



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA



Escola Tècnica Superior
d'Enginyeria Agronòmica i del Medi Natural

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Escuela Técnica Superior de Ingeniería Agronómica
y del Medio Natural

CARACTERIZACIÓN DEL COPRODUCTO DEL ZUMO DE
NARANJA PARA SU VALORIZACIÓN COMO
INGREDIENTE ALIMENTARIO

Trabajo Fin de Grado

Grado en Ciencia y Tecnología de los Alimentos

AUTOR/A: Villena Carrión, Julián

Tutor/a: Martínez Navarrete, Nuria

Cotutor/a: Camacho Vidal, M^a Mar

CURSO ACADÉMICO: 2021/2022

CARACTERIZACIÓN DEL COPRODUCTO DEL ZUMO DE NARANJA PARA SU VALORIZACIÓN COMO INGREDIENTE ALIMENTARIO

Autor: Julián Villena Carrión

Tutora: María del Mar Camacho Vidal

Cotutora: Nuria Martínez Navarrete

Valencia, 4 de Julio de 2022

Curso académico: 2021-2022

RESUMEN

Los residuos generados de la industria de la transformación de cítricos son ricos en macronutrientes y otros compuestos bioactivos de gran interés por sus potenciales beneficios para la salud. Generalmente, estos residuos son destinados al sector de la alimentación animal, con un valor comercial residual. Sin embargo, la valorización para su uso en alimentación humana, como un proceso integrado de residuos-cero, podría ser un campo de estudio interesante que tiene como objetivo garantizar la protección del medio ambiente, fomentar el desarrollo económico y, al mismo tiempo, contribuir a una alimentación sostenible y saludable. Este trabajo se centra en la valorización del coproducto resultante de la extracción del zumo de naranja, formado por cortezas y membranas del endocarpio, para ofrecerlo como ingrediente alimentario natural en polvo, versátil, de alta calidad y estable. Para asegurar su éxito, parece oportuno conocer no sólo la estabilidad de sus compuestos bioactivos, sino también otras propiedades de interés desde el punto de vista tecnológico, entre ellas su facilidad para mantenerse como un polvo suelto y sin aglomerarse, permitiendo un manejo fácil del mismo, su capacidad para mezclarse con el agua y/o con otros ingredientes. En este trabajo se ha llevado a cabo la caracterización del coproducto en cuanto a su contenido en vitamina C (ácido ascórbico y dehidroascórbico), flavonoides mayoritarios (hesperidina y narirutina) y propiedades tecnofuncionales (ángulo de reposo; higroscopicidad y mojabilidad; densidad y porosidad; tamaño medio de partícula; capacidad de retención de agua y de aceite; capacidad emulsionante y espumante; estabilidad de la emulsión y de la espuma). Además, y teniendo en cuenta que los alimentos deshidratados y con alto contenido en azúcares necesitan de la incorporación de biopolímeros de alto peso molecular para su estabilización física, se ha estudiado la influencia del almidón modificado con ácido octenil succínico y de la goma Arábiga en las propiedades analizadas. Los resultados obtenidos permiten concluir que, al añadir los biopolímeros no se modifica la flotabilidad del polvo en aire y se favorece la encapsulación de los compuestos bioactivos, especialmente en presencia de la goma, y también la capacidad de rehidratación del coproducto en polvo.

Palabras clave: coproducto, zumo de naranja, ingrediente en polvo, valorización

CHARACTERISATION OF ORANGE JUICE CO-PRODUCT FOR ITS VALORISATION AS A FOOD
INGREDIENT

ABSTRACT:

The residues generated from the citrus processing industry are rich in macronutrients and other bioactive compounds of great interest for their potential health benefits. Generally, these residues are destined for the animal feed sector, with a residual commercial value. However, valorisation for use in human food, as an integrated zero-waste process, could be an interesting field of study that aims to ensure environmental protection, promote economic development and, at the same time, contribute to a sustainable and healthy diet. This work focuses on the valorisation of the co-product resulting from the extraction of orange juice, consisting of peels and endocarp membranes, to offer it as a versatile, high quality and stable natural food ingredient in powder form. To ensure its success, it seems appropriate to know not only the stability of its bioactive compounds, but also other properties of interest from a technological point of view, including its ability to remain as a loose powder without agglomeration, allowing easy handling, its ability to mix with water and/or other ingredients. In this work, the co-product has been characterised in terms of its vitamin C content (ascorbic and dehydroascorbic acid), major flavonoids (hesperidin and narirutin) and techno-functional properties (angle of repose; hygroscopicity and wettability; density and porosity; average particle size; water and oil retention capacity; emulsifying and foaming capacity; emulsion and foam stability). In addition, and taking into account that dehydrated foods with high sugar content require the incorporation of high molecular weight biopolymers for their physical stabilisation, the influence of starch modified with octenyl succinic acid and gum Arabic on the properties analysed has been studied. The results obtained allow us to conclude that the addition of the biopolymers does not modify the buoyancy of the powder in air and favours the encapsulation of the bioactive compounds, especially in the presence of the gum, and also the rehydration capacity of the powder coproduct.

Keywords: coproduct, orange juice, powdered ingredient, valorisation.

ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN	1
2.OBJETIVOS Y PLAN DE TRABAJO.....	2
3. MATERIAL Y MÉTODOS	3
3.1 MATERIA PRIMA.....	3
3.1.1 COPRODUCTO DE NARANJA.....	3
3.1.2 BIOPOLÍMEROS.....	3
3.2 METODOLOGÍA.....	3
3.2.1 OBTENCIÓN DEL COPRODUCTO EN POLVO	3
3.2.2 CARACTERIZACIÓN DEL COPRODUCTO ANTES DE LIOFILIZAR Y EN POLVO.....	4
3.2.2.1. HUMEDAD	4
3.2.2.2 COMPUESTOS BIOACTIVOS	4
3.2.2.2.1 ÁCIDOS ASCÓRBICO, DEHIDROASCÓRBICO Y VITAMINA C.....	4
3.2.2.2.2 HESPERIDINA Y NARIRUTINA.....	5
3.2.2.3 PROPIEDADES FÍSICAS	5
3.2.2.3.1 TAMAÑO DE PARTÍCULA	5
3.2.2.3.2 ÁNGULO DE REPOSO (α)	6
3.2.2.3.3 DENSIDAD APARENTE, DENSIDAD REAL, POROSIDAD, ÍNDICES DE HAUSNER Y CARR	6
3.2.2.4 PROPIEDADES RELACIONADAS CON SU INTERACCIÓN CON EL AGUA	7
3.2.2.4.1 MOJABILIDAD	7
3.2.2.4.2 HIGROSCOPICIDAD.....	7
3.2.2.4.3 DISPERSABILIDAD	7
3.2.2.4.4 SOLUBILIDAD	8
3.2.2.4.5 CAPACIDAD RETENCIÓN DE AGUA (CRA).....	8
3.2.2.5 PROPIEDADES RELACIONADAS CON SU INTERACCIÓN CON EL ACEITE.....	8
3.2.2.5.1 CAPACIDAD RETENCIÓN DE ACEITE (CRO)	8
3.2.2.5.2 CAPACIDAD EMULSIONANTE (CE) Y ESTABILIDAD DE LA EMULSION (EE)	8
3.2.2.5.3 CAPACIDAD ESPUMANTE (FC) Y ESTABILIDAD DE LA ESPUMA (FS).....	9
3.3 ANÁLISIS ESTADÍSTICO	9
4. RESULTADOS	9
5. CONCLUSIONES	18
6. BIBLIOGRAFÍA.....	18

ÍNDICE FIGURAS

Figura 1. Contenido en compuestos bioactivos de las muestras antes de liofilizar (mg compuesto i/g solutos CoP).....	12
Figura 2. Contenido en compuestos bioactivos de las muestras liofilizadas (mg compuesto i/g solutos CoP).....	12
Figura 3. Distribución del tamaño de partícula de las diferentes formulaciones (códigos según Tabla 1) en relación al porcentaje de muestra retenida en cada uno de los tamices (frecuencia relativa, %).	13

ÍNDICE TABLAS

Tabla 1. Formulaciones del coproducto del zumo de naranja sin biopolímero (CoP), con 0,25 g OSA/g ss (OSA25), con 0,45 g OSA/g ss (OSA45) y con 0,45 g GA/g ss (GA45).	4
Tabla 2. Valores medios de humedad (X_w , g agua/100 g muestra analizada) y compuestos bioactivos (mg/100 g muestra analizada) de las diferentes formulaciones antes de liofilizar (códigos según Tabla 1): vitamina C (VC), ácido ascórbico (AA), ácido dehidroascórbico (ADHA), hesperidina (HES) y narirutina (NAT).	10
Tabla 3. Valores medios de humedad (g agua/100 g muestra analizada) y compuestos bioactivos (mg/100 g muestra analizada) de las diferentes muestras liofilizadas (códigos según Tabla 1): Vitamina C (VC), ácido ascórbico (AA), ácido dehidroascórbico (ADHA), hesperidina (HES) y narirutina (NAT) de las diferentes formulaciones de las muestras liofilizadas (códigos según Tabla 1).	10
Tabla 4. Valores medios de tamaño medio de partícula (TMP), moda y mediana, expresados en μm , de las diferentes formulaciones (códigos según Tabla 1)	13
Tabla 5. Valores medios de ángulo de reposo (α), índice de Hausner (IH), índice de Carr (IC), densidad real (ρ), densidad aparente del polvo compactado y vertido (ρ_c ; ρ_v), porosidad del polvo compactado y vertido (ϵ_c ; ϵ_v) de las diferentes formulaciones (códigos según Tabla 1).	14
Tabla 6. Composición (g/100 g) de las diferentes formulaciones del coproducto del zumo de naranja liofilizadas (código según Tabla 1) y densidad ($\bar{\rho}$) de los componentes puros a 20°C. ..	15
Tabla 7. Valores medios de higroscopicidad (g agua ganados/100 g ss), mojabilidad (s), dispersabilidad (g ss que atraviesan el tamiz/g ss muestra), solubilidad (%) y capacidad de retención de agua (CRA, %) de las diferentes formulaciones (códigos según Tabla 1).....	16
Tabla 8. Valores medios de capacidad retención de agua, aceite (CRA; CRO), actividad y estabilidad emulsionante (AE; EE) y capacidad y estabilidad espumante (FC, FS) de las diferentes formulaciones (Código según Tabla 1).....	17

