

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIERÍA AGRONÓMICA Y
DEL MEDIO NATURAL



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA

DIFERENCIA COMPOSICIONAL DE LOS COPRODUCTOS DEL ZUMO Y EL PURÉ DE NARANJA

TRABAJO FINAL DE GRADO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE LOS ALIMENTOS

ALUMNA: Isabel Ustero Patiño

TUTORA: María del Mar Camacho Vidal

COTUTORA: Nuria Martínez Navarrete

TUTOR EXPERIMENTAL: Alberto Yuste Del Carmen

Curso académico: 2020-2021

VALENCIA, julio 2021

Diferencia composicional de los coproductos del zumo y el puré de naranja

Autora: Dña. Isabel Ustero Patiño

Tutora: Prof. Dña. María del Mar Camacho Vidal

Cotutora: Dña. Nuria Martínez Navarrete

Cotutor experimental: D.Alberto Yuste Del Carmen

Valencia, julio de 2021

RESUMEN:

Como resultado de las diferentes actividades de la industria agroalimentaria, se genera una gran cantidad de residuos orgánicos que deben ser gestionados de manera adecuada ya que impactan negativamente sobre el medio ambiente. Cada vez más, se busca una revaloración de estos desechos para encontrar los beneficios que pueden aportar a los seres vivos. Con relación a la producción de naranjas, algunas industrias de transformación reutilizan los residuos provenientes de esta fruta obteniendo productos destinados al consumo animal, sin plantear la posibilidad de extraer compuestos bioactivos o utilizarlos de manera que se puedan emplear como ingredientes funcionales en alimentación humana saludable. Para poder encontrar su mejor uso, y con la intención de aplicarlo en forma de polvo por la mayor facilidad de manejo y mayor vida útil, se ha buscado tenerlo, previamente, debidamente caracterizado. La composición de estos coproductos, compuestos principalmente por piel, en el caso de la industria de las conservas, y piel, segmentos y zumo, en el caso de la industria de extracción de zumo, es similar pero no igual y por eso se ha realizado una comparación entre ambos, ya que la diferente composición podría dar lugar a productos en polvo con diferentes propiedades y, por tanto, con distintos usos. En este sentido, en este trabajo se ha realizado un análisis proximal de los coproductos del zumo y del puré de naranja determinando la humedad, azúcares totales, proteínas, cenizas, grasas y fibra dietética total, soluble e insoluble. Además, se ha analizado el contenido en vitamina C, hesperidina y narirutina, viendo también cómo afecta la adición de goma arábiga (GA) y almidón esterificado con ácido octenil succínico (OSA) a su estabilidad. Los resultados han mostrado que ambos coproductos son similares en macrocomponentes pero el proveniente del zumo es más rico en compuestos bioactivos. Los biopolímeros añadidos no parecen ejercer un claro efecto protector sobre estos compuestos.

Palabras clave: alimentación humana, composición, bioactivos, industria, residuos, coproductos, naranjas, goma arábiga, almidones esterificados con ácido octenil succínico (OSA).

Diferència composicional dels coproductes del suc i el puré de taronja.

RESUM:

Com a resultat de les diferents activitats de la indústria agroalimentària, es genera una gran quantitat de residus orgànics que han de ser gestionats de manera adequada ja que impacten negativament sobre el medi ambient. Cada vegada més, es busca una revaloració d'aquestes rebutjos per a trobar el benefici que poden aportar als éssers vius. En relació amb la producció de taronges, algunes indústries de transformació reutilitzen els residus provinents d'aquesta fruita obtenint productes destinats al consum animal, sense plantejar la possibilitat d'extraure compostos bioactius o utilitzar-los de manera que es puguin emprar com a ingredients funcionals en alimentació humana saludable. Per a poder trobar el seu millor ús, i amb la intenció d'aplicar-lo en forma de pols per la major facilitat de maneig i major vida útil, s'ha buscat tenir-ho, prèviament, degudament caracteritzat. La composició d'aquests coproductes, compostos principalment per pell, en el cas de la indústria de les conserves, i pell, segments i suc, en el cas de la indústria d'extracció de suc, és similar però no igual i per això s'ha realitzat una comparació entre tots dos, ja que la diferent composició pot donar lloc a productes en pols amb diferents propietats i per tant diferents usos. En aquest sentit, en aquest treball s'ha realitzat un anàlisi proximal dels dos coproductes determinant la humitat, sucres totals, proteïnes, cendres, greixos i fibra dietètica total, soluble i insoluble. A més, s'ha analitzat el contingut en vitamina C, hesperidina i narirutina, veient també com afecten en aquests l'addició de goma aràbiga (GA) i almidon esterificat amb àcid octenil succínic (OSA). Els resultats han mostrat que tots dos coproductes són similars en macrocomponents però el provinent del suc és més ric en compostos bioactius. Els biopolímers afegits no semblen exercir un clar efecte protector sobre aquests compostos.

Paraules clau: alimentació humana, composició, bioactius, indústria, residus, coproductes, taronges, goma aràbiga, almidons esterificats amb àcid octenil succínic (OSA).

Compositional difference of co-products of orange juice and orange puree

ABSTRACT:

As a result of the different activities of the agri-food industry, a large amount of organic waste is generated, which must be properly managed as it has a negative impact on the environment. Increasingly, a re-evaluation of this waste is being sought in order to find the benefits it can bring to living beings. In relation to the production of oranges, some processing industries reuse the waste from this fruit to obtain products for animal consumption, without considering the possibility of extracting bioactive compounds or using them as functional ingredients in healthy human food. In order to find the best use for them, and with the intention of applying them in powder form because they are easier to handle and have a longer useful life, we have sought to have them duly characterised beforehand. The composition of these co-products, composed mainly of peel, in the case of the canning industry, and peel, segments and juice, in the case of the juice extraction industry, is similar but not the same, which is why a comparison has been made between the two, as the different composition could give rise to powdered products with different properties and therefore different uses. In this sense, in this work, a proximal analysis of the two co-products has been carried out, determining the moisture, total sugars, proteins, ashes, fats and soluble and insoluble dietary fibre. In addition, the content of vitamin C, hesperidin and narirutin to see how the addition of gum arabic (GA) and esterified starch with octenyl succinic acid (OSA) affect its stability. The results have shown that both co-products are similar in macrocomponents but the one from the juice is richer in bioactive compounds. The added biopolymers do not appear to exert a clear protective effect on these compounds.

Key words: human food, composition, bioactives, industry, residues, co-products, oranges, arabic gum, esterified starches with octenyl succinic acid (OSA).

ÍNDICE

1. Introducción	1
2. Objetivos	3
3. Materiales y Métodos	4
3.1. Materiales	4
3.2. Metodología	4
3.2.1. Obtención de los coproductos y sus formulaciones.....	5
3.2.2. Liofilización.....	5
3.2.3. Análisis proximal.....	5
3.2.3.1. Determinación de la humedad.....	5
3.2.3.2. Determinación de azúcares totales.....	5
3.2.3.3. Determinación de proteínas.....	6
3.2.3.4. Determinación de las cenizas.....	6
3.2.3.5. Determinación de grasa.....	7
3.2.3.6. Determinación de fibra.....	7
3.2.4. Análisis de compuestos bioactivos.....	7
3.2.4.1. Análisis de vitamina C.....	7
3.2.4.2. Análisis de hesperidina y naruritina.....	8
3.2.4.3. Análisis estadístico.....	8
4. Resultados.....	9
5. Conclusiones.....	14
6. Bibliografía.....	15

TABLAS

TABLA 1. Formulaciones de los coproductos del zumo (CoZ) y del puré (CoP) obtenidos en este estudio.....4

TABLA 2. Caracterización proximal de los coproductos del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de la naranja. Datos expresados en g de componente / 100 gramos de muestra sin diluir y antes de liofilizar.....9

TABLA 3. Contenido en compuestos bioactivos analizados a los coproductos del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de la naranja. Datos expresados en mg compuesto/100 g muestra sin diluir y antes de liofilizar9

ECUACIONES

ECUACIÓN 1. Porcentaje en proteínas.....6

ECUACIÓN 2. Porcentaje en grasa.....7

FIGURAS

FIGURA 1. Contenido de vitamina C (VC) en las diferentes formulaciones del coproducto del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de naranja referido a la muestra sin diluir, sin biopolímeros y antes de liofilizar. Según se describe en la metodología, GA1 y GA2: muestras con goma arábica añadida; OSA: muestra con almidón OSA añadido. Para cada coproducto, letras mayúscula o minúscula diferentes indican diferencias significativas entre muestras ($p < 0,05$).....10

