. En la determinación por vía húmeda, se empleó un sistema que utiliza agua desionizada como agente dispersante. El índice de refracción empleado fue de 1,53 para la muestra y 1,35 para la fase dispersa. El índice de absorción fue de 0,1.

Esta técnica se basa en el volumen para realizar la distribución del tamaño. Así pues, el valor que se obtiene para un rango de tamaño de partícula, representa el porcentaje de volumen total de todas las partículas con un diámetro incluido en este rango con respecto al volumen total de las partículas de la distribución.

Finalmente, el tamaño de partícula se caracterizó con los siguientes parámetros:

- ✓ D[4,3]: representando el diámetro equivalente calculado a partir del volumen de las partículas.
- ✓ D[3,2]: representando el diámetro equivalente calculado a partir del área de las partículas.
- ✓ d_{10} , d_{50} y d_{90} : siendo el tamaño de partícula para el que el 10%, 50% y 90% de su distribución está por debajo de dichas medidas.

$$D [4,3]= \frac{\sum_i n_i d_i^4}{\sum_i n_i d_i^3} \quad (7)$$

$$D [3,2]= \frac{\sum_i n_i d_i^3}{\sum_i n_i d_i^2} \quad (8)$$

Donde n_i es el número de partículas de diámetro d_i .

3.6.8. Isotermas

Las isotermas de sorción del agua son una forma de estudiar el grado de interacción del agua con la muestra y se obtuvieron a partir del método gravimétrico estático propuesto por Wolf *et al.*, (1985). Éste consiste en el equilibrado termodinámico a temperatura controlada entre una pequeña cantidad de muestra y ambientes de humedad relativa conocidos.

Así pues, se pesaron cantidades de muestra conocidas en crisoles. Éstos fueron posteriormente introducidos en el interior de cámaras herméticas junto a disoluciones saturadas de distintas sales, cuya actividad de agua a 20 °C es conocida, y en presencia de timol (PANREAC QUÍMICA S.A., Barcelona, España) para evitar el desarrollo de hongos. Las sales que fueron utilizadas se muestran en la tabla 1 junto a sus actividades de agua. Las muestras se pesaron una vez por semana hasta que llegaron a peso constante, momento en el que se considera que la muestra ha llegado al

equilibrio con el ambiente de la cámara y su actividad de agua es igual a la humedad relativa del aire que la rodea.

Una vez alcanzado el equilibrio, se calculó la humedad en base seca de cada una de las muestras y se modelizaron los datos de sorción mediante el modelo de Brunauer–Emmett–Teller (BET) y de Guggenheim-Anderson-de Boer (GAB). Ecuaciones del modelo de BET:

$$We = \frac{Wo \cdot C \cdot a_w}{(1 - a_w)(1 + (C - 1) \cdot a_w)} \quad (9)$$

$$\frac{a_w}{(1 - a_w) \cdot We} = \frac{1}{Wo \cdot C} + \frac{C - 1}{Wo \cdot C} \cdot a_w \quad (10)$$

Ecuaciones del modelo de GAB:

$$We = \frac{Wo \cdot C \cdot K \cdot a_w}{(1 - (K \cdot a_w))(1 - (K \cdot a_w) + (C \cdot K \cdot a_w))} \quad (11)$$

$$\frac{a_w}{We} = \frac{1}{Wo \cdot C \cdot K} + \frac{C - 2}{Wo \cdot C} \cdot a_w + \frac{K(1 - C)}{Wo \cdot C} a_w^2 \quad (12)$$

Donde:

We: humedad de la muestra expresada en base seca (g agua/g materia seca).

Wo: humedad de la monocapa. Es el agua fuertemente adsorbida. Se considera un valor óptimo para minimizar la pérdida de calidad durante el almacenamiento de los alimentos (g agua/g materia seca).

C: constante de Guggenheim, característica del producto y relacionada con el calor de adsorción de la monocapa.

K: corrección del factor relacionado con el calor de sorción de la multicapa.

Tabla 1. Actividades de agua relativas de las sales saturadas a 20 °C (Greenspan, 1977).

Sales	Actividad de agua
LiCl	0,113
CH ₃ COOK	0,231
MgCl ₂	0,339
K ₂ CO ₃	0,432
Mg(NO ₃) ₂	0,543
NaCl	0,755
KCl	0,851
BaCl ₂	0,909

3.6.9. Análisis estadístico

En todas las determinaciones, los resultados experimentales obtenidos fueron analizados estadísticamente con el programa Statgraphics (versión Centurion XVI.I, StatPoint Technologies, Inc.). Asumiendo un nivel de confianza del 95% (p -valor $<0,05$), se realizaron análisis de la varianza (ANOVA) simple con el fin de evaluar las diferencias entre las muestras.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Determinación de la temperatura de secado más adecuada

Por lo general, a nivel industrial interesa trabajar con temperaturas de secado elevadas, ya que a medida que se aumenta la temperatura, se aumenta la velocidad de secado y el rendimiento del proceso. Las limitaciones de trabajar a temperaturas elevadas se deben a los efectos que tienen éstas sobre la calidad del producto final. Así pues, se hizo una revisión bibliográfica con la finalidad de determinar la temperatura más adecuada para realizar la operación de secado por aire caliente del bagazo fresco de arándano, siempre teniendo en cuenta el producto y sus características.

Zielinska y Michalska (2016) estudiaron el efecto que tienen en las propiedades físico-químicas del arándano su secado mediante distintos métodos: secado por aire caliente, secado por microondas y una combinación de ambos. Concluyeron que de entre todos estos métodos, el secado mediante aire caliente a 90 °C seguido de un secado por microondas daba como resultado una importante concentración de compuestos antioxidantes en el producto final empleando un menor tiempo de secado.

En otras investigaciones se evalúan los beneficios funcionales del secado de frutas y/o hortalizas a temperaturas relativamente bajas. Nawirska *et al.* (2009) determinaron el color y los carotenoides de lonchas de calabaza sometidas a un proceso de deshidratación. La concentración de carotenoides obtenida tras un secado por aire caliente a 60 °C fue aceptable.

Katsube *et al.* (2009) estudiaron los antioxidantes presentes en las hojas de las moras sometidas a un secado por aire caliente. La actividad antioxidante después del secado a 60 °C resultó ser muy similar a aquella previa al tratamiento térmico. Garau *et al.* (2007) estudiaron el secado del subproducto proveniente de la obtención de un zumo de naranja. La temperatura de secado que dio mejor rendimiento en antioxidantes fue la de 60 °C.

Ya que la temperatura más favorable después de la revisión bibliográfica parecía ser 60 °C, se decidió estabilizar el bagazo obtenido de la producción de zumo de arándano mediante secado por aire caliente a 60 °C y también a 70 °C para ver si se conseguía

mejorar el rendimiento del proceso sin alterar demasiado las características del producto. La operación de secado se prolongó hasta que se consiguió una actividad de agua inferior a 0,3.

A continuación, se presenta en la tabla 2 la caracterización en términos de actividad de agua, humedad y sólidos solubles del bagazo fresco y del seco a 60 y 70 °C.

Tabla 2. Caracterización en términos de actividad de agua (a_w), humedad (x_w) (g agua/g muestra) y sólidos solubles (x_{ss}) (g sólidos solubles/g muestra) del bagazo fresco (BF) y seco a 60 y 70 °C (B60 °C y B70 °C). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

	a_w	x_w	x_{ss}
BF	0,989 \pm 0,003 ^c	0,722 \pm 0,003 ^c	0,079 \pm 0,002 ^a
B60 °C	0,236 \pm 0,004 ^b	0,032 \pm 0,002 ^b	0,280 \pm 0,012 ^b
B70 °C	0,189 \pm 0,004 ^a	0,0173 \pm 0,002 ^a	0,276 \pm 0,012 ^b

Letras distintas (^a, ^b, ^c,...) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

En la tabla 2 se puede comprobar que la actividad de agua y la humedad de los bagazos disminuyen drásticamente después del tratamiento de secado por aire caliente. Los valores alcanzados son lo suficientemente bajos como para asegurar la estabilidad microbiológica del producto final ya que, en general, la actividad de agua límite para el crecimiento microbiano es 0,90 para la mayor parte de las bacterias y 0,87 y 0,75 para la mayoría de las levaduras y hongos (Inglett *et al.*, 2015).