ÍNDICE ECUACIONES

Ecuación 1. Frecuencia relativa.....	5
Ecuación 2. <i>Tamaño medio de partícula</i>	5
Ecuación 3. <i>Ángulo de reposo</i>	6
Ecuación 4. <i>Densidad real</i>	6
Ecuación 5. <i>Porosidad del polvo vertido</i>	7
Ecuación 6. <i>Porosidad del polvo compactado</i>	7
Ecuación 7. <i>Índice de Hausner</i>	7
Ecuación 8. <i>Índice de Carr</i>	7
Ecuación 9. <i>Dispersabilidad</i>	8
Ecuación 10. <i>Solubilidad</i>	8
Ecuación 11. <i>Capacidad de retención de agua</i>	8
Ecuación 12. <i>Capacidad emulsionante y estabilidad emulsionante</i>	9
Ecuación 13. <i>Capacidad espumante</i>	9
Ecuación 14. <i>Estabilidad espumante</i>	9

1. INTRODUCCIÓN

El naranjo dulce es la especie más distribuida y da las mayores producciones de todas las especies cítricas. El principal productor es Brasil, seguido de EEUU, China y, en cuarto lugar, España. Dentro de España, las provincias que encabezan la producción son Valencia, Alicante y Sevilla. Las variedades Navel y Valencia son las predominantes en España. Estas variedades también encabezan las producciones de Marruecos, Egipto y Sudáfrica con destino al mercado de fruta fresca (MAPA, 2021). Esta fruta se caracteriza por ser rica en carbohidratos, tener alto contenido en agua y bajo en proteínas, grasas y minerales. Su corteza y pulpa tienen altos niveles de vitaminas (Meñaca et al., 2010; Espinoza-Zamora et al., 2019).

Lo más habitual y recomendable es el consumo de la naranja en fresco. Sin embargo, es destacable la existencia de numerosas empresas en España que dedican su producción, total o parcialmente, a la transformación a zumos o a la elaboración de conservas, conformando un sector muy dinámico, tanto en el mercado nacional como en el de exportación.

Este tipo de industrias tienen que lidiar con uno de los principales problemas de la industria alimentaria, hoy en día: la gran cantidad de residuos que se generan durante la transformación de la fruta, formados, sobre todo, por la piel y las celdillas de la naranja. Estos residuos son ricos en macronutrientes y otros compuestos bioactivos de gran interés por sus potenciales beneficios para la salud. Estos residuos, tradicionalmente, se han destinado a la alimentación animal y a la elaboración de fertilizantes, aunque se han estudiado otras aplicaciones como material bioadsorbente para captar metales pesados, como biocombustible o para la extracción de algunos compuestos bioactivos como pectinas y flavonoides (Londoño-Londoño et al., 2012).

Por otra parte, y buscando aplicaciones alternativas, la valorización del subproducto para su uso en alimentación humana, como un proceso integrado de residuos-cero, podría ser un campo de estudio interesante con el objetivo de garantizar la protección del medio ambiente, fomentar el desarrollo económico y, al mismo tiempo, contribuir a una alimentación sostenible y saludable.

Debido al alto contenido en agua que presenta el residuo obtenido tras el procesado de la naranja, se pueden producir efectos de deterioro que pueden disminuir su tiempo de conservación y vida útil. Para solventar este problema se podrían llevar a cabo procesos de secado que disminuirían estos efectos, además de disminuir el peso y el volumen de los productos facilitando su manejo. Entre las técnicas de secado, la liofilización parece una buena opción porque se obtiene un producto muy estable debido a la poca agua que contienen, permite una fácil rehidratación y, sobre todo, porque asegura la máxima conservación de los componentes bioactivos de estos productos y, por tanto, de su valor nutricional, sabor, aroma y color.

La liofilización es un proceso que se inicia con una congelación previa del alimento y se somete a vacío para poder sublimar el agua congelada, que se elimina en forma de vapor sin pasar por el estado líquido. A esta fase se le llama secado primario y, para que ocurra de una forma

eficiente, necesitamos disminuir la presión y temperatura de la muestra por debajo del punto triple, que es el momento en el que coexisten los tres estados: sólido, líquido y gaseoso. Posteriormente, se produce un secado secundario para poder eliminar el agua que, por estar fuertemente ligada al sustrato sólido, no se llegó a congelar.

Un producto en polvo obtenido por liofilización tiene un bajo porcentaje de humedad, por lo que es susceptible de captar agua del ambiente y por lo tanto de producirse fenómenos de apelmazamiento. Para poder solucionar estos problemas, al producto se le pueden añadir solutos de alto peso molecular que facilitan su almacenamiento y su comercialización (Cabanes-Vicedo et al., 2014). En este trabajo se utilizaron, con este fin, goma arábica (GA) y almidón derivatizado con octenil succinato (OSA). Debido a su alto peso molecular, ambos biopolímeros aumentan la temperatura de transición vítrea de la matriz a la que se añaden, lo que retrasa los fenómenos de apelmazamiento de productos en polvo (Silva-Espinoza et al., 2021). Sin embargo, su presencia puede afectar a algunas características del polvo, aspecto que es necesario conocer y que ha sido el objetivo de este trabajo.

El almidón OSA se consigue gracias a una reacción de esterificación del almidón, dando lugar a una molécula de alto peso molecular y de una naturaleza anfifílica. En la modificación química de almidón por medio de octenil succínico anhidro se adicionan grupos bifuncionales hidrofílicos e hidrofóbicos a la molécula. Los almidones modificados con OSA se han destinado a diferentes aplicaciones, particularmente como aditivo alimentario (E1450), ya que debido a su estructura ramificada y a la contribución hidrófoba y estérica del OSA, presentan unas propiedades reológicas y estabilizantes interesantes, además de como encapsulantes. Es incoloro e insípido en disolución y su capacidad estabilizante es independiente del pH y de la fuerza iónica del medio (León-Méndez et al., 2020; Korus et al., 2021)

La goma arábica (GA) es un polisacárido de origen natural, que se extrae de la resina de las acacias. Es muy soluble en agua y permite obtener disoluciones de un rango amplio de concentraciones sin que éstas se vuelvan excesivamente viscosas. Además, GA tiene propiedades como emulsionante, estabilizante de alimentos deshidratados, espesante, antiapelmazante, entre otras. También se ha descrito un efecto encapsulante que protege frente a la oxidación y pérdida de sustancias volátiles. Su uso está extendido dentro del sector alimentario y farmacéutico (Cabanes-Vicedo et al., 2014; Cozic et al., 2009).

2.OBJETIVOS Y PLAN DE TRABAJO

El objetivo del trabajo es conocer algunas propiedades de interés del coproducto del zumo de naranja en polvo para ofrecerlo como ingrediente alimentario natural, versátil, de alta calidad y estable.

El plan de trabajo propuesto para cumplir el objetivo contempla la caracterización del coproducto en cuanto a su contenido en vitamina C (ácido ascórbico y dehidroascórbico), flavonoides mayoritarios (hesperidina y narirutina) y propiedades tecnofuncionales (ángulo de reposo; higroscopicidad y mojabilidad; densidad y porosidad; tamaño medio de partícula; capacidad de retención de agua y de aceite; capacidad de hinchamiento; capacidad emulsionante y espumante; estabilidad de la emulsión y de la espuma).

Además, y teniendo en cuenta que los alimentos deshidratados y con alto contenido en azúcares necesitan de la incorporación de biopolímeros de alto peso molecular para su estabilización física, se propone estudiar la influencia del almidón modificado con ácido octenil succínico y de la goma Arábica en las propiedades analizadas.

3. MATERIAL Y MÉTODOS

3.1 MATERIA PRIMA

3.1.1 COPRODUCTO DE NARANJA

Las experiencias, en este trabajo, se realizaron con coproducto del zumo de naranja procedente de la cafetería de la Facultat de Belles Arts de Sant Carles de la Universitat Politècnica de València. El coproducto se limpió con agua y se troceó manteniéndose en refrigeración a 4 °C hasta su procesado (no más de 24h).

3.1.2 BIOPOLÍMEROS

Como agentes estabilizantes, se emplearon almidón OSA (Roquette, Francia) y GA (Scharlab, España). Éstos se añadieron al coproducto en concentraciones de 0,25 g OSA/g ss, 0,45 g OSA/g ss y 0,45 g GA/g ss, obteniéndose diferentes formulaciones.