FIGURA 2 Contenido de hesperidina (HES) en las diferentes formulaciones del coproducto del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de naranja referido a la muestra sin diluir, sin biopolímeros y antes de liofilizar. Según se describe en la metodología, GA1 y GA2: muestras con goma arábica añadida; OSA: muestra con almidón OSA añadido. Para cada coproducto, letras mayúscula o minúscula diferentes indican diferencias significativas entre muestras ($p < 0,05$).....11

FIGURA 3. Contenido de narirutina (NAT) en las diferentes formulaciones del coproducto del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de naranja referido a la muestra sin diluir, sin biopolímeros y antes de liofilizar. Según se describe en la metodología, GA1 y GA2: muestras con goma arábica añadida; OSA: muestra con almidón OSA añadido. Para cada coproducto, letras mayúscula o

minúscula diferentes indican diferencias significativas entre muestras (p<0,05).....11

FIGURA 4. Contenido de vitamina C (VC) de las diferentes formulaciones del coproducto del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de naranja liofilizados, referido a la muestra sin diluir, sin biopolímeros y antes de liofilizar. Según se describe en la metodología, GA1 y GA2: muestras con goma arábica añadida; OSA: muestra con almidón OSA añadido. Para cada coproducto, letras mayúscula o minúscula diferentes indican diferencias significativas entre muestras (p<0,05). Para cada muestra, la línea horizontal indica el contenido medio en la misma muestra antes de liofilizar.....12

FIGURA 5. Contenido de hesperidina (HES) de las diferentes formulaciones del coproducto del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de naranja liofilizados, referido a la muestra sin diluir, sin biopolímeros y antes de liofilizar. Según se describe en la metodología, GA1 y GA2: muestras con goma arábica añadida; OSA: muestra con almidón OSA añadido. Para cada coproducto, letras mayúscula o minúscula diferentes indican diferencias significativas entre muestras (p<0,05). Para cada muestra, la línea horizontal indica el contenido medio en la misma muestra antes de liofilizar.....13

FIGURA 6. Contenido de narirutina (NAT) de las diferentes formulaciones del coproducto del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de naranja liofilizados, referido a la muestra sin diluir, sin biopolímeros y antes de liofilizar. Según se describe en la metodología, GA1 y GA2: muestras con goma arábica añadida; OSA: muestra con almidón OSA añadido. Para cada coproducto, letras mayúscula o minúscula diferentes indican diferencias significativas entre muestras (p<0,05). Para cada muestra, la línea horizontal indica el contenido medio en la misma muestra antes de liofilizar.....13

1. Introducción

Las frutas y las verduras son componentes esenciales de una dieta saludable, y un consumo diario suficiente podría contribuir a la prevención de enfermedades importantes. Un informe de la Organización Mundial de la Salud (OMS) y la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO) recomienda como objetivo poblacional la ingesta de un mínimo de 400 g diarios de frutas y verduras (WHO, 2021). El consumo de frutas en la dieta mediterránea se presenta como una de las mejores vías para obtener las vitaminas y los minerales necesarios para el correcto funcionamiento del organismo. Además, aportan sustancias no nutrientes beneficiosas, como fitoesteroles, flavonoides y otros compuestos bioactivos con propiedades antioxidantes, entre otras (Martínez-Navarrete, Camacho Vidal, & Martínez-Lahuerta, 2008).

Enfocándonos dentro del sector de los cítricos, una de las mayores producciones en estos últimos años, la de naranjas, a escala mundial ha generado una cifra de 54,3 millones de toneladas en 2018/2019, de la cual el 12% corresponde a la Unión Europea. En la superficie citrícola cultivada en España, el naranjo ocupa el 48% del total de las hectáreas citrícolas, siendo Valencia la región productora con más superficie citrícola acaparando el 56,2% del total nacional (Valencia Fruits, 2019). Estudios recientes evidencian que se ha experimentado una subida importante en la producción de dicha fruta desde principios de 2020 debido a la mayor demanda de alimentos sanos y nutritivos, por parte de los consumidores, en respuesta a la propagación de la COVID-19 (FAO, 2021).

Del total de la producción mundial de naranjas, el 20 % se vende como frutos enteros, mientras que el resto se usa para hacer productos de cuarta gama, conservas, jaleas, zumos, néctares y otros productos procesados (FAO, 2020). Esta forma de consumo, aumenta su disponibilidad a lo largo del año y permite aprovechar los excedentes de producción que, por diversos motivos, no pueden ser absorbidos por el mercado de consumo en fresco (Borrego, Ángulo, Costaber, & Jodral, 1996; Elez-Martínez, Aguilo-Aguayo, & Martín-Belloso, 2006; Wu-Ng, Benlloch-Tinoco, García-Martínez, & Martínez-Navarrete, 2013). En cualquier caso, aproximadamente el 50% de peso total del fruto se convierte en residuo y por tanto hay que buscarle una alternativa que nos permita rentabilizar esa pérdida de producto siguiendo el principio de la economía circular (Parlamento europeo, 2021). Estos residuos que se generan, piel, en la industria de las conservas, y piel, segmentos y zumo, en el caso de la industria de zumo, tiene una interesante composición nutricional y potencial valor funcional, lo que sugiere su aplicación como coproducto en la industria de la alimentación, pero también en la farmacéutica o cosmética. De hecho, la gran popularidad de los cítricos, especialmente la de la naranja, se debe a sus características dietético-saludables, las cuales encontramos también en el coproducto. En este sentido, el coproducto implica un aporte importante de vitamina C, sustancia hidrosoluble con una gran capacidad antioxidante, que el ser humano es incapaz de sintetizar por sí mismo y que es fundamental en la regulación de ciertas funciones vitales, a la vez que juega un papel importante en la prevención de la gripe y el resfriado, así como en el tratamiento de la enfermedad del escorbuto, entre otras enfermedades (Stern-Freifeld, 2008). También aporta otros compuestos con capacidad antioxidante como son los fenoles, mayormente hesperidina, y carotenoides. Los antioxidantes previenen o retardan la oxidación

mediante la eliminación o neutralización de los radicales libres (Gavilanez, 2017). Éstos son átomos o grupos de átomos que cuando se presentan en un nivel elevado, pueden producir un riesgo en el organismo, provocando enfermedades comunes tales como problemas cardiacos, inflamaciones, cáncer, problemas respiratorios e incluso un envejecimiento acelerado de las células, entre otros (Peña, 2016). Tampoco se debe olvidar la presencia de otra serie de compuestos bioactivos presentes en la naranja y especialmente en su corteza, la fibra, que también tiene efectos beneficiosos para la salud. Así pues, la importancia de la presencia de la fibra dietética en la dieta se fundamenta en la prevención de enfermedades crónicas, ya que diversos estudios epidemiológicos afirman que un alto consumo de fibra está relacionado con una menor incidencia de diabetes, hipertensión arterial y obesidad (Jenkins, Jenkins, Wolever, Collier, & Rao, 1987 ; AACC, 2001).

Relacionado con la situación actual, la fitoterapia constituye una alternativa para el tratamiento preventivo y sintomático de la COVID-19, en la que el coproducto de la naranja podría ser muy útil debido a que los flavonoides presentes en la corteza del fruto cítrico muestran acciones como broncodilatador, inmunomodulador, antioxidante, diurético, entre otras acciones beneficiosas. Se ha demostrado que la naranja dulce provoca reducción de la permeabilidad vascular y el edema, así como inhibe la liberación de mediadores químicos broncoconstrictores. A parte, su asociación con otras mezclas herbáceas potencia los beneficios curativos de estos contra el virus (Morales Pérez, y otros, 2020).

En este sentido, viendo todos los beneficios que este coproducto puede aportar, sería interesante proponer su uso como ingrediente para la alimentación humana. Con este fin, parece adecuado pensar en un producto en polvo para su fácil manejo y distribución, mayor estabilidad, versatilidad, menor volumen o peso y una reducción del coste de transporte y almacenamiento. Además, los productos en polvo ya gozan de gran popularidad en la industria alimentaria para ser utilizados de forma sencilla y rápida como aditivo, aliño o en la formulación de otros alimentos (Cuq, y otros, 2013). En cualquier caso, sea cual sea el procesado del coproducto para la obtención del polvo, éste debe asegurar la máxima retención de los compuestos bioactivos.