Además de tener un importante efecto sobre los microorganismos, la actividad de agua tiene un gran efecto en la estabilidad cinética de los sistemas alimenticios. Con los datos alcanzados tras el secado, no hay agua libre que pueda participar en reacciones químicas y enzimáticas. La humedad de los bagazos está en torno al 2-3% y es menor a la humedad de la monocapa de los polvos de arándano, que será calculada en el apartado de isotermas y está alrededor del 10% (tabla 7) (Smith, 2008; Rockland y Stewart, 1981). Así pues, la posibilidad de que ocurran reacciones químicas y/o enzimáticas que causan deterioro en los alimentos disminuye a medida que se reduce la humedad del alimento, desapareciendo prácticamente por completo cualquier riesgo microbiológico, químico y enzimático a actividades de agua de 0,3.

Como consecuencia de la importante pérdida de agua, tal y como cabía esperar, la fracción másica de sólidos solubles presente en las muestras aumenta tras el secado.

En la tabla 3 se presentan las coordenadas de color CIEL*a*b* y la diferencia global de color respecto al bagazo fresco del bagazo fresco y de los bagazos secos. Como se puede observar, hay diferencias estadísticamente significativas entre el color del bagazo fresco y el color de los bagazos secos.

Tabla 3. Coordenadas CIEL*a*b*, pureza de color (croma o saturación, C), tono (ángulo de matiz, h) y diferencia global de color (ΔE) respecto al bagazo fresco del bagazo fresco (BF) y de los secos a 60 y 70 °C (B60 °C y B70 °C). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

	L*	a*	b*	ΔE	C	h
BF	26,5 \pm 1,0 ^a	3,0 \pm 0,3 ^a	0,2 \pm 0,3 ^a	-	3,0 \pm 0,3 ^a	3,7 \pm 0,7 ^b
B60 °C	37,52 \pm 0,15 ^b	4,3 \pm 0,5 ^c	0,70 \pm 0,10 ^b	11,1 \pm 0,8 ^a	4,3 \pm 0,5 ^c	9,2 \pm 0,6 ^a
B70 °C	37,5 \pm 0,3 ^b	3,80 \pm 0,10 ^b	0,65 \pm 0,09 ^b	11,0 \pm 0,7 ^a	3,86 \pm 0,08 ^b	9,8 \pm 1,5 ^a

Letras distintas^(a, b, c, ...) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%

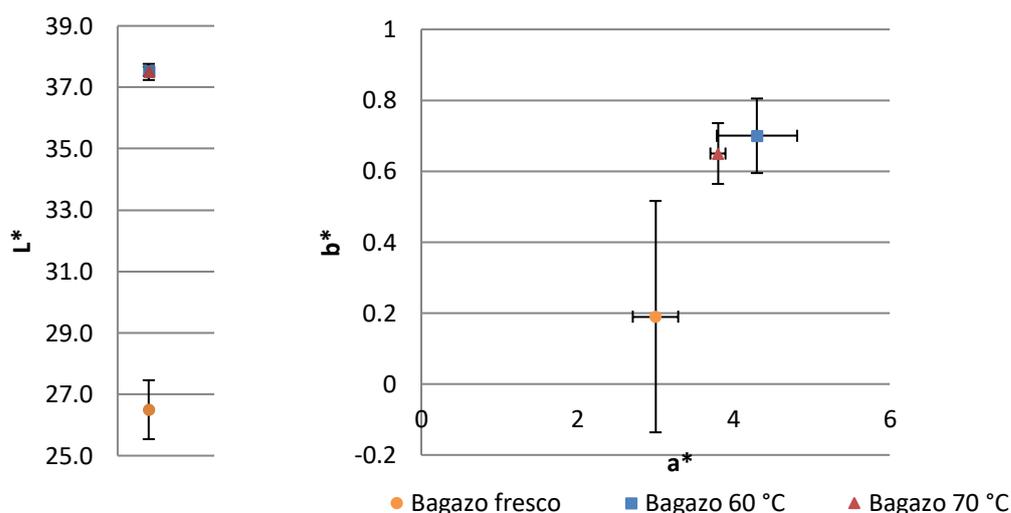


Figura 1. Coordenadas L*a*b* del bagazo fresco y de los secos a 60 y 70 °C.

En la tabla 3 se calculó la diferencia global de color (ΔE) entre los bagazos secos y el fresco a partir de los valores de L*a*b*. Los cambios de color son imperceptibles para el ojo humano cuando están entre $0,0 < \Delta E < 1,5$, se pueden apreciar cuando $1,5 < \Delta E < 5,0$ y resultarán visiblemente evidentes cuando el valor de $\Delta E > 5,0$ (Quirino-Lacerda *et al.*, 2016). Se observó que las muestras sometidas al tratamiento de secado no tienen prácticamente ninguna diferencia entre ellas, sin embargo se observa gran diferencia entre el bagazo fresco y los bagazos secos.

La muestra de bagazo fresco es más oscura que las otras dos, ya que en el bagazo seco el valor de L* es mayor como consecuencia de la pérdida de agua. También se observa que en los bagazos secos aumenta el parámetro a*, lo que se traduce en que tienen un color más magenta que el fresco. A su vez, el bagazo seco a 60 °C tiene un color ligeramente más rojizo que el seco a 70 °C. El aumento del parámetro b* durante el secado puede ser debido a que el bagazo de arándano sufre procesos de oxidación química de algunos de sus componentes que proporcionan tonalidades más pardas.

Los cambios de color en las frutas deshidratadas se deben generalmente a reacciones de Maillard, la degradación de pigmentos, pardeamiento enzimático o a la oxidación química de sustancias con poder antioxidante como el ácido ascórbico (Rudy *et al.*,

2015). Estos cambios de color observados durante el secado pueden deberse a una oxidación de los principales componentes responsables del color, que en el arándano son las antocianinas. Las antocianinas son termolábiles y son más susceptibles a degradarse durante el procesado (Zielinska y Michalska, 2016).

En la tabla 4 se presentan el contenido en fenoles totales y antocianinas monoméricas del bagazo fresco y de los secos a 60 y 70 °C. En ella se puede ver que, efectivamente, las antocianinas disminuyen considerablemente después del proceso de secado. De hecho, se observa que una mayor temperatura de secado conlleva mayor pérdida de antocianinas. En cuanto a los fenoles totales, hay diferencia significativa entre el bagazo fresco y el seco a 60 °C pero no la hay entre el bagazo fresco y el seco a 70 °C. En términos absolutos no se presentan diferencias importantes.

Tabla 4. Contenido en fenoles totales (mg GAE/100 g de materia seca) y antocianinas monoméricas (mg glucósido-3-cianidina/100 g de materia seca) del bagazo fresco (BF) y los secos a 60 y 70 °C (B60 °C y B70 °C). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

	Fenoles totales mg GAE/100 g materia seca	Antocianinas monoméricas mg glucósido-3-cianidina/100g materia seca
BF	4,4 \pm 0,2 ^b	74,5 \pm 0,4 ^c
B60 °C	3,94 \pm 0,10 ^a	55,5 \pm 0,4 ^b
B70 °C	4,5 \pm 0,2 ^b	48,9 \pm 0,7 ^a

Letras distintas (^{a, b, c...}) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

En la tabla 5 se presentan los resultados de la capacidad antioxidante obtenida por los métodos del DPPH (mg TE/100 g materia seca) y ABTS (mg TE/100 g materia seca).

Tabla 5. Capacidad antioxidante por los métodos del DPPH (mg TE/100 g materia seca) y ABTS (mg TE/100 g materia seca) del bagazo fresco (BF) y los secos a 60 y 70 °C (B60 °C y B70 °C). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

	DPPH mg TE/100 g materia seca	ABTS mg TE/100 g materia seca
BF	145,7 \pm 0,6 ^c	87,3 \pm 0,4 ^b
B60 °C	116,5 \pm 1,1 ^b	58,2 \pm 4,4 ^a
B70 °C	101,1 \pm 0,7 ^a	60,0 \pm 1,6 ^a

Letras distintas (^{a, b, c...}) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

Se puede observar que el bagazo seco a 60 °C tiene mayor capacidad antioxidante que el seco a 70 °C y que a su vez los bagazos sometidos al proceso de secado tienen una capacidad antioxidante mucho menor que el bagazo fresco: la temperatura de procesado tiene un efecto en la capacidad antioxidante determinada mediante el método del DPPH. Un estudio realizado por Zoric *et al.*, (2017) demostró que la capacidad antioxidante de los polvos de cereza determinada mediante el método del

DPPH disminuye al aumentar la temperatura de almacenamiento. Por lo tanto, es posible que los compuestos del polvo de arándano con actividad antioxidante se degraden a causa de la temperatura.

Por lo que respecta al ABTS, los resultados indicaron que no hay diferencias significativas entre las temperaturas de secado pero sí la hay entre el bagazo fresco y los sometidos a tratamiento térmico.