3.2 METODOLOGÍA

3.2.1 OBTENCIÓN DEL COPRODUCTO EN POLVO

El coproducto, troceado y limpio, se mezcló con agua, para obtener la muestra CoP, o con una disolución de OSA o GA en agua, preparada 24h antes, a las concentraciones que se muestran en la Tabla 1, para obtener las formulaciones OSA25, OSA45 y GA45. Estas formulaciones se prepararon siguiendo el trabajo de Silva-Espinoza et al. (2020), donde la formulación GA45 dio unos resultados óptimos en relación a las características del puré de naranja liofilizado en polvo. No obstante, teniendo en cuenta el alto contenido en fibra del coproducto utilizado en el presente trabajo se decidió utilizar también OSA en una concentración menor (0,25 g OSA/g ss), como ya empleó Costache (2021) en una formulación del coproducto con goma Arábica. Las mezclas se trituraron en tandas de 750 g de coproducto durante 5 minutos, con una emulsionadora Eurofred (España). Al terminar, la pasta obtenida se distribuyó en bandejas de aluminio de 25 cm de diámetro, con un espesor de 1cm y se congelaron en un arcón congelador (Liebherr LGT 2325, Alemania) a -45 °C durante 48 horas. La liofilización se realizó en un liofilizador Telstar Lyoquest-55 (España) a -50 °C en el condensador, una presión de 0,05 mbar y con las bandejas calefactadas a 50 °C, durante 18 horas (Puchades, 2020). El producto obtenido se trituró en un robot de cocina (Thermomix TM 21, Vorwerk, España) durante 20 segundos, en tandas de 40 g. Tras esto, se separó una parte del polvo para la caracterización del tamaño de partícula (apartado 3.2.2.3.1) y, el resto, se tamizó (AMPO.40, CISA, España), durante 5 minutos a una amplitud de 2,5 mm, para el análisis del resto de propiedades al polvo con tamaño menor de 500 µm. El polvo obtenido se guardó en bolsas zip en refrigeración hasta su posterior uso en las pruebas correspondientes.

Tabla 1. Formulaciones del coproducto del zumo de naranja sin biopolímero (CoP), con 0,25 g OSA/g ss (OSA25), con 0,45 g OSA/g ss (OSA45) y con 0,45 g GA/g ss (GA45).

Muestra	Coproducto (g)	GA/OSA (g)	H ₂ O (mL) ¹	H ₂ O (mL) ²
CoP	100	-	-	37,8
OSA25	100	7	21	16,8
OSA45	100	12,6	37,8	-
GA45	100	12,6	37,8	-

⁽¹⁾ Volumen de agua en el que se diluye el biopolímero para incorporarlo a la formulación.

⁽²⁾ Volumen de agua que se añade a la formulación.

3.2.2 CARACTERIZACIÓN DEL COPRODUCTO ANTES DE LIOFILIZAR Y EN POLVO

Durante el proceso se tomaron muestras de cada una de las formulaciones, antes de liofilizarlas, para determinar su humedad (x_w) y su contenido en ácido ascórbico (AA) y dehidroascórbico (ADHA), vitamina C (VC), hesperidina (HES) y narirutina (NAT), según los procedimientos descritos en los apartados 3.2.2.1 y 3.2.2.2. Todos los análisis se realizaron por triplicado y los resultados se expresan como valor medio \pm desviación estándar.

A las 4 muestras del coproducto en polvo, CoP, OSA25, OSA45 y GA45, se les analizó su x_w (apartado 3.2.2.1) y su contenido en AA, ADHA, VC, HES y NAT (apartado 3.2.2.2). Además, se midieron algunas propiedades físicas de los polvos (apartado 3.2.2.3) y otras relacionadas con su capacidad de interacción con el agua (apartado 3.2.2.4) y con el aceite (apartado 3.2.2.5). Todos los análisis se realizaron por triplicado y los resultados se expresan como valor medio \pm desviación estándar.

3.2.2.1. HUMEDAD

Para la determinación de la humedad de las muestras antes de liofilizar, se utilizó el método gravimétrico tras colocar las muestras en una estufa a vacío (Vaciotem, J.P. Selecta) a 60 ± 1 °C a una presión <100 mm Hg hasta peso constante (AOAC, 1990). Este método consiste en la determinación de la pérdida de peso de una cantidad conocida de muestra, que se corresponde con el agua presente. La humedad de las muestras liofilizadas se analizó mediante el valorador coulométrico Karl Fisher (Mettler Toledo, Compact Coulometric Titrator C10S, USA), expresando la humedad como gramos de agua en 100 gramos de coproducto.

3.2.2.2 COMPUESTOS BIOACTIVOS

3.2.2.2.1 ÁCIDOS ASCÓRBICO, DEHIDROASCÓRBICO Y VITAMINA C

A la actividad como VC contribuyen el AA y el ADHA presentes en una muestra. Para la cuantificación de VC es necesario reducir el ADHA a ácido ascórbico y cuantificar este último. La cuantificación del AA antes de la reducción permite conocer, por diferencia con VC, el ADHA de la muestra.

Para determinar el contenido en AA de cada muestra se partió de 0,5 g del polvo al que se le añadieron 9 mL de ácido oxálico al 0,1% (p/v) para su extracción. La mezcla se agitó manualmente y se dejó en reposo durante 3 minutos para, posteriormente, ser centrifugada (Gyrozen 1236r, Korea) a 12000 rpm, durante 10 minutos y a 4°C. El sobrenadante se filtró con

un filtro de membrana de nailon de 0,45 µm para su análisis por cromatografía líquida de ultra-alta resolución (UHPLC) en las condiciones descritas más adelante.

Para la determinación del contenido en VC se utilizó DL-ditiotreitól (DTT) como agente reductor. Para ello, se pesaron 0,075 g de la muestra liofilizada junto con 2 mL de disolución de DTT (20 g/L). Se homogenizó manualmente y se mantuvo a temperatura ambiente, en oscuridad, durante 2 h. Posteriormente, a 1 g de la mezcla, se le añadieron 9 ml de ácido oxálico al 0,1% (p/v), se homogenizó manualmente y, después de dejar en reposo en oscuridad durante 3 minutos, se filtró con filtro de membrana de nailon de 0,45 µm para cuantificar el ácido ascórbico mediante UHPLC, en las condiciones descritas a continuación. Este ácido ascórbico, que es la suma del AA presente originalmente en la muestra y el que proviene de la reducción del ADHA, es la VC.

La cuantificación del ácido ascórbico se llevó a cabo por UHPLC (Jasco, Italia), con una columna KromaPhase 100 C18 5µm (250x4.6mm) (España). Como fase móvil se empleó ácido oxálico al 0,1% (p/v). El volumen de inyección fue de 10 µL y la velocidad de flujo de 1mL/min. La identificación se realizó a una longitud de onda de 243 nm.

3.2.2.2 HESPERIDINA Y NARIRUTINA

Para la extracción de HES y NAT se pesaron 0,075 g de cada muestra liofilizada. A ésta se le añadió 1 mL de agua bidestilada y 2 mL de dimetilsulfóxido (DMSO). Se agitó, con un vortex (Advanced Vortex Mixer, ZX3, VELP® Scientifica, Italia), durante 10 minutos y posteriormente se centrifugó a 4200 rpm durante 10 minutos a 4°C. El sobrenadante se filtró con un filtro de membrana de nailon de 0,45 µm para su inyección en el UHPLC. La cuantificación de ambos flavonoides se realizó a una longitud de onda de 284 nm, utilizando agua y metanol grado HPLC en gradiente para la fase móvil. Se utilizó una columna SpeedCore C18 2,6µm (Jasco, Italia).

3.2.2.3 PROPIEDADES FÍSICAS

3.2.2.3.1 TAMAÑO DE PARTÍCULA

Para la determinación del tamaño medio de partícula de las formulaciones estudiadas, se tamizaron 40 g de cada una de las muestras, utilizando tamices de 800, 500, 300, 200, 150, 100, 63, 45, 32, 25 µm de luz de malla y el fondo (CISA), durante 5 minutos con una potencia de 50 Hz y una amplitud de 2,5 mm (tamizadora AMP0.40 CISA, España). Antes de comenzar el análisis se pesaron los diferentes tamices. Tras tamizar se pesó el polvo que quedó retenido en cada uno de los tamices. Con estos pesos se calculó la proporción de muestra retenida en cada tamiz (frecuencia relativa) y el tamaño medio de partícula. Para ello se emplearon las ecuaciones 1 y 2, respectivamente.

$$Frecuencia\ relativa\ (\%) = \frac{m_t}{m} * 100 \quad (1)$$

1

$$Tamaño\ medio\ de\ partícula = \frac{\sum_t(DM_t * m_t)}{m} \quad (2)$$

2

Siendo:

m_t : peso de polvo que se ha recogido en cada tamiz (g)

m : suma de todos los pesos de muestra en cada tamiz y en el fondo (g)

DM_t : es la media del diámetro de luz de malla del tamiz donde queda la muestra retenida y el tamiz anterior (μm).

3.2.2.3.2 ÁNGULO DE REPOSO (α)

Este parámetro es representativo de la flotabilidad o capacidad del polvo para fluir en el aire y está influido por factores como la humedad y el tamaño medio de partícula. Se calcula a partir del ángulo formado entre la pendiente del cono de producto que se origina al dejar caer el polvo sobre una superficie horizontal y ésta. Para determinar α se vertieron 15 g del coproducto en polvo sobre una placa, debajo de la que se encontraba un embudo (diámetro superior = 80 mm, diámetro del vástago = 11 mm, longitud del vástago = 29 mm, altura total aproximada = 85 mm), colocado a 5 cm de altura de la superficie horizontal, cubierta con un papel milimetrado. El polvo se dejó caer retirando la placa por espacio de 15 segundos. Con un pie de rey se tomaron las medidas de la altura del cono formado y del diámetro de su base, tomándose 6 medidas de este último. Para calcular α ($^\circ$) se empleó la ecuación 3.

$$\alpha = \arctan\left(\frac{2 \cdot h}{d}\right) \quad (3)$$

Siendo:

h : altura del cono que se ha formado (cm)

d : diámetro promedio (cm)

3.2.2.3.3 DENSIDAD APARENTE, DENSIDAD REAL, POROSIDAD, ÍNDICES DE HAUSNER Y CARR

La densidad aparente del polvo vertido y compactado se analizó introduciendo cada una de las muestras en un tubo de centrifuga graduado de 15 mL y 1,4 mm de diámetro, hasta llenar 10 mL. El tubo se pesó previamente y tras introducir la muestra. La relación masa/10 nos permite calcular la densidad aparente del polvo vertido. Después de compactar la muestra introducida en el tubo con el vortex a 1200 rpm durante 10 segundos, se midió el volumen ocupado por el polvo compactado (V_c) y se calculó la densidad aparente del polvo compactado (m/V_c). Ambas densidades se expresaron en g/cm^3 .