La encapsulación es una tecnología que permite atrapar componentes sensibles en una matriz, homogénea o heterogénea, para la preservación o protección de numerosos ingredientes comerciales, tanto en usos alimenticios, como farmacéuticos, químicos y cosméticos (Lian, Hsiao, & Chou, 2003; Fuch, y otros, 2006; Shu, Yu, Zhao, & Liu, 2006; Deladino, Anbinder, Navarro, & Martino, 2008; da Costa, y otros, 2011; Nazzaro, Orlando, Fratianni, & Coppola, 2011). La industria alimentaria aplica la encapsulación por varias razones: para estabilizar el agente activo, para controlar la liberación del material encapsulado (velocidad y forma de liberación) y para separar componentes reactivos o incompatibles (Dziezak, 1988). El objetivo de este proceso es proteger el componente activo de las condiciones del medio (temperatura, luz, oxígeno, pH, enzimas, presencia de otros compuestos), las cuales disminuyen su efecto beneficioso en el producto para el cual está dirigido (Dziezak, 1988; Shefer & Shefer, 2003; Pszezola, 2005; Chen, Remondetto, & Subirade, 2006). Las principales técnicas utilizadas en la encapsulación son la atomización y la liofilización (Rezvankhah, Emam-Djomeh, & Askari, 2020). Para este trabajo se ha utilizado la liofilización, por ser una de las técnicas más adecuada para la conservación de compuestos termolábiles, como son muchos de los compuestos bioactivos presentes en las frutas, y por su alto rendimiento en productos de fruta (Silva-Espinoza, Ayed, Foster, Camacho, & Martínez-Navarrete, 2020; Casanova, 2014). Entre los agentes encapsulantes encontramos diferentes

biopolímeros que ayudan a proteger y transportar los compuestos activos que van dirigidos a ejercer diferentes funciones específicas (Chen, Remondetto, & Subirade, 2006; Niebla, 2009). En este proyecto se ha trabajado con dos de ellos, la goma arábiga (GA) y el almidón esterificado con ácido octenil succínico (OSA).

La goma arábiga es el exudado natural de la Acacia de Senegal. Se trata de una mezcla compleja de proteína y un heteropolisacárido de alto peso molecular, de estructura muy ramificada, con la cadena principal formada por uniones glicosídicas β -D-(1 \rightarrow 3) de unidades de D-galactopiranososa. Las cadenas laterales tienen una gran variedad de estructuras químicas formadas por D-galactopiranososa, L-ramnosa, L-arabinofuranosa y ácido D-galacturónico, unidos a la cadena principal por enlaces β -(1 \rightarrow 6) (Gabas, Telis, Sobral, & Telis-Romero, 2007; Atgié, Garrigues, Chennevière, Masbemat, & Roger, 2019) La GA, por sus características estructurales, presenta un carácter anfifílico, lo que le permite absorber en superficies lipofílicas y actuar como coloide protector. Es un agente emulsionante extremadamente importante y comúnmente empleado en la industria alimentaria, que mantiene su función eficazmente en diferentes condiciones (bajo pH, alta fuerza iónica, etc.).

El almidón es un homopolisacárido que consiste en un gran número de unidades de glucosa que, unidas por enlaces glucosídicos, se estructuran como amilosa y amilopectina (Anal & Singh, 2007; Niebla, 2009). El almidón esterificado con ácido octenil succínico, almidón OSA, se caracteriza por ser un polímero obtenido mediante modificaciones químicas para mejorar las propiedades químicas, fisicoquímicas y funcionales del almidón nativo. La estabilización mediante OSA consiste en la ganancia de elementos hidrófobos (grupos octenilo) por parte de la molécula de almidón, que es hidrófila por naturaleza y por tanto tiene una alta afinidad por el agua y baja solubilidad, lo que limita su manipulación (Dokić, Krstonošić, & Nikolić, 2012). Los gránulos de almidón OSA en contacto con el agua, migran a la interfase aire/agua formando una capa en la cual los grupos hidrófobos se orientan hacia el aire mientras que el resto del almidón se dispersa en el agua, reduciendo así la tensión superficial, y por tanto mejorando la humectabilidad. Por esta razón los almidones OSA son utilizados como emulsificantes y estabilizantes en muchos productos alimenticios, cosméticos y en diferentes sistemas aceite-agua. Además, estos almidones se han utilizado ampliamente para hacer microcápsulas sólidas que contienen compuestos hidrofóbicos: aceites esenciales, aceites de pescado, aceites de plantas y aceites de la dieta (Sweedman, Tizzotti, Schäfer, & Gilbert, 2013). Este efecto encapsulante podría ayudar a proteger compuestos liposolubles como son muchos de los compuestos fenólicos y carotenoides presentes en los coproductos de la naranja.

2. Objetivos:

El objetivo de este trabajo es realizar una caracterización composicional del coproducto de la naranja, haciendo una diferenciación entre el coproducto proveniente del pelado de la naranja y el de la obtención de su zumo, en cuanto a humedad, azúcares totales, proteínas, cenizas, grasas y fibra dietética total, soluble e insoluble. Como objetivo adicional se propone estudiar la estabilidad de la vitamina C, hesperidina y narirutina de los coproductos, sin y con la adición de GA y OSA, frente al secado. Todo esto, con la finalidad de encontrar su mejor uso y poderlos emplear como ingredientes funcionales en alimentación humana saludable.

3. Materiales y métodos:

3.1. Materiales.

La materia prima de partida fue naranja (*Citrus sinensis* L. variedad Navel Lane Late) comprada en un supermercado de Valencia. Previa utilización, se procedió a lavarla con agua frotando suavemente con un estropajo limpio para eliminar cualquier rastro adherido a la epidermis de éstas. Para las formulaciones involucradas en este estudio se utilizaron dos biopolímeros: GA (Scharlab, Sentmenat, España) y OSA (Nutriose FM10 ©, Roquette, Benifaió, España).

3.2. Metodología.

3.2.1. Obtención de los coproductos y sus formulaciones.

Los coproductos del zumo de naranja (flavado, albedo, celdillas y restos de zumo) y del puré de naranja (flavado y albedo) se obtuvieron después de exprimir (Exprimidor Lacor menaje profesional S.L., Guipúzcoa, España) y pelar (Peladora Pelamatic S.L., Albalat de la Ribera, España) las naranjas de un mismo lote, respectivamente.

Con ambos coproductos se prepararon diferentes formulaciones: sin biopolímeros, adicionando GA durante el emulsionado y añadiendo GA u OSA después de haber preparado la emulsión (**Tabla 1**).

Tabla 1. Formulaciones de los coproductos del zumo (CoZ) y del puré (CoP) obtenidos en este estudio.

Tipo de Formulación	Coproducto zumo/puré (g)	H ₂ O (ml)	Biopolímero GA/OSA (g)
CoZ/CoP	100	37,8	0
CoZGA1/CoPGA1 ⁽¹⁾	100	37,8	7
CoZGA2/CoPGA2 ⁽²⁾	100	37,8	7
CoZOSA/CoPOSA ⁽²⁾	100	37,8	7

⁽¹⁾ Biopolímero añadido en disolución durante el emulsionado

⁽²⁾ Biopolímero añadido después de preparar la emulsión de coproducto con agua.

Los coproductos se trituraron y emulsionaron (Eurofred, España) con agua, añadida en la mínima cantidad que permitía una correcta trituración del coproducto. El agua se adicionó únicamente con la intención de facilitar el proceso, puesto que el coproducto de la naranja no contiene la suficiente cantidad de ésta para que al triturar se quede una mezcla suficientemente homogénea. La trituración se llevó a cabo durante 3 min por 1,5 kg de muestra. Los coproductos del zumo y el puré con el agua añadida se llamaron CoZ y CoP, respectivamente.

CoZGA1 y CoPGA1 se obtuvieron de la misma manera, pero disolviendo los 7 g de GA en la mínima cantidad de agua que permite su disolución (21 mL), con ayuda de la agitación magnética. Esta mezcla se mantuvo durante 24 h en refrigeración, añadiendo posteriormente los 16,8 mL de agua restantes para formar la emulsión.

CoZGA2, CoPGA2, CoZOSA y CoPOSA se obtuvieron añadiendo los 7 g GA u OSA después de haber preparado la emulsión inicial, es decir, una vez preparadas CoZ y CoP. La mezcla se realizó con un robot Keenwood Chef (Gran Bretaña) durante 2 min a una velocidad 1.

Todas las muestras fueron vertidas en bandejas de aluminio de 7 x 10 cm hasta llegar a 1 cm de espesor y se congelaron y almacenaron en un arcón congelador (Liebherr LGT 2325, Alemania) a -45 °C, durante al menos 24h hasta su secado por liofilización.

3.2.2. Liofilización:

El secado se realizó en un liofilizador (Telstar LYOQUEST-55, España). Las condiciones del proceso fueron de -50 °C en el condensador, una presión de 0,05 mbar y con las bandejas calefactadas a 50 °C durante 21 horas.

3.2.3. Análisis proximal.

A las muestras CoZ y CoP se les analizó el contenido de azúcares totales, proteínas, cenizas, grasa y fibra, tal y como se describe a continuación. A todas las muestras, sin y con biopolímeros, se les analizó el contenido de agua, antes y después de la liofilización. Todos los análisis se realizaron por triplicado. Todos los resultados se expresaron finalmente en g de compuesto por 100 g de coproducto sin biopolímeros y antes de liofilizar.