Con los datos obtenidos en la tabla 5 se calculó el porcentaje de degradación respecto al bagazo fresco de antioxidantes medidos por los métodos del DPPH y ABTS y se comprobó que hay correspondencia entre los mismos: ambos tienen una degradación del 31%.

Se puede comprobar en las tablas 4 y 5 que las diferencias en actividad antioxidante no fueron lo suficientemente relevantes como para considerar más apropiado el secado a la temperatura de 60 °C. Con la finalidad de realizar una valoración energética y establecer la temperatura de secado más adecuada, se realizó un cálculo aproximado de la energía necesaria para calentar el aire ambiente y eliminar el agua necesaria para alcanzar la humedad final establecida. Se supusieron para el cálculo tres condiciones del aire ambiente: T_1 (20 °C) y HR_1 (60%), T_2 (15 °C) y HR_2 (40%), T_3 (25 °C) y HR_3 (65%). Teniendo en cuenta una circulación del aire en el secador en contracorriente con el producto, la cantidad de energía necesaria estaría comprendida entre 9.000 y 10.000 kcal/h kg de producto seco para el secado a 60 °C y entre 7.000 y 8.000 kcal/h kg de producto seco para el secado a 70 °C.

El menor consumo energético a 70 °C se debe al menor tiempo requerido a esta temperatura para obtener un producto en polvo cuyas características no difieren prácticamente del obtenido a 60 °C. Por lo tanto, se decidió que secar a 70 °C era la opción más favorable.

4.2. Caracterización del polvo de arándano seco

4.2.1. Propiedades físico-químicas del polvo. Efecto del triturado

El triturado es un proceso de reducción de tamaño de las partículas sólidas mediante fuerza mecánica. El resultado del triturado depende mayoritariamente de las características del alimento, de sus propiedades y de la forma en que éste se lleve a cabo, determinando estos factores el tamaño, estructura, composición y propiedades funcionales del producto final (Karam *et al.*, 2016).

Cabe destacar los pocos estudios realizados sobre el efecto que tiene esta etapa sobre la calidad de los polvos de frutas y hortalizas. En este caso, el triturado del bagazo seco de arándano implicará una disminución del tamaño de partícula, lo que de acuerdo a trabajos anteriores (Sáez, 2017) puede traducirse en un aumento de la

disponibilidad de algunos componentes activos presentes en el bagazo. Además, el triturado también tendrá un efecto en el contenido en fibra, ya que la acción mecánica puede romper cadenas de oligosacáridos, liberándose, de este modo, azúcares o carbohidratos de cadena más corta. Este fenómeno se aprecia muy bien en la tabla 8.

Dado el marcado efecto que el tamaño de partícula puede tener sobre la disponibilidad de algunos componentes activos y también sobre las propiedades físico-químicas de los polvos, se estudiaron dos granulometrías distintas del polvo de arándano (Ortega-Rivas *et al.*, 2006).

En la tabla 6 se presenta la caracterización en términos de actividad de agua, humedad, y sólidos solubles de las dos granulometrías consideradas junto al bagazo seco a 70 °C.

Tabla 6. Caracterización en términos de actividad de agua (a_w), humedad (x_w) (g agua/g muestra) y sólidos solubles (x_{ss}) (g sólidos solubles/g muestra) del bagazo seco a 70 °C (B70 °C), del polvo de arándano grueso (PG) y del fino (PF) y. Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

	a_w	x_w	x_{ss}
B70 °C	0,189 \pm 0,004 ^a	0,017 \pm 0,015 ^a	0,276 \pm 0,011 ^a
PG	0,236 \pm 0,004 ^c	0,017 \pm 0,019 ^a	0,340 \pm 0,011 ^b
PF	0,20 \pm 0,06 ^b	0,019 \pm 0,016 ^a	0,445 \pm 0,012 ^c

Letras distintas (^{a, b, c, ...}) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

No se dieron diferencias significativas en humedad entre las dos granulometrías estudiadas aunque sí se observa una diferencia significativa en la actividad de agua, siendo ésta más elevada en el polvo de arándano grueso.

Uno de los factores que afecta la actividad de agua en los alimentos es la fuerza capilar, y la acción capilar puede relacionarse con el tamaño del poro. En el polvo de arándano fino se espera que haya menos poros o que éstos sean más pequeños, con lo que se retendrá menos agua en su interior que en el polvo de arándano grueso. Esto explicaría que la actividad de agua sea mayor en el polvo de arándano grueso que en el fino (Martínez-Navarrete *et al.*, 1998).

Los solutos también afectan la actividad de agua. En la tabla 6 se observa una diferencia estadísticamente significativa entre el contenido en sólidos solubles de los dos polvos de arándano. Una mayor concentración de sólidos solubles implicará una menor actividad de agua, ya que habrá más agua que interaccione con los solutos (Martínez-Navarrete *et al.*, 1998). El polvo de arándano fino presenta un contenido en sólidos solubles significativamente más elevado que el polvo grueso. Esto era de esperar ya que, tal y como se ha explicado anteriormente, la fuerza mecánica ejercida

durante el triturado favorece la rotura de cadenas largas de oligosacáridos y en consecuencia la solubilización de componentes.

A continuación, en la tabla 7 se muestran los porcentajes en base seca del contenido en hemicelulosa, celulosa, lignina, fibra total y fibra insoluble de los dos polvos de arándano.

Tabla 7. Contenido en hemicelulosa o fibra dietética soluble, celulosa y lignina junto a los valores de fibra total y fibra insoluble del polvo de arándano grueso (PG) y del fino (PF). Porcentaje en base seca. Media \pm desviación estándar.

	Hemicelulosa o Fibra Dietética Soluble (%)	Celulosa (%)	Lignina (%)	Fibra total (%)	Fibra Insoluble (%)
PG	12,85 \pm 0,02 ^b	18,0 \pm 0,4 ^b	7,6 \pm 0,2 ^b	38,5 \pm 0,8 ^b	25,6 \pm 0,2 ^b
PF	10,444 \pm 0,003 ^a	16,69 \pm 0,14 ^a	6,6 \pm 0,2 ^a	33,69 \pm 0,06 ^a	23,24 \pm 0,06 ^a

Letras distintas (^a, ^b,...) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

Se puede observar que el polvo de arándano grueso tiene en todos los casos mayor porcentaje de compuestos analizados que el fino. La disminución de los porcentajes en el polvo fino podría explicarse si se tiene en cuenta que el triturado es más intenso, lo que conlleva una mayor rotura de las cadenas de polisacáridos y la liberación de azúcares o de cadenas cortas de mayor solubilidad (Licon, 2013). De hecho, en la tabla 6 se puede comprobar que, efectivamente, el triturado aumenta el contenido en sólidos solubles.

En la tabla 8 se presentan las coordenadas CIEL*a*b del bagazo seco a 70 °C y de los polvos de arándano grueso y fino junto a la diferencia global de color respecto al bagazo seco a 70 °C. Como se puede observar, el color de los polvos de arándano no presenta diferencias significativas ni en el parámetro L* ni en el a*. Sin embargo, hay diferencia estadísticamente significativa en el parámetro b*, que es más elevado en el polvo de arándano fino, significando esto que tiene un color ligeramente más pardo. Esto se puede explicar teniendo en cuenta que al aumentar el triturado del polvo pueden favorecerse algunos procesos de oxidación química, resultando así un polvo con una tonalidad un poco más parda. Todo y esto, la diferencia global de color respecto al bagazo seco a 70 °C es mínima para ambos polvos. El color de los polvos de arándano no se ve influenciado de forma relevante por el triturado.

Tabla 8. Coordenadas CIEL*a*b*, pureza de color (croma o saturación, C), tono (ángulo de matiz, h) y diferencia global de color (ΔE) respecto al bagazo seco a 70 °C del bagazo seco a 70 °C, del polvo de arándano grueso (PG) y del fino (PF). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

	L*	a*	b*	ΔE	C	h
B70 °C	37,5 \pm 0,3 ^a	3,80 \pm 0,09 ^a	0,65 \pm 0,09 ^a	-	3,86 \pm 0,08 ^a	9,8 \pm 1,5 ^a
PG	37,5 \pm 0,2 ^a	3,80 \pm 0,08 ^a	0,68 \pm 0,08 ^a	0,06 \pm 0,12 ^a	3,90 \pm 0,07 ^a	10,1 \pm 1,3 ^a
PF	37,74 \pm 0,13 ^a	3,81 \pm 0,12 ^a	0,99 \pm 0,05 ^b	0,46 \pm 0,11 ^b	3,93 \pm 0,13 ^a	14,6 \pm 0,2 ^b

Letras distintas (^{a, b, c...}) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%

Por lo que respecta al tamaño de partícula, el análisis se realizó mediante un equipo de difracción láser y es un prerrequisito necesario para poder comprender con mayor exactitud las propiedades del polvo de arándano. Teniendo en cuenta que el polvo alimentario obtenido tras la operación de secado podría tener aplicaciones tanto para la elaboración de productos líquidos, como refrescos o zumos, o a la elaboración de productos sólidos, el análisis del tamaño de partícula de dicho polvo se determinó por las dos vías posibles, la seca y la húmeda.