Para el cálculo de la densidad real (ecuación 4) se tuvo en cuenta la composición de las diferentes muestras (Tabla 2) y la densidad de cada componente (Choi y Okos, 1986).

$$\rho = \frac{1}{\sum\left(\frac{x_i}{\rho_i}\right)} \quad (4)$$

Siendo x_i y ρ_i la fracción másica y la densidad, respectivamente, de cada componente.

La porosidad (%) se calculó para el polvo vertido y compactado según las ecuaciones 5 y 6. Para calcular los índices de Hausner (IH) y Carr (IC) se tuvo en cuenta la densidad del polvo vertido y compactado (ecuaciones 7 y 8).

$$\varepsilon_v = \frac{\rho - \rho_v}{\rho} * 100 \quad (5)$$

5

$$\varepsilon_c = \frac{\rho - \rho_c}{\rho} * 100 \quad (6)$$

6

$$IH = \frac{\rho_c}{\rho_v} \quad (7)$$

7

$$IC (\%) = \frac{\rho_c - \rho_v}{\rho_c} \quad (8)$$

8

Siendo:

ρ : densidad real de la muestra (g/cm^3)

ρ_c : densidad aparente del polvo compactado (g/cm^3)

ρ_v : densidad aparente del polvo vertido (g/cm^3)

3.2.2.4 PROPIEDADES RELACIONADAS CON LA INTERACCIÓN CON EL AGUA

3.2.2.4.1 MOJABILIDAD

La mojabilidad es inversamente proporcional al tiempo necesario para mojar todas las partículas del polvo cuando éste se vierte sobre el agua. Para realizar este análisis se vertieron 10 g de muestra sobre 250 mL de agua a 25°C. Se registró el tiempo (s) en el que todas las partículas se hundieron completamente y desaparecieron de la superficie. De esta forma, a mayor tiempo de mojado, menor mojabilidad de la muestra.

3.2.2.4.2 HIGROSCOPICIDAD

La higroscopicidad se obtuvo a partir del contenido de agua ganado por el polvo tras su exposición en un ambiente con una humedad relativa determinada. Para ello se pesó 1 g de muestra, exponiéndose durante 1,5 h en un recipiente hermético con una humedad relativa del 75% a 20 °C, ambiente creado utilizando una disolución saturada de NaCl (actividad del agua = 0,75). El resultado se expresó como g de agua ganada / 100 g de producto (base seca).

3.2.2.4.3 DISPERSABILIDAD

La dispersabilidad es la capacidad del polvo de distribuirse en una disolución sin la formación de grumos secos (Jaya y Das, 2004). Se siguió el método descrito por Haugaard et al. (1978) y Pisecky (1985). Se mezclaron 6,5 g de polvo (m) y 50 g de agua, a 50°C, en un vaso de precipitados. La disolución se hizo pasar por un tamiz de 200 μm y se recogió la fracción que pasó el tamiz. Los sólidos secos de la disolución tamizada (m_{ss}) se determinaron secándola, hasta peso constante, en la estufa a 60°C y a vacío. Se calculó la dispersabilidad (ecuación 9) como gramos de sólidos secos que pasan por el tamiz por cada gramo de sólidos secos en el polvo, calculados a partir de su humedad (x_w , determinada según el apartado 3.2.2.1).

$$\text{Dispersabilidad} = \frac{m_{ss}}{m \cdot (1 - X_w)} * 100 \quad (9)$$

9

3.2.2.4.4 SOLUBILIDAD

Para la determinación de los sólidos solubles se siguió el método que describe Akhavan et al., (2016). Se mezclaron 0,4 g de muestra, en un tubo de centrifuga de 15 mL, junto con 12 mL de agua destilada. Los tubos se agitaron durante 5 minutos en el vortex y se pasaron a la centrifuga a 12000 rpm, durante 20 minutos a 4°C. Al finalizar se recogieron los sobrenadantes en unos crisoles y se introdujeron en estufa a 100°C y a vacío hasta peso constante (SS). La solubilidad se calculó mediante la ecuación 10, calculando los sólidos totales (ST) a partir de la humedad de cada muestra, como en la Ec. (9).

$$SD = \frac{SS}{ST} * 100 \quad (10)$$

10

3.2.2.4.5 CAPACIDAD DE RETENCIÓN DE AGUA (CRA)

Para la determinación de CRA se mezclaron, con ayuda del vortex, 0,5 g de muestra en un tubo de centrifuga de 15 mL con 4,5 mL de agua destilada, dejándolo reposar durante 18 horas a 25°C. Tras este tiempo se centrifugó a 4164 rpm y 20°C durante 25 minutos. Se eliminó el sobrenadante con una pipeta Pasteur y se secó 1 g de precipitado en una estufa hasta alcanzar un peso constante (R). La diferencia de peso permitió conocer la cantidad de agua (W) y calcular CRA, que se expresó como gramos de agua retenida por gramos de residuo seco (ecuación 11).

$$CRA = \frac{W}{R} \quad (11)$$

11

3.2.2.5 PROPIEDADES RELACIONADAS CON LA INTERACCIÓN CON EL ACEITE

3.2.2.5.1 CAPACIDAD RETENCIÓN DE ACEITE (CRO)

Para determinar la CRO, se tuvo en cuenta la metodología seguida por Garau et al. (2007). Se mezclaron, con ayuda del vortex, 0,2 g de cada muestra en polvo junto con 1,5 g de aceite de girasol en un tubo de centrifuga de 15 mL, dejándolo reposar durante 18 horas a 25°C. A continuación, se centrifugó a 3416 rpm durante 5 minutos a 20°C. Con una pipeta Pasteur se retiró el sobrenadante y se pesó el residuo. CRO se calculó a partir del aumento de peso del residuo respecto al de la muestra, expresando el resultado como los gramos de aceite absorbidos por gramo de muestra en polvo.

3.2.2.5.2 CAPACIDAD EMULSIONANTE (CE) Y ESTABILIDAD DE LA EMULSION (EE)

Para la capacidad y estabilidad emulsionante se siguió la metodología descrita por Yasumatsu et al. (1972), con algunas modificaciones. Se preparó una disolución de polvo en agua al 10% (m/v) y se agitó en el agitador magnético a 200 rpm durante 5 minutos. Tras esto, se mezclaron 7 mL de esta disolución y 7 mL de aceite de girasol. Con el ultra-turrax (Velp Scientifica ZX3, Italia), a 10000 rpm durante 1 minuto, se obtuvo una mezcla. Aproximadamente 8 mL de esta mezcla (V),

se centrifugaron a 10000 rpm durante 5 minutos a 20°C. Como consecuencia de esta etapa se podrían llegar a separar 4 fases: un precipitado, por encima una fase acuosa, una fase superior grasa y una intermedia entre la acuosa y la grasa, que sería la emulsión. Se midió el volumen de la emulsión (V_e) determinándose la CE mediante la ecuación 12.

$$CE(\%) = \frac{V_e}{V} * 100 \quad (12)$$

12

Para la medida de la EE, se realizó el mismo proceso que para la actividad emulsionante, pero, tras obtener las mezclas con el ultra-turrax e introducirlas en los tubos de centrifuga, se calentaron a 80°C durante 30 min y, posteriormente, se enfriaron con agua corriente durante 15 minutos y se centrifugaron en las condiciones anteriormente mencionadas. Para calcular la EE se empleó la misma ecuación 12.

3.2.2.5.3 CAPACIDAD ESPUMANTE (FC) Y ESTABILIDAD DE LA ESPUMA (FS)

Se mezclaron 2 g de muestra en un vaso de precipitado con 40 mL de agua destilada. Esta mezcla se homogeneizó en el ultra-turrax durante 5 minutos a 10000 rpm. Para determinar la capacidad y estabilidad espumante se tomaron diferentes medidas de volumen de la espuma obtenida. En el caso de la capacidad espumante se midió el volumen a los 30 segundos de homogeneizar (V_{30}) y antes de hacerlo (V). Para la estabilidad de la espuma se midió el volumen de la espuma recién obtenida (V_0) y transcurridos 60 minutos (V_{60}). Se emplearon las ecuaciones 13 y 14 para determinar FC y FS, respectivamente.

$$FC = \frac{V_{30}-V}{V} * 100 \quad (13)$$

13

$$FS = \frac{V_{60}}{V_0} * 100 \quad (14)$$

14

3.3 ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Para este apartado se empleó el programa Statgraphics (versión Centurio XVIII, StatPoint Technologies, Inc). Se vieron las diferencias significativas entre las cuatro muestras de coproducto en polvo, mediante un análisis de la varianza (ANOVA simple), con un nivel de confianza del 95% (p-valor<0,05).

4. RESULTADOS

Las Tablas 2 y 3 muestran la humedad y el contenido en los compuestos bioactivos analizados en las diferentes muestras antes y después de liofilizar, respectivamente. La humedad del coproducto del zumo de naranja utilizado como materia prima en este estudio fue de $78,8 \pm 0,5$ g agua/100 g coproducto. Como todas las formulaciones preparadas llevan agua añadida y, algunas de ellas, también biopolímeros, que hacen disminuir su humedad (Guevara-Pérez et al., 1998), ésta mostró diferencias significativas (p<0,05, Tabla 2). Por otra parte, asegurar un porcentaje de humedad bajo es indispensable para la estabilidad durante el almacenamiento de las muestras (Bhusari et al., 2014). Los valores de humedad inferiores al 6% que presentaron

todas las muestras liofilizadas (Tabla 3) son los ideales para favorecer la estabilidad de estos productos en polvo (Barbosa-Canovas et al., 2005). Conviene mencionar en este punto que, dado el diferente contenido en coproducto, que es el que aporta los compuestos bioactivos estudiados, en biopolímeros añadidos y en agua (Tabla 1), para poder comparar la composición de las muestras, tanto antes como después de liofilizar, será necesario referir los resultados a una base de cálculo que no cambie entre las muestras, que en este caso son los solutos propios del coproducto. Para ello hay que tener en cuenta la cantidad de biopolímero añadido, en cada caso, a los 750 gramos de coproducto (Tabla 1), la humedad del coproducto utilizado como materia prima y la humedad de las muestras formuladas y liofilizadas (Tablas 2 y 3, respectivamente).