3.2.3.1. Determinación de la humedad:

El contenido de agua de las muestras antes de ser deshidratadas se determinó mediante el método gravimétrico de doble pesada 934.06 (AOAC, 2000), para alimentos ricos en azúcares. Las muestras se secaron en estufa (J.P. Selecta, Barcelona, España) a 63 °C hasta peso constante. Una vez secas, las muestras se dejaron en un desecador con base de silica gel hasta que alcanzaron la temperatura ambiente. Se empleó una balanza de ± 1 mg de precisión (Mettler Toledo MS3035) para pesar los crisoles y su correspondiente tapa sin muestra, con la muestra húmeda y con la muestra seca.

Para la determinación del contenido de agua de las muestras liofilizadas se utilizó el un valorador automático Karl Fisher (Mettler Toledo, Compact Coulometric Titrator C10S, Worthington, USA).

3.2.3.2. Determinación de azúcares totales.

El contenido de azúcares totales se determinó por el método químico de Bertrand, basado en la reducción del cobre. Para ello se parte de la muestra seca y se llevan a cabo diferentes etapas. Una primera hidrólisis, para la que se pesaron 0,6 g de muestra liofilizada (Mettler Toledo MS3035), provenientes tanto del CoP como del CoZ, se transfirieron a un matraz de fondo redondo, se adicionaron 40 mL de agua y 2,8 mL de ácido clorhídrico (HCl 37%), se conectó al matraz un refrigerante de reflujo y se mantuvo durante 150 min sometido a calentamiento directo. En la etapa de alcalinización, una vez se enfrió la solución hidrolizada, se agregaron 2 ml de alúmina y se ajustó el pH hasta 8 con hidróxido de sodio 6N, se trasladó a un matraz aforado de 100 mL y se enrasó con agua. Finalmente se filtró. Para la etapa de reducción, en un vaso de precipitados de 100 mL, se vertieron 5 mL de la solución filtrada, 10 mL de la solución Fehling A y 10 mL de solución Fehling B. La disolución se dejó hervir durante tres minutos, manteniendo la boca del matraz tapada con un vidrio de reloj. Pasado este tiempo se observó la aparición de óxido cuproso en el fondo del vaso de precipitado junto con

un sobrenadante de color azul debido al exceso de cobre, se sacó el matraz de la placa calefactora y se dejó enfriar en un baño de hielo. Después se procedió al lavado del precipitado, añadiendo agua poco a poco y eliminándose el sobrenadante azul hasta que se hizo transparente. A continuación, se vertieron 30 mL de sulfato férrico sobre cada vaso de precipitados con el poso. Cuando se disolvió el óxido cuproso apareció un color verde claro. La disolución se pasó a un Erlenmeyer de 100 mL. Finalmente, la disolución se valoró con una solución 0,1N de permanganato de potasio hasta que el color verde viró a rosa permaneciendo al menos durante 20 segundos.

Cada ml de permanganato de potasio 0,1 N equivale a 6,355 mg de cobre. Una vez calculados los mg de cobre se utilizó la Tabla de Bertrand para establecer la equivalencia en azúcares totales.

3.2.3.3. Determinación de proteínas.

El contenido de proteínas se determinó mediante el método Kjeldhal 955.04/90 (AOAC, 1990). Para ello, se pesó 1g de muestra liofilizada y se adicionaron 3g de catalizador ($K_2SO_4 + CuSO_4 + Se$ en proporción 10:1:0,1). Paralelamente se preparó un blanco en un tubo de digestión con 3 g de catalizador únicamente. Se llevaron los tubos a la unidad de digestión y se añadió bajo campana 10 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4 98%) y 5 mL de agua oxigenada de 30 volúmenes. La disolución se digirió a 420°C durante 35-40 min. Con el catalizador utilizado, se sabe que la muestra está digerida porque los tubos presentan color verde esmeralda. El digesto se diluyó en frío con 50 mL de agua destilada y se llevó a la unidad de destilación. Se adicionaron 50 mL aprox. de NaOH 10N y se destiló en corriente de vapor durante 4 min. El destilado se recogió sobre un Erlenmeyer que contenía 50 mL de ácido bórico al 4% y tres gotas del indicador. El hidróxido amónico recogido en el Erlenmeyer se valoró con ácido sulfúrico 0.3N hasta que la solución viró de verde a violeta.

A partir de los datos obtenidos en la valoración se calcularon los g de nitrógeno/100 g de muestra (% Nitrógeno). El porcentaje de proteína se calculó multiplicando el % de nitrógeno por el factor correspondiente al tipo de alimento, en el caso del coproducto de la naranja se utilizó el factor 6,25 (**Ecuación 1**).

$$\% \text{ Proteínas} = \% \text{ Nitrógeno} \cdot (6,25) \quad (1)$$

3.2.3.4. Determinación de cenizas

Para la determinación del contenido de cenizas se utilizó el método gravimétrico 942.05/90 (AOAC, 1990). Los crisoles de porcelana vacíos con su tapa se introdujeron en la mufla durante 2 horas, después se dejaron enfriar por debajo de 200 °C dentro de la mufla y una vez se sacaron de la mufla se llevaron a un desecador hasta que alcancen la temperatura ambiente. A continuación, se pesaron en la balanza analítica. Una vez los crisoles fueron identificados y pesados se introdujeron 2 g de muestra liofilizada dentro del crisol, posteriormente se colocaron los crisoles en una placa calefactora con la tapa semiabierta y se dejaron carbonizar durante 1-2 h. Posteriormente se introdujeron los crisoles con la muestra carbonizada con la tapa semiabierta en el horno mufla, se llevó a 250 - 300 °C para que la materia orgánica se acabara de quemar y una vez cesó el desprendimiento de humos (30-45 min aproximadamente) se aumentó la temperatura hasta 550 °C y se mantuvo calcinando 8 h. Después de este tiempo se dejaron enfriar los crisoles con las cenizas por debajo de 200°C dentro de la mufla. Una vez se sacaron de la mufla se llevaron a un desecador hasta que alcanzaron la temperatura ambiente. Se observó que las cenizas eran blancas y se procedió a

pesar los crisoles con su tapa y la muestra calcinada en la balanza analítica. El contenido en cenizas se calculó por diferencia de peso.

3.2.3.5. Determinación de grasa.

Para el análisis de grasa se utilizó el método 920.39c (AOAC, 1990) o extracción directa Soxhlet. Por ello, se pesaron 5 g de muestra liofilizada y se introdujeron en el interior de los cartuchos de extracción. Una vez montado el equipo de extracción y situados los cartuchos con las muestras en la cámara de extracción, se adicionó el solvente éter de petróleo a la cámara hasta que sifonó, después se agregó más solvente, en cantidad suficiente para llenar la mitad de la cámara, para garantizar que el volumen de disolvente permitía el correcto funcionamiento del extractor. Se extrajo durante seis horas, regulando la ebullición de forma que se produzca una sifonada cada cuatro minutos, después se recuperó el disolvente en un rotavapor, se eliminó el disolvente residual manteniendo el matraz en estufa a 105°C durante media hora, o a 75°C durante hora y media, se enfrió el matraz en desecador y se pesó en balanza analítica. El porcentaje de grasa se calcula según a **ecuación 2**.

$$\% \text{ Grasa} = \frac{P_1 - P}{pm} \cdot 100 \quad (2)$$

Siendo P = peso del matraz (g), P1 = peso del matraz con la grasa extraída (g) y Pm = peso de la muestra (g)

3.2.3.6. Determinación de la fibra.

El contenido en fibra dietética total (FDT) y sus fracciones soluble (FDS) e insoluble (FDI) se analizaron mediante el método enzimático gravimétrico (Prosky, Asp, Schweizer, DeVries, & Furda, 1988). Estos análisis se realizaron en el laboratorio Tacsá S.L.U (Catarroja, Valencia).

3.2.4. Análisis de compuestos bioactivos.

A todas las muestras antes y después de su liofilización se les analizó el contenido en vitamina C (VC), hesperidina (HES), narirutina (NAT). Todas las determinaciones se realizaron por triplicado.

3.2.4.1. Análisis de vitamina C.

La VC tiene dos formas activas que son el ácido ascórbico (AA) y el ácido dehidroascórbico (DHAA).

El análisis del contenido en AA se llevó a cabo mediante cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) conectado a un detector DAD (Jasco, Italia), una columna KromaPhase 100 C18 5µm (250x4,6mm) (Scharlaw, Spain) y las siguientes condiciones cromatográficas: 10 µL de volumen de inyección, velocidad de flujo de 1mL/min y ácido oxálico al 0,1% como fase móvil. La identificación se realizó a una longitud de onda de 243 nm (Xu, Liu, Chen, Ye, & Ma, 2008).