En la figura 2 se han representado para las dos granulometrías las curvas de distribución de tamaño de partícula del polvo de arándano obtenidas por vía seca y vía húmeda. Se puede observar que, independientemente de la vía utilizada, como cabía esperar, el tamaño de partícula del polvo grueso es mayor que el del polvo fino: los distintos triturados han tenido el efecto deseado. Además, el tamaño de partícula del polvo es mayor cuando se mide por vía seca. Esto se debe a que los compuestos solubles presentes en el bagazo se disuelven, pasando a formar parte de la fase dispersa resultando así en una pérdida de tamaño (Lario *et al.*, 2004).

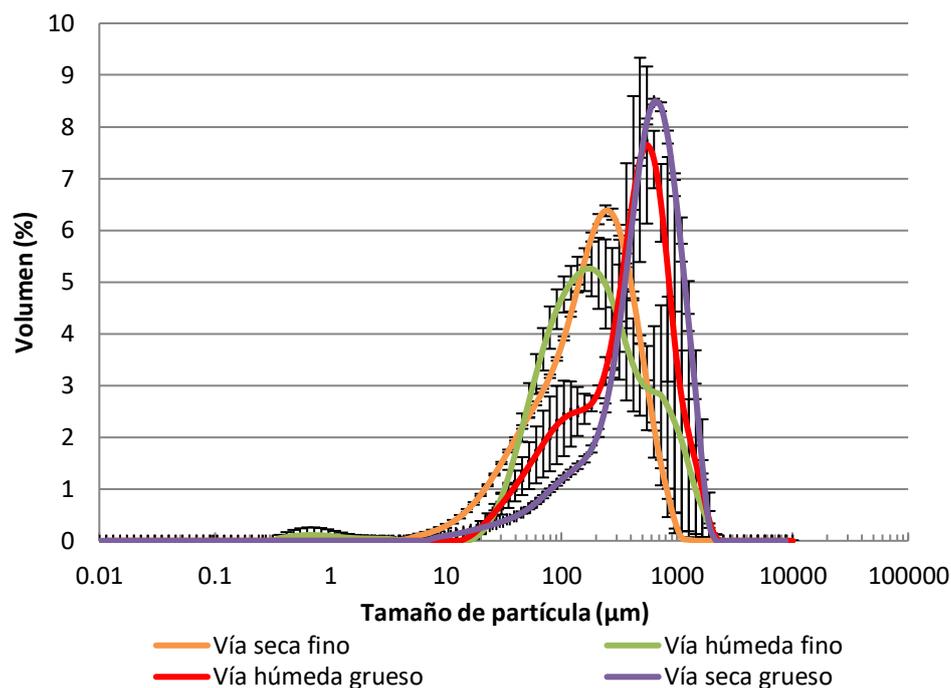


Figura 2. Distribución de tamaño de partícula obtenida por vía seca y por vía húmeda para las dos granulometrías, el polvo grueso y el fino.

En la tabla 9 se muestran los valores de $D [4,3]$, $D [3,2]$, d_{10} , d_{50} y d_{90} . Se puede ver que, efectivamente, todos los parámetros son más pequeños para la granulometría fina. Se observa que existen diferencias estadísticamente significativas entre las partículas del polvo grueso y del fino.

Tabla 9. Valores de los parámetros del tamaño de partícula por vía seca y húmeda del polvo grueso (PG) y del polvo fino (PF). Media \pm desviación estándar.

	PG		PF	
	Vía húmeda	Vía seca	Vía húmeda	Vía seca
D [4, 3]	437 \pm 106 ^c	659 \pm 11 ^d	211 \pm 2 ^a	293 \pm 66 ^b
D [3, 2]	177 \pm 32 ^b	239 \pm 8 ^c	81 \pm 4 ^a	101 \pm 48 ^a
d₁₀	71 \pm 13 ^c	129 \pm 5 ^d	35,6 \pm 1,2 ^a	52 \pm 6 ^b
d₅₀	398 \pm 79 ^b	606 \pm 11 ^c	170,1 \pm 0,7 ^a	209 \pm 51 ^a
d₉₀	873 \pm 236 ^c	1247 \pm 17 ^d	446 \pm 7 ^a	680 \pm 206 ^b

Letras distintas (^a, ^b, ^c, ^d...) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

A continuación, en las tablas 10 y 11, se muestran el contenido en fenoles totales (mg GAE/100 g materia seca), DPPH (mg TE/100 g materia seca), ABTS (mg TE/100 g materia seca) y antocianinas monoméricas (mg glucósido-3-cianidina/100 g materia seca) de las dos granulometrías del polvo de arándano y del bagazo seco a 70 °C.

Tabla 10. Contenido en fenoles totales (mg GAE/100 g materia seca) y antocianinas monoméricas (mg glucósido-3-cianidina/100 g materia seca) del bagazo seco a 70 °C (B70 °C) y de los polvos de arándano grueso (PG) y fino (PF). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

	Fenoles totales mg GAE/100 g materia seca	Antocianinas monoméricas mg glucósido-3-cianidina/100g materia seca
B70 °C	4,5 \pm 0,2 ^c	48,9 \pm 0,7 ^b
PG	3,02 \pm 0,12 ^a	49 \pm 3 ^b
PF	3,36 \pm 0,10 ^b	40 \pm 4 ^a

Letras distintas^(a, b, c...) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

Tabla 11. Capacidad antioxidante determinada por los métodos del DPPH (mg TE/100 g materia seca) y ABTS (mg TE/100 g materia seca) del bagazo seco a 70 °C (B70 °C) y de los polvos de arándano grueso (PG) y fino (PF). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

	DPPH mg TE/100 g materia seca	ABTS mg TE/100 g materia seca
B70 °C	101,1 \pm 0,7 ^a	60,0 \pm 1,6 ^a
PG	101,1 \pm 0,7 ^a	58 \pm 4 ^a
PF	84 \pm 2 ^b	62 \pm 2 ^a

Letras distintas ^(a, b, c...) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

En las tablas 10 y 11 se puede observar que los fenoles totales, el DPPH y las antocianinas monoméricas de los polvos de arándano grueso y del fino presentan diferencias estadísticamente significativas. Las dos granulometrías del polvo de arándano no presentan diferencias significativas en la capacidad antioxidante determinada mediante el método ABTS.

Los compuestos fenólicos son más abundantes en el polvo de arándano fino que en el grueso. Esto se puede deber a que el tamaño de partícula más pequeño facilita la accesibilidad del reactivo a los compuestos fenólicos. Sin embargo, hay mayor cantidad de componentes antioxidantes en el polvo de arándano grueso que en el fino, como se muestra en el resultado del análisis por DPPH, así como mayor cantidad de antocianinas monoméricas.

En el proceso de triturado del bagazo de arándano, se produce un aumento de la disponibilidad de los compuestos presentes en el mismo. Dado que en los arándanos el contenido en antocianinas y en fenoles es mayor en la piel (Pino-Pinto, 2007), cabría esperar un aumento de concentración de estos compuestos en el polvo de arándano con la granulometría más fina. En este estudio, esto solo se cumple para los compuestos fenólicos. Sin embargo, en términos absolutos, las diferencias que estadísticamente salen significativas no son relevantes. Teniendo en cuenta estos resultados, puede que la diferencia entre los tamaños de partícula de ambas

granulometrías no sea lo suficientemente importante como para causar diferentes comportamientos físico-químicos entre dichas granulometrías.

Así pues, se puede concluir que la capacidad antioxidante de los dos polvos de arándano estudiados no presenta diferencias en términos absolutos.

Los resultados obtenidos se compararon con algunos estudios. Si *et al.* (2016) obtuvieron un polvo de frambuesa mediante secado por aire caliente a 70 °C cuya capacidad antioxidante, medida mediante el método del DPPH, disminuyó tras el secado un 48,87%. La capacidad antioxidante del polvo de arándano obtenido en este estudio tan solo disminuyó un 31%. En otro estudio realizado por Kwok *et al.* (2004) se secaron fresas de junio (Saskatoon berries) por aire caliente a 75 °C. El contenido de antocianinas al final del secado se redujo al 15% de las antocianinas iniciales. El contenido en antocianinas de los arándanos se redujo un 34% tras el secado a 70 °C.