Tabla 2. Valores medios de humedad (X_w , g agua/100 g muestra analizada) y compuestos bioactivos (mg/100 g muestra analizada) de las diferentes formulaciones antes de liofilizar (códigos según Tabla 1): vitamina C (VC), ácido ascórbico (AA), ácido dehidroascórbico (ADHA), hesperidina (HES) y narirutina (NAT).

	CoP	OSA25	OSA45	GA45
X_w	84,14±0,03 ^(c)	80±2 ^(b)	77,98±0,02 ^(a)	77,70±0,02 ^(a)
VC	86±2 ^(b)	82,1±0,9 ^(a)	82,3±1,1 ^(a)	80±3 ^(a)
AA	5,5±0,6 ^(a)	5,3±0,2 ^(a)	5,91±0,08 ^(a)	-
ADHA	81±3 ^(b)	76,74±1,13 ^(a)	76,33±1,08 ^(a)	80±3 ^(a)
HES	167±30 ^(a)	195±4 ^(a)	189±10 ^(a)	567±17 ^(b)
NAT	16±3 ^(a)	17,6±1,3 ^(a)	18,5±0,4 ^(a)	39±2 ^(b)

Resultados expresados como $\bar{X} \pm \sigma$. Letras diferentes en superíndices (a, b y c) indican las diferencias significativas entre las muestras para cada propiedad ($p < 0,05$).

Tabla 3. Valores medios de humedad (g agua/100 g muestra analizada) y compuestos bioactivos (mg/100 g muestra analizada) de las diferentes muestras liofilizadas (códigos según Tabla 1): Vitamina C (VC), ácido ascórbico (AA), ácido dehidroascórbico (ADHA), hesperidina (HES) y narirutina (NAT) de las diferentes formulaciones de las muestras liofilizadas (códigos según Tabla 1).

Propiedad/Muestra	CoP	OSA25	OSA45	GA45
X_w	4,4±0,3 ^(b)	3,43±0,08 ^(a)	2,9±0,3 ^(a)	2,9±0,3 ^(a)
VC	550±21 ^(a)	581±30 ^(ab)	559±18 ^(a)	614±6 ^(b)
AA	19,054±0,115 ^(a)	21,3±1,5 ^(a)	25±7 ^(a)	-
ADHA	538±20 ^(a)	560±28 ^(a)	535±11 ^(a)	614±6 ^(b)
HES	2904±58 ^(b)	2613±117 ^(a)	2664±25 ^(a)	4077±208 ^(c)
NAT	145±10 ^(b)	99±4 ^(a)	85±8 ^(a)	305±19 ^(c)

Resultados expresados como $\bar{X} \pm \sigma$. Letras diferentes en superíndices (a, b y c) indican diferencias significativas entre las muestras para cada propiedad ($p < 0,05$).

En relación con los compuestos bioactivos, por la cantidad en que se encuentran en el coproducto del zumo de naranja y por su potencial interés a nivel fisiológico, en este trabajo se analizó el contenido en HES, NAT y VC. Tanto HES como NAT son los flavonoides dominantes en los cítricos, siendo la HES el mayoritario en la piel (Escobedo-Avellaneda et al., 2014). Los flavonoides son compuestos naturales, que poseen estructuras fenólicas, presentes en verduras, flores, vino, frutas... Éstos muestran una variedad de características biológicas como pueden ser: antioxidantes, antimicrobianas, antiinflamatorias, antimutagénicas y previenen diferentes enfermedades coronarias, por lo que tienen diferentes aplicaciones farmacéuticas, medicinales y nutricionales (Londoño-Londoño, 2012 Panche et al., 2016). Por su parte, VC es una vitamina hidrosoluble y antioxidante, con un gran papel en el uso clínico como puede ser frente a enfermedades vasculares, cáncer, prevención de cataratas, control de hipertensión (Valdés, 2006). Además, se encuentra en dos formas: ácido ascórbico (AA) y la oxidada, el ácido dehidroascórbico (ADHA). El ADHA es el compuesto predominante en la piel de la naranja, siendo el AA un compuesto minoritario en ella, al contrario de lo que ocurre en la pulpa (Escobedo-Avellaneda et al., 2014, Galindo, 2019).

En las muestras estudiadas, la HES fue el componente mayoritario tanto antes (Tabla 2, Fig. 1) como después de liofilizar (Tabla 3, Fig. 2). En el primer caso, tanto la concentración de HES como la de NAT aumentaron al añadir los biopolímeros ($p < 0,05$, Fig. 1). Según describen Galindo et al. (2022) estos compuestos favorecen la extracción de los compuestos bioactivos porque disminuyen la viscosidad de las muestras, lo que a su vez favorece la encapsulación. En este caso, este efecto fue más acusado en presencia de GA que de OSA. Por otra parte, una mayor concentración de OSA añadida no fue más efectiva para la encapsulación de estos compuestos ($p > 0,05$). El contenido en HES y NAT aumentó en las muestras liofilizadas (Fig. 1 y 2), lo que puede deberse a una mayor facilidad para su extracción en este caso, asociado a la alta porosidad de los coproductos liofilizados (Galindo et al., 2022).

En cuanto a la VC, como era de esperar, para todas las muestras se observó un mayor contenido de ADHA que de AA (Fig. 1 y 2). Las muestras con biopolímeros añadidos presentaron mayor concentración de VC (Fig. 1 y 2). La VC también mostró una cierta mayor facilidad de extracción en las muestras liofilizadas, que en realidad fue como consecuencia de un aumento del ADHA, significativo para las muestras con biopolímeros añadidos ($p < 0,05$), pero pérdida del AA ($p < 0,05$). Galindo et al. (2022) justifican este comportamiento en base a la temperatura utilizada durante la liofilización (50 °C), que favorece la degradación del AA a ADHA y la encapsulación del ADHA. Es por esto que el aumento de VC observado en los productos liofilizados fue menor que el de los flavonoides.

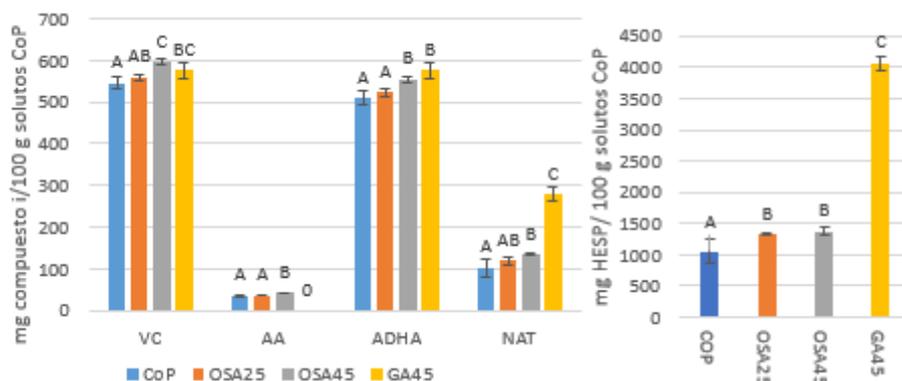


Figura 1. Contenido en compuestos bioactivos de las muestras antes de liofilizar (mg compuesto i/100 g solutos CoP).

Cuando se comparan las muestras liofilizadas, puede observarse que GA45 fue la que presentó mayor contenido en HES, NAT, ADHA y VC ($p < 0,05$, Fig. 2). Por otra parte, si se comparan los diferentes coproductos liofilizados con el coproducto utilizado como materia prima, sin añadirle biopolímeros y antes de liofilizar, se puede observar un aumento en VC, siempre a costa del aumento de ADHA y disminución de AA, de un 2, 13 y 24 % para las muestras sin biopolímeros con OSA y con GA, respectivamente. HES aumenta del orden de un 172 % para las muestras sin biopolímeros y con OSA y hasta un 325 % en GA45; para NAT estos aumentos fueron de 47, 34 y 226 % para las muestras sin biopolímeros con OSA y con GA, respectivamente. Teniendo en cuenta los resultados comentados, desde el punto de vista de la encapsulación de los compuestos bioactivos estudiados de cara a la obtención de los coproductos liofilizados, la formulación GA45 parece lo más efectivo, la cual incluso podría reducirse para preparar una formulación GA25 (Carmona, 2021)

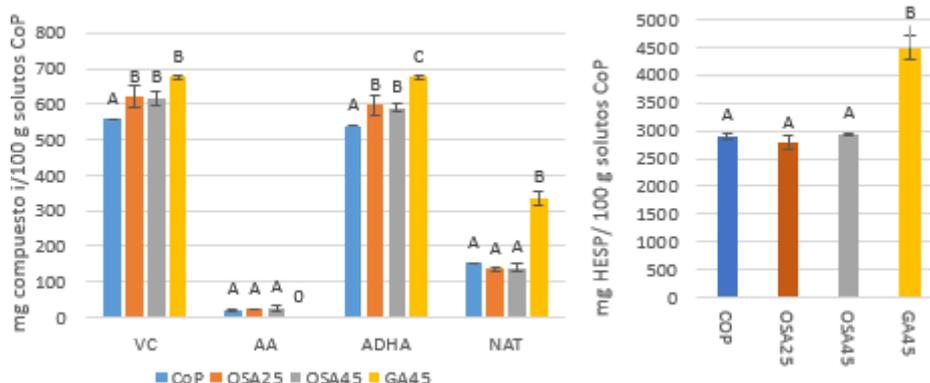


Figura 2. Contenido en compuestos bioactivos de las muestras liofilizadas (mg compuesto i/100 g solutos CoP).