Para la extracción del AA, se tomó 1 g de cada muestra antes de ser liofilizada o 0,5 gramos de cada una de las muestras liofilizadas, se le añadieron 9 ml de ácido oxálico al 0,1%, se homogenizaron manualmente y se dejaron reposar durante 3 minutos en la oscuridad. A continuación, se filtraron (filtros de membrana de 0,45 µm) antes de ser inyectadas en el HPLC.

Por otro lado, para la determinación del contenido total de VC (AA+DHAA) se realizó la reducción del DHAA a AA tomando 0,5 gramos de cada muestra antes de liofilizar o 0,075 gramos de cada muestra liofilizada, se le añadieron 2 ml de disolución DTT (20g/L) y se homogeneizaron manualmente. Estas mezclas se mantuvieron 2 horas en oscuridad y a temperatura ambiente. Se tomó 1 g de las mezclas anteriores, se le añadieron 9 ml de ácido oxálico al 0,1%, se homogenizaron manualmente y se dejaron reposar durante 3 minutos en la oscuridad. A continuación, se filtraron (filtros de membrana de 0,45 μ m) antes de ser inyectadas en el HPLC (Sánchez-Moreno, Plaza, De Ancos, & Cano, 2003).

Los valores de VC, AA y DHAA, tanto de las muestras sin liofilizar como liofilizadas, se expresaron en mg compuesto/100 g muestra antes de liofilizar y sin biopolímeros.

3.2.4.2. Análisis de hesperidina y narirutina.

El análisis de HES y NAT también se llevó a cabo mediante HPLC con el mismo equipo mencionado anteriormente y una columna SpeedCore C18 2,6 μ m (Jasco, Italia), a una longitud de onda de 284 nm, 10 μ L de volumen de inyección, velocidad de flujo de 1ml/min y fase móvil con gradiente de agua y metanol grado HPLC. La extracción se realizó con dimetilsulfoxido (DMSO, Scharlau, España) grado HPLC en la que se tomó 1 g de cada muestra antes de ser liofilizada o 0,075 gramos de cada muestra liofilizada a las que seguidamente se les añadió 1 ml de agua bidestilada y 2 ml de DMSO. Se mantuvieron en agitación magnéticamente durante 10 minutos a 780 rpm (agitador, Jeio Tech, Corea) y posteriormente se centrifugaron a 4200 rpm durante 10 minutos a 4°C en una centrifuga GYROZEN 123GR. A continuación, se recogió el sobrenadante y se filtró a través de un filtro de membrana de 0,45 μ m previamente a su inyección en el HPLC (Manthey & Grohman, 1996; Gómez-Mejía, Rosales-Conrado, León-González, & Madrid, 2019).

Los valores de HES y NAT, tanto de las muestras sin liofilizar como liofilizadas, se expresaron en mg compuesto/100 g muestra antes de liofilizar y sin biopolímeros.

3.2.4.3. Análisis estadístico

Con la finalidad de determinar las diferencias entre las muestras analizadas, se realizó un análisis de varianza simple (ANOVA) utilizando el programa Statgraphics Centurion versión XVIII con un nivel de confianza del 95% (p -value < 0,05).

4. Resultados

La **Tabla 2** muestra las diferencias y similitudes, en cuanto a contenido en macrocomponentes, que se han podido observar entre CoZ y CoP. Comparando CoZ y CoP a nivel macrocomposicional en cuanto a humedad, cenizas, azúcares, proteínas y grasas, vemos que el mayor componente en ambos sería el agua, seguido de los azúcares. En mucha menor cantidad se encuentran proteínas, cenizas y grasas. Tras el análisis estadístico, se observaron diferencias significativas en cuanto a la humedad, siendo mayor el contenido en agua de CoZ, y a las cenizas y proteínas, que fueron mayores en CoP. Con relación a los azúcares y la grasa, su contenido es similar en ambos coproductos ($p > 0,05$), cuyos valores medios fueron de 22,4 y 0,076 %, respectivamente. En cuanto al contenido en fibra, CoZ resultó tener una FDT del 9,2 %, FDS del 3,0 % y FDI del 5,7 %. Estos valores para CoP fueron 10,9, 2,8 y 6,3 %, respectivamente. A pesar de las diferencias composicionales comentadas, éstas se deben a que CoZ y CoP presentan diferente humedad, lo que hace que, para una misma cantidad de muestra, algunos compuestos estén más concentrados en CoP. De hecho, al calcular el contenido de los diferentes compuestos mostrados en la **Tabla 2** en base seca, no se observaron diferencias significativas en ningún caso ($p > 0,05$).

Tabla 2. Caracterización proximal de los coproductos del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de la naranja. Datos expresados en g de componente / 100 gramos de muestra sin diluir y antes de liofilizar.

Muestra	Agua	Cenizas	Azúcares	Proteínas	Grasas
CoZ	75,8 ± 0,3 ^(b)	1,344 ± 0,019 ^(a)	22,9 ± 0,2 ^(a)	1,173 ± 0,017 ^(a)	0,071 ± 0,001 ^(a)
CoP	74,8 ± 0,3 ^(a)	1,416 ± 0,018 ^(b)	21,8 ± 1,3 ^(a)	1,257 ± 0,012 ^(b)	0,080 ± 0,005 ^(a)

Respecto a los compuestos bioactivos (**Tabla 3**), CoP mostró menor contenido de VC, HES y NAT ($p < 0,05$) que CoZ. En este caso, las diferencias se mantienen incluso cuando los valores se calculan en base seca. Estos resultados estarían indicando que las membranas de los segmentos que se encuentran en CoZ y no en CoP, además del poco zumo que pueda haber presente, también contienen de estos 3 compuestos. Por otra parte, en cuanto a la vitamina C, cabe mencionar que sólo la muestra CoZ presentó una cierta cantidad de AA, proveniente de las membranas y restos de zumo, con un valor medio de 2,9 ± 0,3 mg por cada 100g de coproducto. En este sentido, es importante comentar que el componente de los coproductos que contribuye mayormente a la actividad como vitamina C es el DHAA, a diferencia del puré y del zumo de naranja en los que lo es el AA (Escobedo-Avellaneda, Gutiérrez-Urbe, Valdez-Fragoso, Torres, & Welti-Chanes, 2014).

Tabla 3. Contenido en compuestos bioactivos analizados a los coproductos del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de la naranja. Datos expresados en mg compuesto/100 g muestra sin diluir y antes de liofilizar.

Muestra	Vitamina C	Hesperidina	Narirutina
CoZ	117 ± 7 ^(b)	568 ± 3 ^(b)	73 ± 3 ^(b)
CoP	78,1 ± 0,8 ^(a)	542 ± 0 ^(a)	58 ± 0 ^(a)

Una vez comentadas las diferencias entre los coproductos del zumo y del puré, se va a comparar, para cada uno de ellos, el contenido en VC, HES y NAT de las diferentes formulaciones tanto en los productos frescos, como liofilizados.

A partir de los resultados de los compuestos bioactivos caracterizados a CoZ y sus formulaciones antes de su liofilización, mostrados en las **Figuras 1 a 3**, se observa que la incorporación de GA desde un primer momento, preparando una emulsión junto con el coproducto y el agua, supone una cierta protección de todos ellos, si bien ésta sólo resultó significativa ($p < 0,05$) en el caso de la NAT. Sin embargo, si la GA se añade después de haber preparado la emulsión con el agua y haberla congelado, no sólo deja de observarse este efecto protector sino que se aprecia una disminución del contenido en NAT ($p < 0,05$). Con la OSA, añadida de esta misma forma, se observa lo mismo aunque la disminución de la NAT es menor ($p < 0,05$). Por tanto, para potenciar el efecto protector de los biopolímeros, se recomienda añadirlos desde un principio para favorecer su disolución y homogeneización en la emulsión. Por otra parte, la OSA parece ejercer mejor papel protector frente a la HES y NAT que frente a la VC, aunque su efecto sólo fue significativo en el caso de la NAT ($p < 0,05$). En el caso de CoP (**Figuras 1 a 3**), las diferencias entre muestras fueron menores y no se observó un efecto significativo de la incorporación de biopolímeros, especialmente en el caso de los flavonoides analizados.