4.2.2. Isotermas

Uno de los aspectos más importantes para garantizar la calidad y estabilidad de los polvos alimenticios es conocer su grado de interacción con el agua. La isoterma de sorción de agua relaciona, a una temperatura constante, el contenido en agua (kg agua/kg materia seca) con la actividad termodinámica del agua en el producto, en un intervalo dado de humedad o actividad (Martínez-Navarrete *et al.*, 1998).

Si el polvo de arándano no se encuentra en equilibrio termodinámico con su entorno, ganará o perderá agua hasta alcanzarlo.

En la figura 3 se representan las isotermas de sorción obtenidas según el procedimiento especificado en el apartado de materiales y métodos para los polvos con las dos granulometrías.

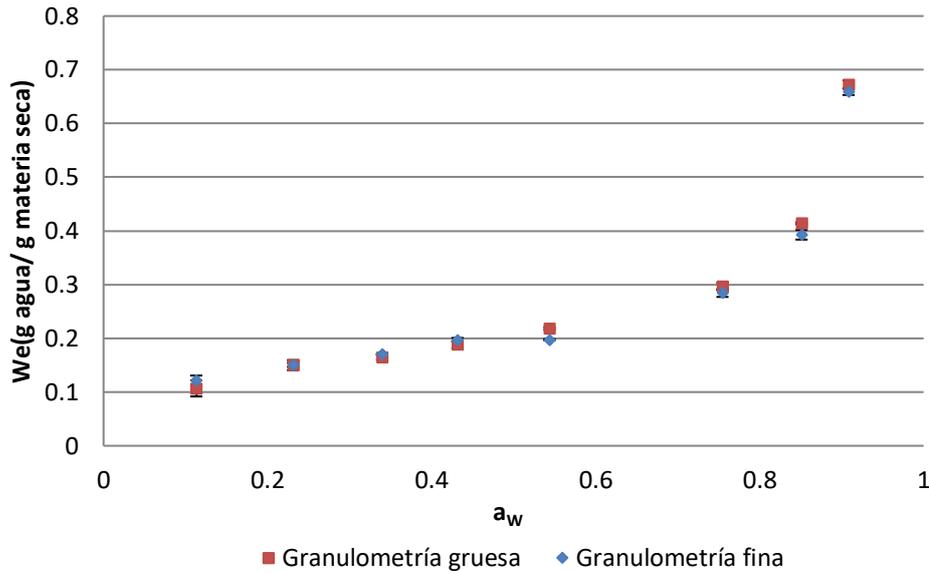


Figura 3. Isoterma de sorción a 20 °C para los polvos de arándano a las dos granulometrías ensayadas, la gruesa y la fina.

Entre los factores que influyen en la forma y característica de las isotermas en alimentos se incluyen la composición del producto, estado físico de sus componentes y la temperatura (Mosquera-Mosquera, 2010).

La isoterma representada en la figura 3 presenta el aspecto típico de las isotermas de productos ricos en azúcares. Se puede observar que la curva es convexa hacia el eje de abscisas, es decir, no tiene un verdadero punto de inflexión (Leung, 1986).

Además, se obtiene una curva sigmoideal que es muy parecida a la isoterma de tipo II de acuerdo con la clasificación de Brunauer (Brunauer *et al.*, 1940) confirmándose así que el parámetro C de las ecuaciones de BET y de GAB sea mayor que 2 (tabla 12).

Las isotermas fueron modelizadas mediante los modelos de BET (figura 4) y GAB (figura 5). El modelo de BET no se ajusta bien para actividades de agua superiores a 0,5; sin embargo, el de GAB, debido a la utilización de tres parámetros, permite el ajuste de datos experimentales de humedad de la muestra expresada en base seca (We) hasta un valor de actividad del agua de 0,75. Este último modelo, el de GAB, fue propuesto el modelo más adecuado para productos con alto contenido en azúcares, como lo son las frutas (Fabra *et al.*, 2009).

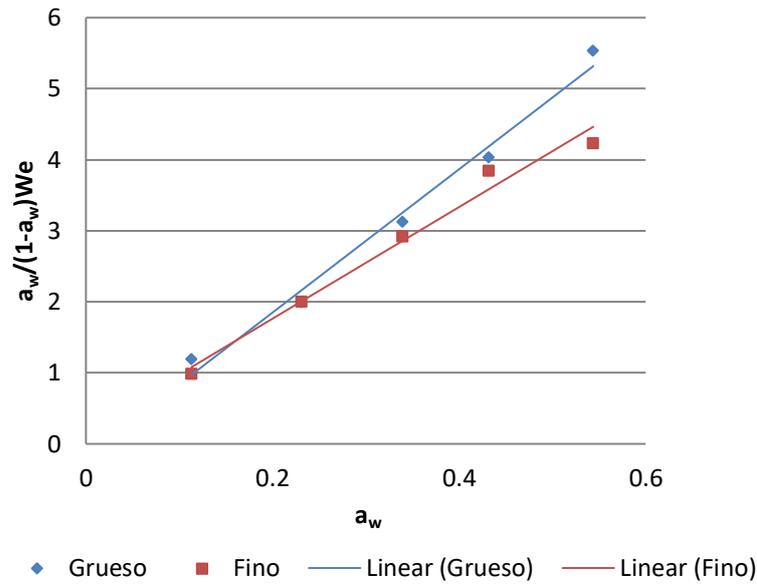


Figura 4. Resultados experimentales de las isothermas de sorción de los polvos de arándano grueso y fino y los respectivos ajustes según el modelo de BET.

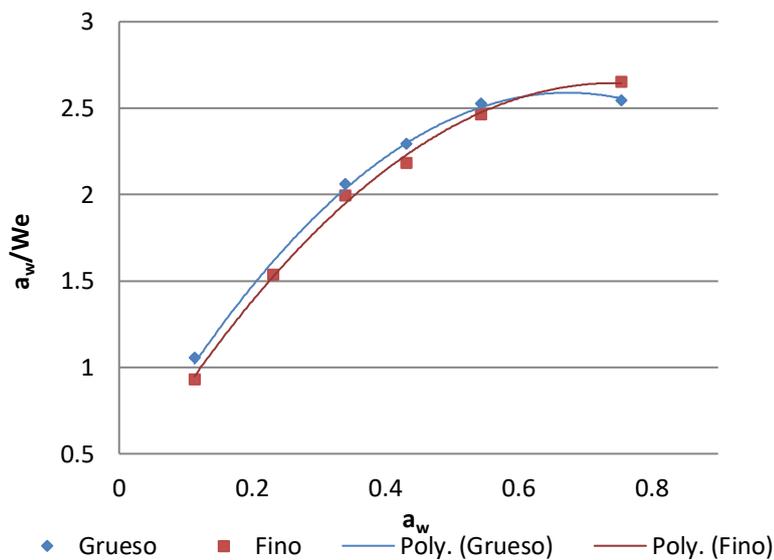


Figura 5. Resultados experimentales de las isothermas de sorción de los polvos de arándano grueso y fino y los respectivos ajustes según el modelo de GAB.

En la tabla 12 se presentan los parámetros W_0 , C y K de los modelos de BET y GAB y el valor de R^2 de las dos granulometrías de arándano. Como se puede observar, el modelo que mejor se ajusta al polvo de arándano es el modelo de GAB, cuya R^2 es más próxima a la unidad.

Tabla 12. Parámetros W_0 , C y K del modelo de BET y GAB y valor de R^2 de ambas granulometrías de arándano, polvo grueso (PG) y polvo fino (PF).

	Modelo de BET		Modelo de GAB	
	Parámetro	Valor	Parámetro	Valor
PG	W_0	0,099	W_0	0,141
	C	96,952	C	29,095
	R^2	0,988	K	0,712
			R^2	0,995
PF	W_0	0,124	W_0	0,149
	C	41,110	C	36,219
	R^2	0,981	K	0,653
			R^2	0,997

4.3. Evolución de las propiedades del polvo de arándano durante el almacenamiento

Las muestras de polvo de arándano de las dos granulometrías se almacenaron durante un total de 20 semanas con el fin de ver la evolución de sus propiedades.

En la tabla 13 se presenta la evolución durante el almacenamiento de la actividad de agua y humedad de los polvos de arándano estudiados.