Para un producto en polvo, el tamaño de partícula, junto con la forma, densidad y dureza son unas de las características más importantes. Un material particulado se considera un polvo si su tamaño medio de partícula es menor de 1 mm (Davies, 1984; Barbosa-Cánovas et al., 2005).

Para caracterizar el tamaño de partícula de los diferentes productos en polvo considerados en este estudio, se obtuvo su distribución (Fig. 3) y, a partir de ella, el tamaño medio de partícula, la moda y la mediana (Tabla 4). Para ello se consideró como tamaño de las partículas el valor medio entre la luz de malla del tamiz donde éstas quedaron retenidas y la del de tamaño inmediatamente superior. Como puede observarse en la Figura 3, la distribución menos homogénea fue la de CoP, con más partículas de mayor tamaño, y la más homogénea la de GA45. Esto hace que el tamaño medio de partícula oscile entre el de estas dos muestras, 259 y 183 μm , respectivamente ($p < 0,05$). El tamaño de las muestras con OSA no mostró diferencias significativas con el de CoP (Tabla 4, $p > 0,05$). Como se ve en la Figura 3, el tamiz que más partículas retuvo (moda de la distribución) fue el de 300 μm , excepto en el caso de GA45 que fue ligeramente superior siendo en este caso el tamiz de 200 μm (Tabla 4). También la mediana fue menor para la muestra con GA que para las que contienen OSA y la de éstas menor que la de CoP (Tabla 4, $p < 0,05$). Este comportamiento puede relacionarse con una menor resistencia a la trituración de la torta que se obtiene tras la liofilización de la muestra del coproducto formulada con GA, pero también con una mayor resistencia a la atrición, lo que puede resultar beneficioso desde el punto de vista del manejo del producto en polvo.

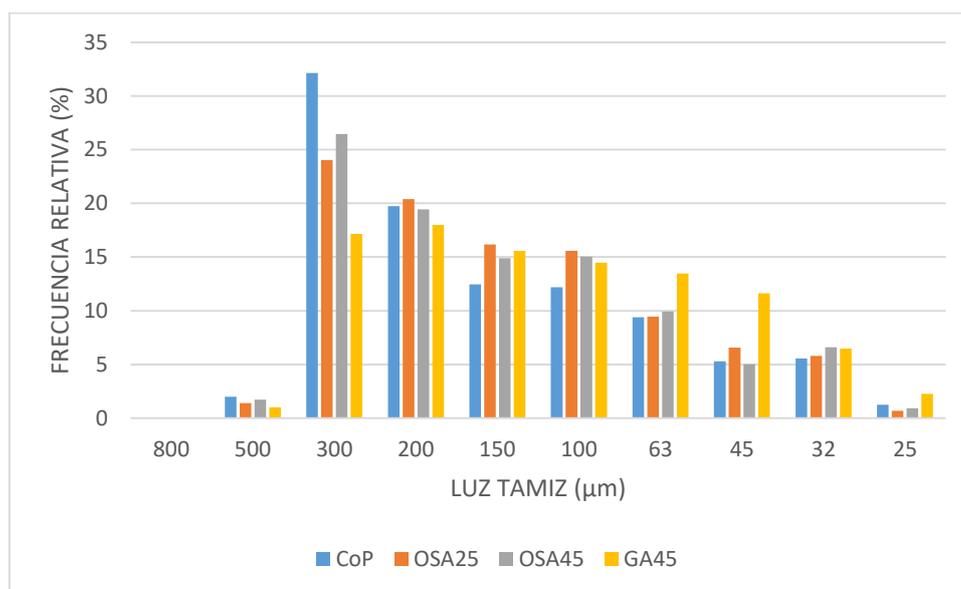


Figura 3: Distribución del tamaño de partícula de las diferentes formulaciones (códigos según Tabla 1) en relación al porcentaje de muestra retenida en cada uno de los tamices (frecuencia relativa, %).

Tabla 4. Valores medios de tamaño medio de partícula (TMP), moda y mediana, expresados en μm , de las diferentes formulaciones (códigos según Tabla 1)

Propiedad/Muestra	COP	OSA25	OSA45	GA45
TMP	259±9 ^(b)	217±3 ^(b)	224±3 ^(b)	185±3 ^(a)
Moda	400 ^(b)	400 ^(b)	400 ^(b)	250 ^(a)
Mediana	303±20 ^(c)	242±6 ^(b)	255±7 ^(b)	209±5 ^(a)

Resultados expresados como $\bar{x} \pm \sigma$. Letras en superíndices (a, b y c) indican diferencias significativas entre las muestras para cada propiedad ($p < 0,05$).

La Tabla 5 muestra algunas de las propiedades físicas medidas a los productos en polvo estudiados, todas ellas relacionadas con el comportamiento del polvo al flujo en aire y, por lo tanto, con el rozamiento entre las partículas y su adhesividad. Si aumenta la fluidez del granulado, el ángulo de reposo y los índices de Hausner y Carr disminuyen. En este estudio, ninguna de las 3 propiedades mostró diferencias significativas entre las muestras ($p > 0,05$, Tabla 5). A pesar de que algunos estudios describen que un menor tamaño de partícula supone un peor flujo de las partículas de un polvo (Zhou et al., 2001; Acosta, 2020), en este caso el menor tamaño de la muestra GA45 no fue suficiente como para disminuir su flotabilidad. El α de las diferentes muestras de coproducto, entre 36,6 y 38, 4º, el IH (1,057-1,08) y el IC (5,4-7,1 %) fueron del mismo orden o ligeramente inferiores a los encontrados para un polvo de naranja obtenido a partir del puré de la misma con diferentes biopolímeros añadidos (Silva Espinoza et al., 2021; Camacho et al., 2022). El menor contenido en fibra y mayor contenido en azúcares del puré justifica estos resultados (USDA, 2019).

Hay diferentes clasificaciones para caracterizar un polvo granulado en función de su ángulo de reposo. Según Barbosa-Cánovas et al. (2005) un material fluye bien cuando $\alpha < 35^\circ$, es bastante cohesivo si el valor está entre 35 y 45°, es cohesivo de 45 a 55° y si $\alpha > 55^\circ$ se considera muy cohesivo. Para Alavi y Caussat (2005), la clasificación es algo diferente, de manera que se asume fluidez alta: $25^\circ < \alpha < 30^\circ$, fluidez media: $30^\circ < \alpha < 38^\circ$ y fluidez baja: $38^\circ < \alpha < 45^\circ$. También la Real Farmacopea Española (2015) tiene una clasificación en este sentido, según la cual si α está entre 31 y 35° se consideran polvos con buena flotabilidad, entre 36-40° regular y 41-45° aceptable. Por su parte, Fitzpatrick (2013) y Acosta 2020 enmarcan a los polvos con un IH $< 1,25$ y un IC 5-15 % entre los que presentan un flujo intermedio/alto o excelente, respectivamente. Según estas clasificaciones, las cuatro muestras estudiadas tendrían que considerarse como algo cohesivas, pero con una fluidez más que aceptable. Esta cierta cohesividad era de esperar teniendo en cuenta la composición de estas muestras, con un contenido en azúcares relativamente alto. En este sentido, es importante dejar constancia de que la presencia de biopolímeros no mejora la fluidez del coproducto. Si seguimos tomando como referencia el polvo obtenido a partir del puré o del zumo de naranja, éste es tan cohesivo que es no es posible la caracterización de sus propiedades físicas (información no publicada). En estos casos, sí que es necesario añadir biopolímeros, en una cantidad equiparable a la presente en las muestras OSA45 y GA45 de este estudio, para conseguir un polvo con una flotabilidad similar a la obtenida en este estudio. Por tanto, parece que el mayor y menor contenido de fibra y azúcares, respectivamente, en el coproducto que en la parte comestible de la fruta evita la formación de puentes interpartícula en el polvo, asegurando un polvo suelto, sin que, para ello, sea necesario añadir OSA o GA.

Tabla 5. Valores medios de ángulo de reposo (α), índice de Hausner (IH), índice de Carr (IC), densidad real (ρ), densidad aparente del polvo compactado y vertido (ρ_c ; ρ_v), porosidad del polvo compactado y vertido (ϵ_c ; ϵ_v) de las diferentes formulaciones (códigos según Tabla 1).

COP	OSA25	OSA45	GA45
-----	-------	-------	------

α (°)	37±3 ^(a)	38,4±0,2 ^(a)	38,2±1,1 ^(a)	38,3±0,4 ^(a)
IH	1,057±0,007 ^(a)	1,057±0,005 ^(a)	1,08±0,04 ^(a)	1,07±0,03 ^(a)
IC (%)	5,4±0,6 ^(a)	5,4±0,4 ^(a)	7,1±1,4 ^(a)	7±2 ^(a)
ρ (g/cm ³)	1,399	1,405	1,408	1,408
ρ_c (g/cm ³)	0,144±0,008 ^(a)	0,237±0,007 ^(b)	0,31±0,08 ^(b)	0,281±0,019 ^(b)
ρ_v (g/cm ³)	0,136±0,006 ^(a)	0,224±0,006 ^(b)	0,29±0,07 ^(b)	0,262±0,016 ^(b)
ε_c (%)	89,7±0,6 ^(b)	83,1±0,5 ^(a)	80±5 ^(a)	81,4±1,2 ^(a)
ε_v (%)	90,3±0,5 ^(b)	84,1±0,4 ^(a)	81±5 ^(a)	80,1±1,2 ^(a)

Resultados expresados como $\bar{X} \pm \sigma$. Letras distintas en superíndices (a, b y c) indican diferencias significativas entre las muestras para cada propiedad. ($p < 0,05$).