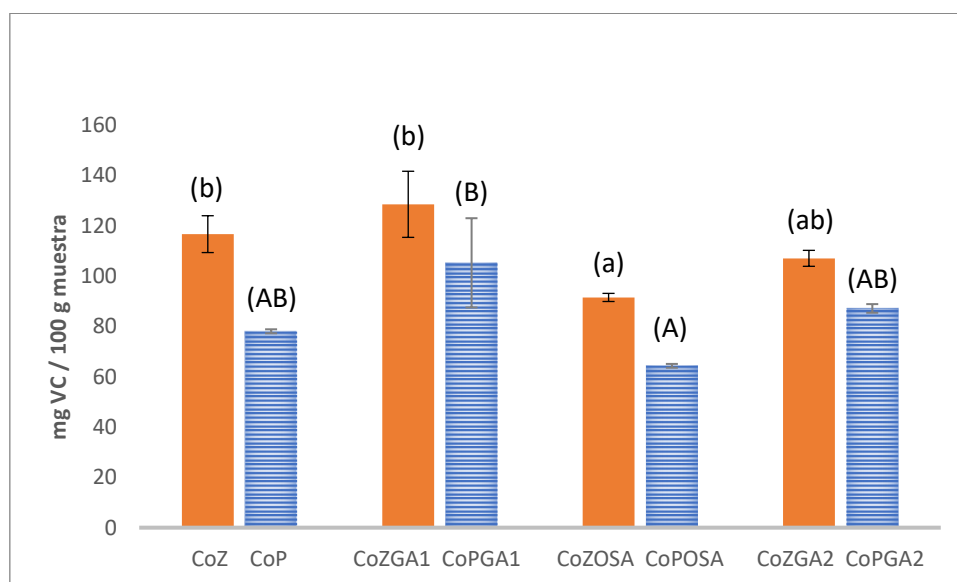


Figura 1. Contenido de vitamina C (VC) en las diferentes formulaciones del coproducto del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de naranja referido a la muestra sin diluir, sin biopolímeros y antes de liofilizar. Según se describe en la metodología, GA1 y GA2: muestras con goma arábica añadida; OSA: muestra con almidón OSA añadido. Para cada coproducto, letras mayúscula o minúscula diferentes indican diferencias significativas entre muestras ($p < 0,05$).

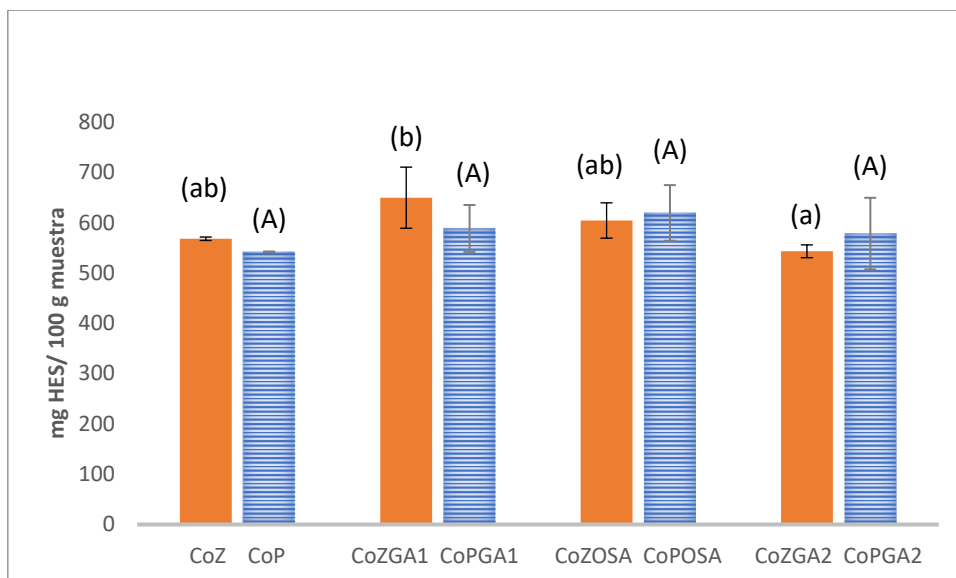


Figura 2. Contenido de hesperidina (HES) en las diferentes formulaciones del coproducto del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de naranja referido a la muestra sin diluir, sin biopolímeros y antes de liofilizar. Según se describe en la metodología, GA1 y GA2: muestras con goma arábica añadida; OSA: muestra con almidón OSA añadido. Para cada coproducto, letras mayúscula o minúscula diferentes indican diferencias significativas entre muestras ($p < 0,05$).

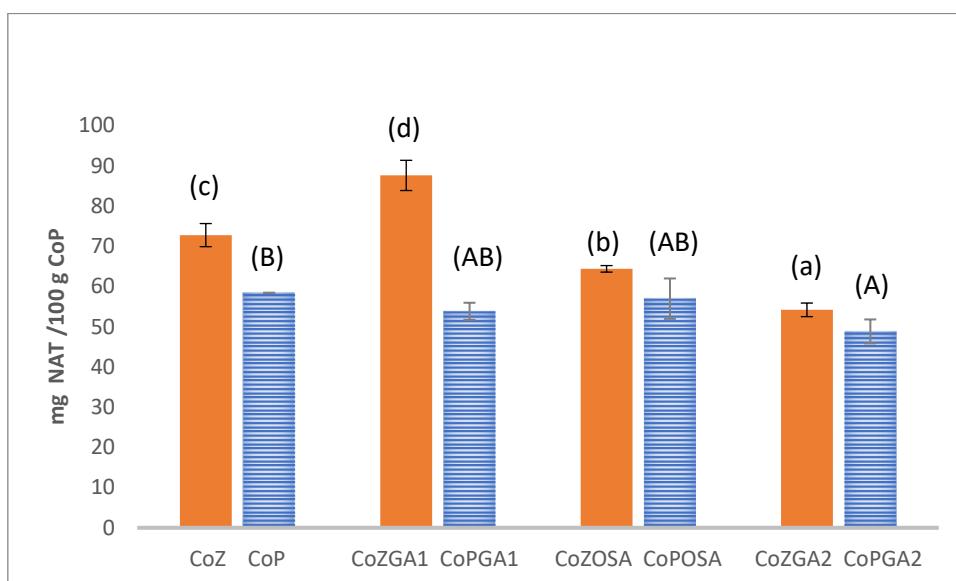


Figura 3. Contenido de narirutina (NAT) en las diferentes formulaciones del coproducto del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de naranja referido a la muestra sin diluir, sin biopolímeros y antes de liofilizar. Según se describe en la metodología, GA1 y GA2: muestras con goma arábica añadida; OSA: muestra con almidón OSA añadido. Para cada coproducto, letras mayúscula o minúscula diferentes indican diferencias significativas entre muestras ($p < 0,05$).

Las Figuras 4 a 6 muestran el contenido en compuestos bioactivos de los coproductos del zumo y del puré liofilizados. Si se comparan estos valores con los de los coproductos antes de liofilizar, en general, puede observarse que la VC de la muestra sin biopolímeros no se afecta por el proceso, mientras que en las muestras con biopolímeros este compuesto se extrae en menor cantidad. Por su parte, en general, el contenido en hesperidina aumenta en todos los casos mientras que la NAT disminuye. La alta porosidad de las muestras liofilizadas

favorecería la extracción de todos los compuestos. Esto, unido a la alta estabilidad de la HES, justifica su aumento que, según las muestras, fue de hasta un 159 % respecto al contenido antes de liofilizar. Respecto a la VC, en otros estudios llevados a cabo con puré o zumo de naranja, los productos liofilizados mostraron siempre una mayor facilidad de extracción de la VC, al contrario de lo observado en este estudio. Hay que tener en cuenta que, en el caso del puré y el zumo, el componente mayoritario con actividad como VC es el AA mientras que en el caso del coproducto es el DHAA (Escobedo-Avellaneda, Gutiérrez-Urbe, Valdez-Fragoso, Torres, & Welti-Chanes, 2014). La mayor inestabilidad del DHAA podría ser la responsable del comportamiento observado. Además, se ha descrito que el DHAA reacciona con las proteínas que forman parte de la estructura de los biopolímeros, lo que contribuye a la disminución observada en estas muestras liofilizadas respecto a las que no los llevan (Hayashi, Terao, Ueda, & Namiki, 1985; Larisch, Pischetsrieder, & Severin, 1996). En este caso, la mayor disminución de VC observada fue del 27 %. Respecto a la NAT, parece que la mayor facilidad para su extracción se ve contrarrestada por una degradación de este compuesto, aunque no se ha encontrado ninguna referencia en relación con su inestabilidad. La mayor pérdida de NAT cuantificada por efecto de la liofilización fue del 33 %.