Tabla 13. Evolución durante el almacenamiento durante 20 semanas de la actividad de agua (a_w) y humedad (x_w) (g agua/g muestra) del polvo de arándano grueso (PG) y del fino (PF). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

Tiempo (semanas)	a_w		x_w	
	PG	PF	PG	PF
0	0,236 \pm 0,004 ^a	0,198 \pm 0,055 ^a	0,017 \pm 0,002 ^a	0,0194 \pm 0,0006 ^a
4	0,2461 \pm 0,0013 ^{a, b}	0,218 \pm 0,010 ^{a, b}	0,024 \pm 0,005 ^b	0,022 \pm 0,003 ^a
8	0,2314 \pm 0,0012 ^{b, c}	0,254 \pm 0,006 ^{b, c}	0,030 \pm 0,005 ^{b, c}	0,026 \pm 0,002 ^b
12	0,219 \pm 0,004 ^c	0,305 \pm 0,003 ^{c, d}	0,0264 \pm 0,0013 ^{b, c}	0,0300 \pm 0,0004 ^c
16	0,276 \pm 0,014 ^d	0,3151 \pm 0,0002 ^d	0,029 \pm 0,004 ^{b, c}	0,0352 \pm 0,0006 ^d
20	0,311 \pm 0,008 ^e	0,2932 \pm 0,0014 ^d	0,0322 \pm 0,0013 ^c	0,0406 \pm 0,0004 ^e

Letras distintas (^{a, b, c, d, e,...}) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

La humedad de las muestras aumentará hasta que su actividad de agua se equilibre con la humedad relativa del aire de la cámara de almacenamiento (25-30%). Efectivamente, como se puede observar en la tabla 13, el equilibrado de las muestras implica un aumento paulatino de la humedad de las mismas durante el almacenamiento, tanto para la granulometría gruesa como para la fina.

Aunque los cambios en actividad de agua den diferencias estadísticamente significativas, en términos absolutos no presentan diferencias relevantes. Tanto el polvo de arándano grueso como el fino mantienen una actividad de agua muy baja durante las 20 semanas de su almacenamiento.

En la tabla 14 se presenta la evolución durante el almacenamiento de los fenoles totales y las antocianinas monoméricas. Se puede observar que el polvo de arándano grueso no sufrió ninguna pérdida de fenoles durante las 20 semanas que estuvo almacenado. No obstante, hay diferencia en el almacenamiento del polvo de arándano fino, donde los fenoles totales disminuyen un poco con respecto al mes inicial. Todo y que estas diferencias son estadísticamente significativas, no se consideran relevantes teniendo en cuenta el método mediante el cual fueron obtenidos los datos. Así pues, se puede concluir que los fenoles son estables durante el almacenamiento en las dos granulometrías.

Tabla 14. Evolución durante el almacenamiento de fenoles totales (mg GAE/100 g materia seca) y antocianinas monoméricas (mg glucósido-3-cianidina/100 g materia seca) del polvo de arándano grueso (PG) y del polvo de arándano fino (PF). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

Tiempo (semanas)	Fenoles totales mg GAE/100 g materia seca		Antocianinas monoméricas mg glucósido-3-cianidina/100 g materia seca	
	PG	PF	PG	PF
0	3,02 \pm 0,12 ^a	3,36 \pm 0,10 ^b	49 \pm 3 ^a	40 \pm 2 ^a
4	3,12 \pm 0,15 ^a	3,27 \pm 0,11 ^{a, b}	48 \pm 5 ^a	44 \pm 3 ^a
8	3,22 \pm 0,03 ^a	3,05 \pm 0,15 ^a	47 \pm 2 ^a	41 \pm 3 ^a
12	3,1 \pm 0,2 ^a	3,09 \pm 0,14 ^{a, b}	45 \pm 2 ^a	43 \pm 2 ^a
16	3,3 \pm 0,2 ^a	3,03 \pm 0,18 ^{a, b}	47 \pm 3 ^a	40 \pm 5 ^a
20	3,20 \pm 0,13 ^a	3,0 \pm 0,3 ^a	49 \pm 3 ^a	44 \pm 3 ^a

Letras distintas (^a, ^b, ^c, ^d, ^e,...) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

En la tabla 14 también se puede observar que el comportamiento de las antocianinas durante el almacenamiento del polvo de arándano a las dos granulometrías distintas no experimenta cambios significativos. Es decir, la degradación principal de las antocianinas es debida a la elevada temperatura del proceso de secado, como se ve en la tabla 5, y tras ésta, las antocianinas se mantienen muy bien durante el tiempo de almacenamiento.

Además, los cambios en la degradación de las antocianinas durante el procesado por aire caliente y el almacenamiento tienen un efecto directo en la percepción visual del color y en la estabilidad del producto final (Zoric *et al.*, 2017).

En un estudio realizado por Pheng *et al.* (2012) se propuso que un cambio en ΔE puede utilizarse para valorar las degradaciones en el color y cuantificar el grado de pardeamiento durante el procesado y almacenamiento del fruto de la serpiente.

Como se puede observar en las tablas 16 y 17, los cambios de color durante el almacenamiento de los polvos de arándano fueron mínimos, independientemente de la granulometría. Esto corrobora que las antocianinas no sufren una degradación relevante.

En la tabla 15 se presenta la actividad antioxidante medida mediante el método del DPPH y ABTS de los polvos de arándano grueso y fino durante el almacenamiento.

Tabla 15. Evolución durante el almacenamiento de la actividad antioxidante medida mediante el método del DPPH (mg TE/100 g materia seca) y ABTS (mg TE/100 g materia seca) de los polvos de arándano grueso (PG) y fino (PF). Resultados expresados mediante media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

Tiempo (semanas)	DPPH		ABTS	
	mg TE/100 g materia seca		mg TE/100 g material seca	
	PG	PF	PG	PF
0	101,1 \pm 0,7 ^d	84,2 \pm 1,5 ^a	58 \pm 4 ^a	61,9 \pm 2 ^a
4	87,6 \pm 0,9 ^b	86,9 \pm 2 ^b	61 \pm 3 ^a	61,9 \pm 1,2 ^a
8	91,6 \pm 0,6 ^c	86,9 \pm 0,6 ^b	60,3 \pm 1,7 ^a	63,1 \pm 0,2 ^a
12	104,9 \pm 0,8 ^{d, e}	85,5 \pm 0,5 ^b	59 \pm 2 ^a	62,6 \pm 0,3 ^a
16	107 \pm 3 ^e	86,4 \pm 1,5 ^b	60,5 \pm 1,8 ^a	63,37 \pm 0,18 ^a
20	82,7 \pm 1,5 ^a	76,3 \pm 0,2 ^b	59 \pm 3 ^a	61,8 \pm 1,2 ^a

Letras distintas (^{a, b, c, d, e,...}) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

Se observa que el DPPH se mantiene muy estable a lo largo del tiempo del almacenamiento. Esto ocurre tanto en el polvo de arándano grueso como en el fino. Las fluctuaciones que se observan en el polvo de arándano grueso hacen pensar que los cambios están relacionados con el procedimiento experimental.

La capacidad antioxidante de los polvos de arándano determinada mediante el método ABTS no se ve afectada durante el almacenamiento.

A continuación en la tabla 16 y 17 se presentan las coordenadas de color CIEL*a*b y la diferencia global de color respecto a la semana 0 de almacenamiento de los polvos.

Tabla 16. Coordenadas CIEL*a*b*, pureza de color (croma o saturación, C), tono (ángulo de matiz, h) y diferencia global de color (ΔE) respecto a la semana 0 de almacenamiento del polvo de arándano grueso (PG). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

Tiempo (semanas)	L*	a*	b*	ΔE	C	h
0	37,5 \pm 0,3 ^a	3,80 \pm 0,08 ^c	0,68 \pm 0,08 ^b	-	3,90 \pm 0,07 ^b	10,1 \pm 1,3 ^b
4	38,04 \pm 0,06 ^b	3,59 \pm 0,03 ^{a, b}	0,44 \pm 0,05 ^a	0,6 \pm 0,3 ^b	3,61 \pm 0,03 ^a	7,0 \pm 0,8 ^a
8	38,1 \pm 0,2 ^b	3,44 \pm 0,08 ^a	0,46 \pm 0,09 ^a	0,74 \pm 0,08 ^b	3,47 \pm 0,08 ^a	7,6 \pm 1,4 ^a
12	37,72 \pm 0,08 ^a	3,73 \pm 0,06 ^{b, c}	0,77 \pm 0,03 ^c	0,3 \pm 0,3 ^a	3,81 \pm 0,06 ^b	11,7 \pm 0,5 ^b
16	37,49 \pm 0,10 ^a	3,67 \pm 0,10 ^{b, c}	0,91 \pm 0,02 ^d	0,37 \pm 0,14 ^a	3,78 \pm 0,09 ^b	14,0 \pm 0,7 ^d
20	37,74 \pm 0,12 ^a	3,81 \pm 0,12 ^c	0,99 \pm 0,05 ^d	0,46 \pm 0,12 ^a	3,86 \pm 0,13 ^b	14,6 \pm 0,2 ^d

Letras distintas (^{a, b, c, d,...}) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

Tabla 17. Coordenadas CIEL*a*b*, pureza de color (croma o saturación, C), tono (ángulo de matiz, h) y diferencia global de color (ΔE) respecto a la semana 0 de almacenamiento del polvo de arándano fino (PF). Media \pm desviación estándar de tres repeticiones.