Para calcular la densidad real de las muestras liofilizadas (Tabla 5), se tuvo en cuenta su humedad (Tabla 3) y contenido en biopolímeros añadidos (Tabla 1), así como la composición del coproducto del zumo de naranja (Ustero, 2021). Con todo ello se calculó la composición de cada producto en polvo (Tabla 6) y, teniendo en cuenta la densidad de los componentes puros (Tabla 6), se aplicó la Ec. (4) para obtener la densidad real. El mayor contenido en carbohidratos y menor humedad de las muestras con biopolímeros justifica su mayor densidad. La densidad aparente del polvo compactado y del vertido mostraron diferencias entre las muestras, de manera que las de la muestra sin biopolímeros añadidos fue menor que las de los polvos formulados, sin diferencias significativas entre estas últimas ($p > 0,05$). Estas propiedades ayudan a conocer la facilidad con la que un material puede ser envasado o mezclado en un envase (Cerezal et al., 2011). Desde este punto de vista, la incorporación de los biopolímeros supone un mejor empaquetamiento de las partículas y, por tanto, una mayor densidad aparente y una menor porosidad interpartícula (Tabla 5).

Tabla 6. Composición (g/100 g) de las diferentes formulaciones del coproducto del zumo de naranja liofilizadas (código según Tabla 1) y densidad (ρ) de los componentes puros a 20°C.

Componentes	CoP	OSA25	OSA45	GA45	ρ (g/cm ³)*
Agua	4,44	3,43	2,96	2,96	0,9976
Carbohidratos	84,12	87,46	89,21	89,21	1,4246
Proteínas	6,24	4,97	4,27	4,27	1,2894
Lípidos	0,26	0,21	0,18	0,18	0,9164
Cenizas	4,94	3,93	3,38	3,38	1,7434

*Choi y Okos, 1986.

En la Tabla 7 aparece el valor de las propiedades de las muestras medidas en relación con su interacción con el agua. La higroscopicidad hace referencia a la capacidad que presenta un producto para absorber agua de un ambiente con una humedad relativa elevada,

considerándose un buen producto en polvo aquél con higroscopicidad baja (Bhusari et al., 2014). En este caso, las cuatro muestras estudiadas mostraron valores entre 3,8 y 4,9 g agua ganados/100 g solutos, sin diferencias significativas entre ellas ($p < 0,05$). La higroscopicidad de los coproductos fue inferior a la de otras fibras de origen vegetal (Noguerol et al., 2021 a y b, 14-35 %), lo que se puede justificar por la presencia de otros componentes menos afines por el agua en las muestras caracterizadas en este estudio. La baja higroscopicidad del coproducto en polvo ayudará a que éste se mantenga suelto durante su almacenamiento. Esto, unido a que la presencia de los biopolímeros no modifica la tendencia del coproducto en polvo a captar agua del ambiente, indica que, desde el punto de vista de la estabilidad física del polvo y para prevenir fenómenos de apelmazamiento, no es necesaria la incorporación de biopolímeros al coproducto.

Tabla 7. Valores medios de higroscopicidad (g agua ganados/100 g ss), mojabilidad (s), dispersabilidad (g ss que atraviesan el tamiz/ g ss muestra), solubilidad (%) y capacidad de retención de agua (CRA, %) de las diferentes formulaciones (códigos según Tabla 1)

Propiedad/Muestra	CoP	OSA25	OSA45	GA45
Higroscopicidad	4,1±0,7 ^(a)	4,17±0,16 ^(a)	3,8±0,8 ^(a)	4,9±0,7 ^(a)
Mojabilidad	1845±59 ^(d)	269±25 ^(a)	412±62 ^(b)	598±19 ^(c)
Dispersabilidad	8±2 ^(a)	87±15 ^(b)	103±5 ^(b)	241±20 ^(c)
Solubilidad	29±1 ^(a)	32±2 ^(a)	45±3 ^(b)	45±5 ^(b)
CRA	2,33±0,04 ^(ab)	2,44±0,03 ^(b)	2,27±0,11 ^(a)	2,28±0,05 ^(a)

Resultados expresados como $\bar{X} \pm \sigma$. Las letras en superíndices (a, b y c) indican diferencias significativas entre las muestras para cada propiedad. ($p < 0,05$).

La mojabilidad, junto con la dispersabilidad y la solubilidad son unas de las propiedades más importantes en productos en polvo que han de ser rehidratados para su uso (Akhavan et al., 2016). El tiempo necesario para que unas partículas sólidas se humedezcan en un líquido es la mojabilidad y está muy relacionada con la porosidad y con el tamaño de partícula de ese alimento sólido, siendo la porosidad el factor más determinante (Ceballos et al., 2012). Al incrementarse la cantidad de poros de la estructura del producto y también al disminuir el tamaño de partícula aumenta la superficie específica del mismo y, por tanto, la mojabilidad, al aumentar el tiempo necesario para que las partículas se humecten. Se trata de una importante propiedad ya que aquellos polvos que no tienen buena capacidad para humectarse generan problemas para el consumidor (Serna-Cock et al., 2014). Las muestras mostraron un descenso importante de la mojabilidad en presencia de los biopolímeros, especialmente de OSA ($p < 0,05$, Tabla 4). La dispersabilidad se vio muy mejorada por la presencia de biopolímeros, más cuando se trata de GA que de OSA ($p < 0,05$, Tabla 7). Con esta propiedad se mide la capacidad que tiene un polvo de captar agua sin que se formen de grumos (Jaya y Das, 2004). Por tanto, interesa una dispersabilidad alta cuando un producto en polvo tenga que ser rehidratado para su uso final. Este comportamiento de la muestra GA45 también podría estar relacionado con su menor TMP. La solubilidad del coproducto coincide con el valor encontrado por de-Moraes et al. (2013). Ésta

aumentó en presencia de una mayor cantidad de biopolímeros añadidos ($p < 0,05$, Tabla 7), lo que puede relacionarse con la propia solubilidad de los biopolímeros. No obstante, la solubilidad en estos casos también pudo verse favorecida por la menor humedad de estas muestras (García, 2011). Por su parte, la CRA presentó valores entre 2,27 y 2,44 % (bs), del mismo orden para todas las muestras, a pesar de detectarse alguna diferencia significativa ($p < 0,05$, Tabla 7). La CRA de los coproductos fue inferior a la de otras fibras de origen vegetal (Noguerol et al., 2021 a y b, 5-26 % bs), incluida la extraída del subproducto de la industria del procesamiento de la naranja (6-10 % bs, Grigelmo-Miguel y Martín-Belloso, 1999; Fernández-López et al., 2009). Dado que la capacidad de retención de agua se asocia a la presencia de fibra, especialmente de fibra soluble (Grigelmo-Miguel y Martín-Belloso, 1999), el contenido en otros solutos diferentes a la fibra de los coproductos objeto de este estudio puede justificar la menor higroscopicidad obtenida.

En la Tabla 8 se recogen los resultados de las propiedades de las muestras relacionadas con su capacidad de interacción con el aceite y de incorporación de aire. Los resultados de la capacidad de retención de aceite mostraron diferencias significativas entre CoP y las muestras con biopolímeros añadidos, en las que ésta fue menor. Las muestras con OSA fueron las de menor CRO, aunque sin diferencia significativa con GA45. La CRO de CoP fue del orden de la encontrada por de-Moraes et al. (2013) y ligeramente superior a la de diferentes fibras de origen vegetal (Noguerol et al., 2021a y b, 14-35 %). Una alta CRO puede contribuir a prevenir la pérdida de grasa durante el cocinado de los alimentos, además de a disminuir los niveles de colesterol en sangre (de-Moraes et al., 2013). En cuanto a la actividad y la estabilidad emulsionante, no se vieron diferencias significativas entre CoP y GA45, pero sí entre éstas y las muestras con OSA, en las que los valores aumentaron significativamente ($p < 0,05$). Esto se puede relacionar con el carácter marcadamente anfílico de la OSA, gracias a la presencia de grupos bifuncionales hidrofílicos e hidrofóbicos, que favorece la formación de la emulsión y la estabilidad de la misma (León-Mendez et al., 2020). Un comportamiento similar se observó para FC, que también fue mayor ($p < 0,05$) en las muestras con OSA, especialmente la muestra OSA45. Sin embargo, la de esta muestra fue la espuma menos estable (Tabla 8).

Tabla 8. Valores medios de capacidad retención de agua, aceite (CRA; CRO), actividad y estabilidad emulsionante (AE; EE) y capacidad y estabilidad espumante (FC, FS) de las diferentes formulaciones (Código según Tabla 1).

Propiedad/Muestra	CoP	OSA25	OSA45	GA45
CRO (%)	2,69±0,18 ^(b)	1,9±0,3 ^(a)	1,77±0,04 ^(a)	2,06±0,19 ^(a)
AE (%)	8±1 ^(a)	29±4 ^(b)	30±8 ^(b)	7,8±0,6 ^(a)
EE (%)	8±1 ^(a)	24±2 ^(b)	24,3±0,3 ^(b)	7±0,4 ^(a)
FC(%)	3±2 ^(a)	9±2 ^(b)	20,1±1,2 ^(c)	4,88±0,09 ^(a)
FS(%)	95,08±1,07 ^(b)	95,2±1,5 ^(b)	85±3 ^(a)	93±3 ^(b)

Resultados expresados como $\bar{X} \pm \sigma$. Las letras en superíndices (a, b y c) indican diferencias significativas entre las muestras para cada propiedad. ($p < 0,05$).