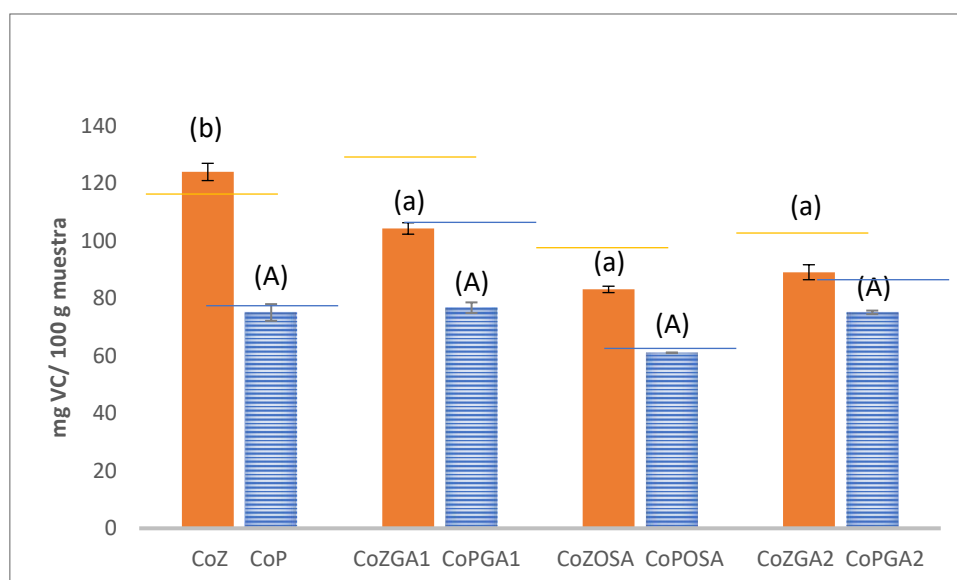


Figura 4.. Contenido de vitamina C (VC) de las diferentes formulaciones del coproducto del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de naranja liofilizados, referido a la muestra sin diluir, sin biopolímeros y antes de liofilizar. Según se describe en la metodología, GA1 y GA2: muestras con goma arábica añadida; OSA: muestra con almidón OSA añadido. Para cada coproducto, letras mayúscula o minúscula diferentes indican diferencias significativas entre muestras ($p < 0,05$). Para cada muestra, la línea horizontal indica el contenido medio en la misma muestra antes de liofilizar

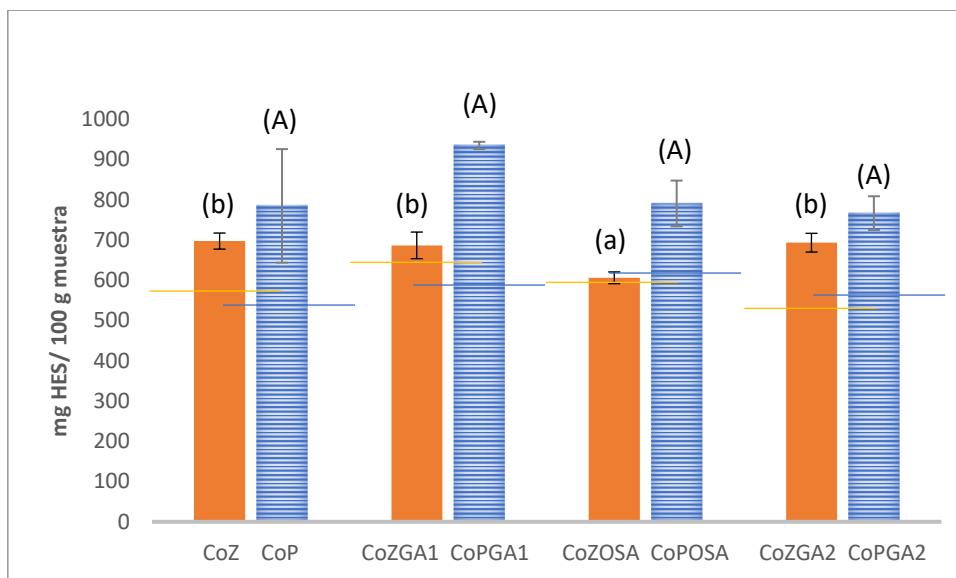


Figura 5. Contenido de hesperidina (HES) de las diferentes formulaciones del coproducto del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de naranja liofilizados, referido a la muestra sin diluir, sin biopolímeros y antes de liofilizar. Según se describe en la metodología, GA1 y GA2: muestras con goma arábica añadida; OSA: muestra con almidón OSA añadido. Para cada coproducto, letras mayúscula o minúscula diferentes indican diferencias significativas entre muestras ($p < 0,05$). Para cada muestra, la línea horizontal indica el contenido medio en la misma muestra antes de liofilizar

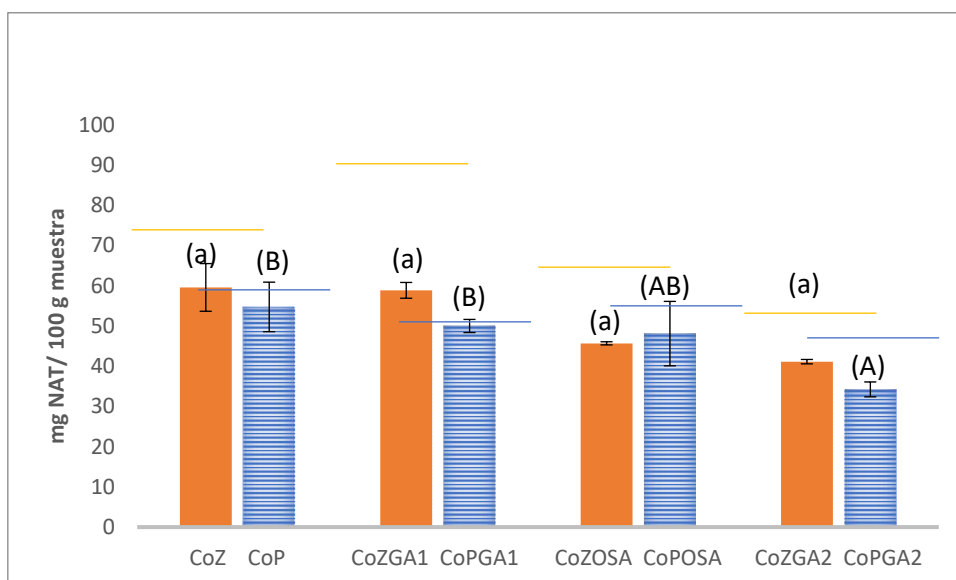


Figura 6. Contenido de narirutina (NAT) de las diferentes formulaciones del coproducto del zumo (CoZ) y del puré (CoP) de naranja liofilizados, referido a la muestra sin diluir, sin biopolímeros y antes de liofilizar. Según se describe en la metodología, GA1 y GA2: muestras con goma arábica añadida; OSA: muestra con almidón OSA añadido. Para cada coproducto, letras mayúscula o minúscula diferentes indican diferencias significativas entre muestras ($p < 0,05$). Para cada muestra, la línea horizontal indica el contenido medio en la misma muestra antes de liofilizar

5. Conclusiones

Los coproductos provenientes de la obtención del puré y zumo de naranja no presentan diferencias composicionales en cuanto a su humedad, azúcares totales, proteínas, cenizas, grasas y fibra dietética total, soluble e insoluble. No obstante CoZ mostró mayor contenido en vitamina C, hesperidina y narirutina. El compuesto mayormente responsable de la actividad como vitamina C de los coproductos fue el DHAA. La hesperidina es el más resistente al secado. Por otra parte, no parece que la incorporación de goma arábica o almidón OSA ejerzan un claro papel protector de los compuestos bioactivos estudiados frente al secado.