Tiempo (semanas)	L*	a*	b*	ΔE	C	h
0	37,71 \pm 0,12 ^c	3,81 \pm 0,12 ^c	0,99 \pm 0,05 ^d	-	3,93 \pm 0,13 ^c	14,6 \pm 0,2 ^d
4	36,6 \pm 0,2 ^{a, b}	3,49 \pm 0,07 ^a	0,3 \pm 0,2 ^a	1,32 \pm 0,08 ^a	3,45 \pm 0,12 ^a	4,1 \pm 2,9 ^a
8	36,69 \pm 0,04 ^{a, b}	3,501 \pm 0,013 ^a	0,4 \pm 0,4 ^b	1,18 \pm 0,12 ^a	3,511 \pm 0,014 ^a	6,6 \pm 1,3 ^b
12	36,71 \pm 0,121 ^a	3,50 \pm 0,014 ^a	0,46 \pm 0,03 ^{b, c}	1,3 \pm 0,2 ^a	3,533 \pm 0,012 ^a	7,5 \pm 0,5 ^{b, c}
16	36,78 \pm 0,03 ^{a, b}	3,53 \pm 0,04 ^a	0,502 \pm 0,013 ^{b, c}	1,19 \pm 0,16 ^a	3,721 \pm 0,011 ^b	8,2 \pm 0,3 ^{b, c}
20	36,85 \pm 0,07 ^b	3,67 \pm 0,01 ^b	0,59 \pm 0,03 ^c	1,0 \pm 0,2 ^a	3,724 \pm 0,013 ^b	9,2 \pm 0,5 ^c

Letras distintas (^{a, b, c, d,...}) indican diferencias significativas con un intervalo de confianza del 95%.

Se observa una diferencia de color estadísticamente significativa a lo largo del almacenamiento de ambos polvos de arándano. La diferencia global de color del polvo de arándano grueso fue menor a la del polvo fino, es decir, el color del polvo fino varió más que el del grueso. Aún así, los cambios son imperceptibles al ojo humano (Quirino-Lacerda *et al.*, 2016), con lo que se puede concluir que no son importantes. Después de su almacenamiento durante 20 semanas, los polvos mantienen prácticamente el color inicial.

5. CONCLUSIONES

Las temperaturas de secado estudiadas, 60 y 70 °C, para la estabilización del bagazo de arándano procedente de la elaboración de zumo no tuvieron un efecto lo suficientemente diferente en las propiedades físico-químicas y funcionales del bagazo como para compensar la pérdida de rendimiento asociada a una menor velocidad de secado.

La operación de triturado influyó en el contenido en fibra y sólidos solubles del producto final. Sin embargo, la capacidad antioxidante, la interacción con el agua y el color del polvo no se vieron afectados por el triturado.

Por último, tras un almacenamiento de 20 semanas, los polvos de arándano mantuvieron prácticamente las características iniciales, previas a dicho almacenamiento. Concretamente, la humedad de los polvos aumentó paulatinamente hasta alcanzar la humedad de equilibrio, la actividad de agua y la capacidad antioxidante se mantuvieron muy estables y además los cambios en el color no fueron apreciables.

Se puede concluir que el producto obtenido es muy estable independientemente de su granulometría. Teniendo en cuenta la diversidad de aplicaciones que tienen los polvos de frutas, y considerando los resultados del presente trabajo, se puede concluir que los polvos de arándano obtenidos mediante la combinación de secado por aire caliente y triturado constituyen un ingrediente atractivo y saludable para ser utilizado en la industria agroalimentaria.

6. BIBLIOGRAFÍA

- AJILA, C.M.; AALAMI, M.; LEELAVATHI, K.; PRASADARAO, U.J.S. (2010). Mango peel powder: A potential source of antioxidant and dietary fiber in macaroni preparations. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 11, 219-224.
- AYALA-ZAVALA, J.F.; VEGA-VEGA, V.; ROSAS-DOMÍNGUEZ, C.; PALAFOX-CARLOS, H.; VILLA-RODRIGUEZ, J.A.; WASIMSIDDQUI, M.; DÁVILA-AVIÑA, J.E.; GONZÁLEZ-AGUILAR, G.A. (2011). Agro-industrial potential of exotic fruit byproducts as a source of food additives. *Food Research International*, 44, 1866-1874.
- AOAC (2000). Official method 973.18. Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists, 18th edition. Association of Official Analytical Chemist, Arlington, VA, EEUU.
- BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. L. W. T. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Foodscience and Technology*, 28(1), 25-30.
- BRUNAUER, S.; DEMING, L. S. ; DEMING, W. E. ; Y TELLER, E. (1940). On a theory of the van der Waals adsorption of gases. *Journal of the American Chemical society*, 62(7), 1723-1732.

- CASTAGNINI, J. M. (2015). Estudio del proceso de obtención de zumo de arándanos y su utilización como ingrediente para la obtención de un alimento funcional por impregnación a vacío. Tesis Doctoral en Ciencia y Tecnología de Alimentos. Universitat Politècnica de València.
- CÖMERT, E.D.; GÖKMEN, V. (2018). Evolution of food antioxidants as a core topic of food science for a century. *Food Research International*, 105, 76-93.
- FABRA, M.J.; TALENS, P.; MORAGA, G.; MARTINEZ-NAVARRETE, N. (2009). Sorption isotherms and state diagrams of grapefruit as tool to improve product processing and stability. *Journal of Food Engineering*, 93, 52-58.
- FAO. (2013). Food waste footprint. Impacts on natural resources, visto el 22 de Mayo de 2018, <http://www.fao.org/food-loss-and-food-waste/es/>
- FERREIRA, M. S. L; SANTOS, M. C. P; MORO, T.M.A; BASTO, G.J; ANDRADE, R.M.S; GONÇALVES, E.C.B.A. (2015). Formulation and characterization of functional foods based on fruit and vegetable residue flour. *Food Science Technology*, 52 (2), 822-830.
- FORBES, P.; MANGAS-RAMIS, E.; PAGANO, N. (2009). Producción de arándanos. (Licenciatura). Universidad Nacional de La Pampa.
- GARAU, M.C.; SIMAL, S.; ROSSELLO, C.; FEMENIA, A. (2007). Effect of air-drying temperature on physico-chemical properties of dietary fibre and antioxidant capacity of orange (*Citrus aurantium v. Canoneta*) by-products. *Food Chemistry*, 104 (1), 1014-1024.
- GARCÍA, J.C.; GARCÍA, G.; CIORDIA, M. (2010). Situación actual del cultivo del arándano en el mundo, visto el 20 de Abril de 2018, <http://www.serida.org/pdfs/5566.pdf>
- GIUSTI, M.M.; WROLSTAD, R.E. (2001). Anthocyanins. Characterization and measurement with UV visible spectroscopy. In: *Current protocols in food analytical chemistry*, wrolstad RE (ed). JohnWiley&Sons, New York, USA, pp. 1–13
- GREENSPAN, L. (1977). Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions. *Journal of research of the national bureau of standards*, 81(1), 89-96.

- INGLETT, G. E.; CHEN, D.; LIU, S. X. (2015). Physical properties of gluten-free sugar cookies made from amaranth–oat composites. *LWT-Food Science and Technology*, 63(1), 214-220.
- JUNGMIN, L.; DURST, R.W.; WROLSTAD, R.E. (2005) "Determination of total monomeric anthocyanin pigment content of fruit juices, beverages, natural colorants, and wines by the pH differential method: collaborative study." *Journal of AOAC international*, 88(5), 1269-1278.
- KARAM, M.C. ; PETIT, J.; ZIMMER, D.; BAUDELAIRE-DJANTOU, E. ; SCHER, J. (2016). Effects of drying and grinding in production of fruit and vegetable powders: A review. *Journal of Food Engineering*, 188, 32-49.
- KATSUBE, T.; TSURUNAGA, Y.; SUGIYAMA, M.; FURUNO, T.; YAMASAKI, Y. (2009). Effect of airdrying temperature on antioxidant capacity and stability of polyphenolic compounds in mulberry (*Morus alba L.*) leaves. *Food Chemistry*, 113 (4), 964-969.
- KWOK, B.H.L.; HU, C.; DURANCE, T.; KITTS, D. D. (2004). Dehydration techniques affect phytochemical contents and free radical scavenging activities of Saskatoon berries (*Amelanchier alnifolia Nutt.*). *Journal of Food Science*, 69(3), 122-126
- LARIO, Y.; SENDRA, E.; GARCÍ, J.; FUENTES, C.; SAYAS-BARBERÁ, E.; FERNÁNDEZ-LÓPEZ, J.; PÉREZ-ALVAREZ, J. A. (2004). Preparation of high dietary fiber powder from lemon juice by-products. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 5(1), 113-117.
- LEUNG, 1986. Water activity and other colligative properties of foods. En: *Physical and chemical properties of foods*. Okos, M.R (Ed). American Society of agricultural Engineers.
- LICONA, A.I. (2013). Obtención de fibra dietética nutricional de valor agregado a partir de bagazo de caña. Doctoral dissertation.
- MAINLAND, C.H.; TUCKER, J. 2002. Blueberry health information, some new mostly review. *Acta Horticulturae*. (ISHS) 574: 39-43.
- MARTÍNEZ-NAVARRETE, M.; ANDRÉS-GRAU, A.M.; CHIRALT-BOIX, A.; FITO-MAUPOEY, P. (1998). Capítulo 3. Concepto de actividad del agua. In: *Universitat Politècnica de València Termodinámica y cinética de sistemas alimentos entorno*. 6th ed. España: Universitat Politècnica de València, 53-76.