6. Bibliografía

- AACC. (2001). The definition of dietary fiber. *Cereal Foods World*, 46, 112-126.
- Anal, A., & Singh, H. (2007). Recent advances in microencapsulation of probiotics for industrial applications and targeted delivery. *Food Science and Technology*, 18, 240-251.
- AOAC. (1990). Official Method 920.39c. *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists. Association of Official Analytical Chemist.*
- AOAC. (1990). Official Method 942.05/90. *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists. Association of Official Analytical Chemist.*
- AOAC. (1990). Official Method 955.04/90. *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists. Association of Official Analytical Chemist.*
- AOAC. (2000). Official Method 934.06. *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists. Association of Official Analytical Chemist.*
- Atgié, M., Garrigues, J., Chennevière, A., Masbernat, O., & Roger, K. (2019). Gum Arabic in solution: Composition and multi-scale structures. *Food Hydrocolloids*, 91, 319-330.
- Borrego, M., Ángulo, R., Costaber, I., & Jodral, M. y. (1996). *Alimentaria Octubre*. 96, 19-27.
- Casanova, M. (2014). Estudio de viabilidad para la comercialización de fruta en polvo. *Universidad Politécnica de Valencia. Trabajo fin de grado*, 1-24.
- Chen, L., Remondetto, G., & Subirade, M. (2006). Food protein-based materials as nutraceutical delivery systems. *Trens in Food Science and Technology*, 17(5), 272-283.
- Cuq, B., Gaiani, C., Turchiuli, C., Galet, L., Scher, J., Jeantet, R., . . . Petit, J. (2013). Advances in Food Powder Agglomeration Engineering. *Advances in Food and Nutrition Research*, 69, 41-103.
- da Costa, S., Duarte, C., Bourbon, A., Pinheiro, A., Serra, A. M., Nunes, J., . . . Duarte, C. d. (2011). Effect of the matrix system in the delivery and in vitro bioactivity of microencapsulated oregano essential oil. *Journal of Food Engineering*.
- Deladino, L., Anbinder, P., Navarro, A., & Martino, M. (2008). Encapsulation of natural antioxidants extracted from (*Ilex paraguariensis*). *Carbohydrate Polymers*, 71, 126-184.
- Dokić, L., Krstonošić, V., & Nikolić, I. (2012). Physicochemical characteristics and stability of oil-in-water emulsions stabilized by OSA starch. *Food Hydrocolloids*, 29(1), 185-192.
- Dziezak, J. (1988). Microencapsulation and encapsulated ingredients. *Food Technology*, 4, 131-148.
- Elez-Martínez, P., Aguilo-Aguayo, I., & Martín-Belloso, O. (2006). Inactivation of orange juice peroxidase by high-intensity pulsed electric fields as influenced by process parameters. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 86(1), 71-81.
- Escobedo-Avellaneda, Z., Gutiérrez-Urbe, J., Valdez-Fragoso, A., Torres, J. A., & Welti-Chanes, J. (2014). Phytochemicals and antioxidant activity of juice, flavedo, albedo and comminuted orange. *J Funct Foods*, 6(1), 470-481.

- FAO. (2020). *FAO*, 1-180.
- FAO. (2021). Situación de los mercados de productos básicos y perspectivas a corto plazo 2018-2020. *FAO*, 1-10. Obtenido de <http://www.fao.org/3/ne788es/ne788es.pdf>
- Fuch, M., Turchiuli, C., Bohin, M., Cuvelier, M., Ordonnaud, C., Peyrat-Maillard, M., & Dumoulin, E. (2006). Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 75, 27-35.
- Gabas, A. L., Telis, V. R., Sobral, P. J., & Telis-Romero, J. (2007). Effect of maltodextrin and arabic gum in water vapor sorption thermodynamic properties of vacuum dried pineapple pulp powder. *Journal of Food Engineering*, 82(2), 246-252.
- Gavilanez, R. (2017). Evaluación de dos Antioxidantes en la Adhesión de un Cemento Resinoso en un Esmalte sometido a tratamiento de Clareamiento. *Proyecto de Investigación presentado como requisito parcial para aprobar el trabajo de titulación, para optar por el Título de especialista en Estética y Operatoria Dental. Universidad Central de Ecuador*, 1-68.
- Gómez-Mejía, E., Rosales-Conrado, N., León-González, M., & Madrid, Y. (2019). Citrus peels wasted as a source of value-added compounds: Extractions and quantifications of bioactive polyphenols. *Food Chemistry*, 295, 289-299.
- Hayashi, T., Terao, A., Ueda, S., & Namiki, M. (1985). Red Pigment Formation by Reaction of Oxidized Ascorbic Acid and the Protein in a Food Model System of Low Moisture Content. *Agricultural and Biological Chemistry*, 49, 3139-3144.
- Jenkins, D., Jenkins, A., Wolever, T., Collier, G., & Rao, V. T. (1987). Starch foods and fiber: reduced rate of digestion and improved metabolism. *Scandinavian Journal of Gastroenterology*, 129, 132-141.
- Larisch, B., Pischetsrieder, M., & Severin, T. (1996). Reactions of Dehydroascorbic Acid with Primary Aliphatic Amines Including N-Acetyllys. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44, 1630-1634.
- Lian, V., Hsiao, H., & Chou, C. (2003). Viability of microencapsulated bifidobacteria in simulated gastric juice and bile solution. *International Journal of Food Microbiology*, 86(3), 293-301.
- Manthey, J., & Grohman, K. (1996). Concentrations of hesperidin and other oranges peel flavonoids in citrus processing bioproducts. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 44, 811-814.
- Martínez-Navarrete, N., Camacho Vidal, M., & Martínez-Lahuerta, J. (2008). Los compuestos bioactivos de las frutas y sus efectos en la salud. *Actividad dietética*, 2, 64-68.
- Morales Pérez, M., García Mesa, M., Acosta de la Luz, L., Vega Jiménez, J., Céspedes, I., & Perdomo Delgado, J. (2020). Una alternativa natural para el tratamiento de la COVID-19. *Revista Cubana de Plantas Medicinales*, 1, 1-12.
- Nazzaro, F., Orlando, P., Fratianni, F., & Coppola, R. (2011). Microencapsulation in food science and biotechnology. *Current Opinion in Biotechnology*, 23, 1-5.

- Niebla, B. (2009). Evaluación de encapsulamiento de compuestos de sabor en matrices de almidón. *Tesis de maestría, Instituto Politécnico Nacional, México*, 97.
- Parlamento europeo. (16 de Febrero de 2021). *Economía circular: definición, importancia y beneficios*. Obtenido de Noticias Parlamento europeo: <https://www.europarl.europa.eu/news/es/headlines/economy/20151201STO05603/economia-circular-definicion-importancia-y-beneficios>
- Peña, J. (2016). Las vitaminas y los antioxidantes naturales y su impacto en el consumo de alimnetos percibles en los estudiantes de 2do año de bachillerato general unificado de la Unidad Educativa Ficoa de Montalvo. *Universidad de Guayaquil. Facultad de Comunicación Social*, 1-145.
- Prosky, L., Asp, N., Schweizer, T., DeVries, J., & Furda, I. (1988). Determination of insoluble, soluble and total dietary fiber in foods and food products: interlaboratory study. *J Assoc off Anal Chem*, 71, 1017-1023.
- Pszezola, D. (2005). Formulation aids, serve as essential tools. *Food Technology*, 12, 65-75.
- Rezvankhah, A., Emam-Djomeh, Z., & Askari, G. (2020). Encapsulation and delivery of bioactive compounds using spray and freeze-drying techniques: A review. *Drying Technology*, 38(1-2), 235-258.
- Sánchez-Moreno, C., Plaza, L., De Ancos, B., & Cano, M. (2003). Quantitative bioactive compounds assesment and their relative contribution to the antioxidant capacity of commercial orange juices. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83, 430-439.
- Shefer, A., & Shefer, S. (2003). Nobel encapsulation system provides controlled released of ingredients. *Food Technology*, 57(11), 40-42.
- Shu, B., Yu, W., Zhao, Y., & Liu, X. (2006). Study on microencapsulation of lycopene by spray-drying. *Journal of Food Engineering*, 76, 664-666.
- Silva-Espinoza, M., Ayed, C., Foster, T., Camacho, M., & Martínez-Navarrete, N. (2020). The Impact of Freeze-Drying Conditions on the Physio-Chemical Properties and Bioactive Compounds of Freeze-Dried Orange Puree. *Foods*, 9(32).
- Stern-Freifeld, D. (2008). Desarrollo de métodos analíticos para la detección de cambios metabólicos frente a situaciones de estrés en fruta fresca. *Tesis doctoral en Ingeniería de los Alimentos. Universidad Politécnica de Valencia.*, 1-302.
- Sweedman, M., Tizzotti, M., Schäfer, C., & Gilbert, R. (2013). Structure and physicochemical properties of octenyl succinic anhydride modified starches: a review. *Carbohydr Polym*, 92(1), 905-920.
- Valencia Fruits. (21 de Noviembre de 2019). *Valencia Fruits*. Obtenido de España es líder mundial en exportación de cítricos: <https://valenciafruits.com/espana-es-lider-mundial-en-exportacion-de-citricos/>
- WHO. (2021). *Estrategia mundial sobre régimen alimentario, actividad física y salud*. Obtenido de Organización mundial de la salud: <https://www.who.int/dietphysicalactivity/fruit/es/>

Wu-Ng, Y., Benlloch-Tinoco, M., García-Martínez, E., & Martínez-Navarrete, N. (2013). Impacto de la adición de carboximetilcelulosa en la calidad de kiwi en polvo obtenido. *Universidad Politécnica de Valencia. Tesis de Máster*, 1-21.

Xu, G., Liu, D., Chen, J., Ye, X., & Ma, Y. S. (2008). Juice components and antioxidant capacity of citrus varieties cultivated in China. *Food Chemistry*, 106, 545-551.