- MERTENS, D.R. (2002). Gravimetric determination of amylase-treated neutral detergent fibre in feeds with refluxing beakers or crucibles: collaborative study. *Mertens: Journal of AOAC International*, 85(6): 1217-1240.
- MICHALSKA, A.; WOJDYŁO, A.; LECH, K.; ŁYSIAK, G.P.; FIGIEL, A. (2017). Effect of different drying techniques on physical properties, total polyphenols and antioxidant capacity of blackcurrant pomace powders. *LWT – Food Science and Technology*, 78 (1), 114-121.
- MINISTERIO DE AGRICULTURA Y PESCA, ALIMENTACIÓN Y MEDIO AMBIENTE. (2017). Visto el 4 de Marzo de 2018, <http://www.mapama.gob.es/es/estadistica/temas/estadisticas-agrarias/agricultura/superficies-producciones-anuales-cultivos>
- MOSQUERA-MOSQUERA, L.H. (2010). Influencia de la humedad y de la adición de solutos (maltodextrina o goma arábica) en las propiedades fisicoquímicas de borjón y fresa en polvo. (Tesis Doctoral). Universidad Politécnica de Valencia, Valencia.
- MOLYNEUX, P. (2004). The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakarin J. Sci. Technol*, 26(2), 211-219.
- NAWIRSKA, A.; FIGIEL, A.; KUCHARSKA, A.Z.; SOKÓŁ-ŁĘTOWSKA, A.; BIESIADA, A. (2009). Drying kinetics and quality parameters of pumpkin slices dehydrated using different methods. *Journal of Food Engineering*, 94 (1), 14-20.
- ORTEGA-RIVAS, E.; JULIANO, P.; YAN, H. (2006). *Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality*: Springer Science and Business Media.
- PAYET, B.; SHUM CHEONG SING, A.; SMADJA, J. (2005). Assessment of antioxidant activity of cane brown sugars by ABTS and DPPH radical scavenging assays: determination of their polyphenolic and volatile constituents. *Journal of agricultural and food chemistry*, 53(26), 10074-10079.
- PHENG ONG, S.; LAW, C. L.; HUI, C. L. (2012). Effect of pre-treatment and drying method on colour degradation kinetics of dried salak fruit during storage. *Food and Bioprocess Technology*, 5(6), 2331-2341.

- PINO-PINTO, C.M. (2007). Descripción del desarrollo vegetativo y de las características físicas y químicas de los frutos de cuatro clones de arándano alto (*Vaccinium corymbosum* L.). (Tesis Doctoral). Universidad Austral de Chile, Chile.
- QUIRINO-LACERDA, E.C; DE ARAÚJO-CALADO, V.M.; MONTEIRO, M.; FINOTELLI, P.V.; GUEDES-TORRES, A.; PERRONE, D. (2016). Starch, inulin and maltodextrin as encapsulating agents affect the quality and stability of jussara pulp microparticles. *Carbohydrate Polymers*, 151 (1), 500-510.
- RE, R., PELLEGRINI, N.; PROTEGGENTE, A.; PANNALA, A.; YANG, M.; RICE-EVANS, C. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free radical biology and medicine*, 26(9), 1231-1237.
- REDCORN, R.; FATEMI, S.; ENGELBERTH, A. S. (2018). Comparing End-Use Potential for Industrial Food-Waste Sources. *Engineering*, 4, 1-14.
- ROCKLAND, L.B.; STEWART, G.F. (1981). Water activity: influences on food quality. Academic Press, New York, 921.
- RODRÍGUEZ-DURÁN, L. V.; VALDIVIA-URDIALES, B.; CONTRERAS-ESQUIVEL, J. C.; RODRÍGUEZ-HERRERA, R.; Y AGUILAR, C. N. (2010). Química y biotecnología de la tanasa. *Revista Científica*, 2(4).
- RUDY, S.; DZIKI, D.; KRZYKOWSKI, A.; GAWLIK-DZIKI, U.; POLAK, R.; RROZYLO, R.; KULIG, R. (2015). Influence of pre-treatments and freeze-drying temperature on the process kinetics and selected physico-chemical properties of cranberries (*Vaccinium macrocarpon* Ait.). *LWT - Food Science and Technology*, 63 (1), 497-503.
- SÁEZ, R. (2017). Caracterización de polvos de piel de mandarina para su uso como ingrediente funcional en alimentos. Universidad Politécnica de Valencia. Trabajo final de máster en Ingeniería Agronómica. 1-42.
- SI, X.; CHEN, Q.; BI, J.; WU, X.; YI, J.; ZHOU, L.; LI, Z. (2016). Comparison of different drying methods on the physical properties, bioactive compounds and antioxidant activity of raspberry powders. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 96(6), 2055-2062.
- SINGH-OBEROI, D.P.; SINGH-SOGI, D. (2017). Prediction of lycopene degradation during dehydration of watermelon pomace (cv Sugar Baby). *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 16 (1), 97-103.

- SINGLETON, V. L.; ORTHOFER, R.; LAMUELA-RAVENTÓS, R. M. (1999). [14] Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent. *Methods in enzymology*, 299, 152-178.
- SMITH, P. G. (2008). Applications of fluidization to food processing introduction (pp. 116-117). Wiley-Blackwell.
- SOMSONG, P.; SRZEDNICKI, G.; KONCZAK, I.; LOHACHOOMPOL, V. (2010). Effects of preconditioning on quality of dried blueberries. *Julius-Kühn-Archiv*, 425 (1), 264-269.
- VATTEM, D.A.; LIN, Y.T.; LABBE, R.G.; SHETTY, K. (2004). Phenolic antioxidant mobilization in cranberry pomace by solid-state bioprocessing using food grade fungus *Lentinus edodes* and effect on antimicrobial activity against select food borne pathogens. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 5 (1), 81-91.
- WANG, H.; GUO, X.; HUA, X.; LI, T.; FU, X.; LIU, R-H. (2017). Comparison of phytochemical profiles, antioxidant and cellular antioxidant activities of different varieties of blueberry (*Vaccinium spp.*). *Food Chemistry*, 217, 773-781.
- WOLF, W.; SPIESS, W. E. L.; JUNG, G. (1985). Standardization of Isotherm Measurements (Cost Project 90 and 90 bis). En: Simatos, D., Multon, J. L. (eds). Properties of Water in Foods. Martinus Nijhoff, *Dordrecht*, 661–679.
- WOLFE, K.; WU, X.; LIU, R. H. (2003). Antioxidant activity of apple peels. *Journal of agricultural and foodchemistry*, 51(3), 609-614.
- YU, L.; HALEY, S.; PERRET, J.; HARRIS, M. (2002). Antioxidant properties of hard winter wheat extracts. *Food chemistry*, 78(4), 457-461.
- ZIELINSKA, M.; MICHALSKA, A. (2016). Microwave-assisted drying of blueberry (*Vacciniumcorymbosum L.*) fruits: Drying kinetics, polyphenols, anthocyanins, antioxidant capacity, colour and texture. *Food Chemistry*, 212 (1), 671-680.
- ZORIC, Z.; PELAIC, Z.; PEDISIC, S.; GAROFULIC, I.E.; KOVACEVI, D.B.; DRAGOVIC-UZELAC, V. (2017). Effect of storage conditions on phenolic content and antioxidant capacity of spray dried sour cherry powder. *LWT – Food Science and Technology*, 79 (1), 251-259.