5. CONCLUSIONES

Para la obtención del coproducto del zumo de naranja liofilizado, de los biopolímeros considerados en este estudio, la goma Arábica fue la que presentó las mejores características en relación a la encapsulación de todos los compuestos bioactivos analizados. OSA sólo mostró un efecto encapsulante frente a VC y menor que el de GA. Además, la goma Arábica parece conferir al coproducto una menor resistencia a la trituración de la torta que se obtiene tras la liofilización, pero también una mayor resistencia a la atrición, lo que puede resultar beneficioso desde el punto de vista del manejo del producto en polvo. Por otra parte, el menor tamaño de partícula de esta muestra puede contribuir a facilitar la extracción de los compuestos bioactivos. Ninguno de los biopolímeros utilizados modifica las propiedades relacionadas con la flotabilidad del polvo en aire (ángulo de reposo y los índices de Hausner y Carr), por lo que no parecen prevenir fenómenos de apelmazamiento, aunque sí que mejoran la capacidad de empaquetamiento de las partículas del polvo, sin diferencias entre ellos, favoreciendo su almacenaje. De cara a la incorporación del coproducto en polvo como ingrediente en la formulación de otros alimentos, hay que tener en cuenta que la presencia de los biopolímeros es deseable si éste tiene que ser rehidratado para su uso final, ya que disminuyen el tiempo de mojado y aumentan la dispersabilidad y solubilidad. No obstante, disminuyen la capacidad de retención de aceite del coproducto en polvo, por lo que no serían adecuados para productos grasos. Por su parte, OSA aumenta la actividad y la estabilidad emulsionante, además de la capacidad espumante. En base a todo lo anterior, y pensando en la versatilidad del coproducto en polvo, la recomendación que puede hacerse es añadir goma Arábica al coproducto del zumo de naranja antes de su liofilización, lo que favorecerá la presencia de compuestos bioactivos y su capacidad de rehidratación.

6. BIBLIOGRAFÍA

Acosta, J.C. (2020). *Estudio de las propiedades de flujo de sólidos pulverulentos y granulados empleados en la elaboración de formas farmacéuticas sólidas de administración oral*. Trabajo final de grado. Tenerife. Universidad de La Laguna.

Akhavan, S., Mahdi, S., Assadpoor E., & Dehnad D. (2016). Microencapsulation optimization of natural anthocyanins with maltodextrin, gum Arabic and gelatin. *International Journal of Biological Macromolecules*, 85, 379-385.

Alavi, S., & Caussat, B. (2005). Experimental study on fluidization of micronic powders. *Powder technology*, 157(1-3), 114-120.

Barbosa-Canovas, G., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., & Yan, H. (2005). *Food powders. Physical properties, processing, and functionality*. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York.

Bhusari, S., Muzaffar, K., & Kumar, P. (2014). Effect of carrier agents on physical and microstructural properties of spray dried tamarind pulp powder. *Powder technology*, 266, 354-364.

Cabanes-Vicedo, T., Benlloch-Tinoco, M., & García-Martínez, E. (2014). *Incidencia de la adición de solutos de alto peso molecular en la calidad de fresa en polvo obtenida por atomización*. Valencia: Universitat Politècnica de València. <<https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/34985/Tesina%20Tania%20Cabanes%20Vicedo.pdf;sequence=1>> [Consulta: 3 de mayo 2022]

Camacho, MM., Silva-Espinoza, S., & Martínez-Navarrete, N. (2022). Flowability, Rehydration Behaviour and bioactive Compounds of an Orange Powder Product as Affected by Particle Size. *Food and Bioprocess Technology* (2022) 15:683–692. <https://doi.org/10.1007/s11947-022-02773-9>

Carmona, A. (2021). *Propuesta metodológica para la caracterización de la capacidad antioxidante de productos de la naranja*. Trabajo final de grado. Valencia: Universitat Politècnica de València. <<https://riunet.upv.es/handle/10251/173651/restricted-resource?bitstreamId=925579>> [Consulta: 21 de junio 2022]

Ceballos, M.A., Giraldo, G.I., & Orrego, C.E. (2012). Effect of freezing rate on quality parameters of freeze dried soursop fruit pulp. *Journal of Food Engineering*, 111, 360-365.

Cerezal, P., Urtuvia, V., Ramírez, V., & Arcos, R. (2011). Desarrollo de producto sobre la base de harinas de cereales y leguminosa para niños celíacos entre 6 y 24 meses; II: Propiedades de las mezclas. *Nutrición hospitalaria*, 26(1), 161-169.

Choi, Y., & Okos, MR. (1986). Efectos de la temperatura y la composición sobre las propiedades térmicas de los alimentos en *Le M. Maguer, & P. Jelen* (Eds.), *Ingeniería de alimentos y aplicaciones de procesos*, vol. 1: *Fenómenos de transporte*, 93–101. Elsevier, Nueva York.

Costache, A. (2021). *Propiedades tecnofuncionales del coproducto del zumo de naranja en polvo para uso como ingrediente en alimentación humana*. Trabajo final de grado. Valencia: Universitat Politècnica de València. <<https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/173527/Costache%20-%20Propiedades%20tecnofuncionales%20del%20coproducto%20del%20zumo%20de%20naranja%20en%20polvo%20para%20su%20uso%20c....pdf?sequence=3&isAllowed=y>> [Consulta: 12 de mayo 2022]

Cozic, C., Picton, L., Rose-Garda, M., Marlhoux, F., & Le Cerf, D. (2009). Analysis of arabic gum: Study of degradation and water desorption processes. *Food Hydrocolloids*, 23(7), 1930-1934.

Davies, R. (1984). Particle size measurement: experimental techniques in *Handbook of Powder Science and Technology*, Fayen, M.E. and Otten L. (eds.). Van Nostrand Reinhold, New York.

- de-Moraes, T., Jablonski, A., De-Oliveira, A., Rech, R., & Hickman, S. (2013) "Dietary fiber from orange by products as a potential fat replacer". *LWT Food Science and Technology* 53, 9-14.
- 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. *Journal of Functional Foods*, 6, 470-481.
- Espinoza-Zamora, A., Orozco-Benítez, G., Vázquez-López, Y., Romeo-Rubio, J., Escalera-Valente, F., & Martínez-González, S. (2019). Una revisión sobre la pulpa de naranja: cantidad, composición y usos. *Abanico Agroforestal*, 1, 1-14.
- Fernández-López, J; Sendra-Nadal, E; Navarro, C; Sayas, E; Viuda Martos, M; & Pérez-Alvarez, J.A. (2009). Storage stability of a high dietary fibre powder from orange by products. *International Journal of Food Science and Technology*, 44, 748–756.
- Fitzpatrick, J.J. (2013) Powder properties in food production systems in *Handbook of Food Powders*, 285-308, Bhandari, B; Bansal, Nidil; Schmierda, P. (eds.). Wookhead, Ireland.
- Galindo, R. (2019). *Estabilidad de la vitamina c y la hesperidina de los coproductos del zumo y puré de naranja liofilizados*. Trabajo final de grado. Valencia: Universitat Politècnica de València, <<https://riunet.upv.es/handle/10251/129066>> [Consulta: 10 de junio 2022].
- Galindo, R.G., Chiş, MS., Martínez-Navarrete, N. and Camacho, M.M. (2022), Dried orange juice waste as a source of bioactive compounds. *British Food Journal*, Vol. ahead-of-print No. ahead-of-print. <https://doi.org/10.1108/BFJ-06-2021-0616>
- García, E.E. (2011). *Optimización del secado por aspersión de mucílago de pitahaya (Hylocereus undatus) en función de sus propiedades reológicas*. Tesis de maestría. Oaxaca. Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional. Unidad Oaxaca.
- 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(3), 1014-1024.
- Grigelmo-Miguel, N., & Martín-Belloso, O. (1999). Characterization of dietary fiber from orange juice extraction. *Food Research International*, 31(5), 355-361.
- Guevara-Perez, A., Rojas-Ayerve, T., & Araujo-Vargas, J. (1998). Obtención de fresa (*fragaria chiloensis*) deshidratada por atomización y liofilización. *Revista Peruana de Química e Ingeniería Química*, 1(2) 217-230.
- Haugaard, I. S., Krag, J., Pisecky, J., & Westergaard, V. (1978). Analytical methods for dry milk powders. *Denmark: Niro Atomizer. Academic Press*, San Diego, CA, 1571-1591.
- Jaya, S., & Das, H. (2004). Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powder properties. *Journal of Food Engineering*, 63, 125-134.

Korus, J., Ziobro, R., Witczak, T., Kapusniak, K., & Juszcak, L. (2021). Effect of Octenyl Succinic Anhydride (OSA) Modified Starches on the Rheological Properties of Dough and Characteristic of the Gluten-Free Bread. *Molecules*, 26(8), 2197.

Meñaca, C.A., Farid, R., & Marino, J. (2010). *Evaluación de la calidad de las pectinas cítricas obtenidas a partir de las cáscaras de naranja, de las variedades Valencia y Común, en estado de maduración grado cinco*. Trabajo Final de Grado. Popayán: Universidad Nacional Abierta y a Distancia.

MAPA, 2021. Ministerio de agricultura, pesca y alimentación. *Naranja. Material vegetal*. <<https://www.mapa.gob.es/app/MaterialVegetal/fichaMaterialVegetal.aspx?idFicha=12>>. [Consulta: 10 de marzo 2022].

Noguerol, A. T., Igual, M.M., & Pagán-Moreno, M.J. (2021a). Nutritional, Physico-Chemical and Mechanical Characterization of Vegetable Fibers to Develop Fiber-Based Gel Foods. *Foods*, 10(5), 1017.

Noguerol, A. T., Igual, MM., & Pagán, M.J. (2021b). Developing psyllium fibre gel-based foods: Physicochemical, nutritional, optical and mechanical properties. *Food Hydrocolloids*, 122, 107-108.

León-Méndez, G; León-Méndez, D., Monroy-Arellano, M., De La Espriella-Angarita, S., & Herrera-Barros, A. (2020). Modificación química de almidones mediante reacciones de esterificación y su potencial uso en la industria cosmética. *Archivos Venezolanos de Farmacología y Terapéutica*, 39(5), 620-626.

Londoño-Londoño, J., Sierra, J., Pássaro, C. P., Restrepo, A.M., & Álvarez, R. (2012). "Aprovechamiento de los subproductos cítricos". *The biologist*, 19(1), 57-64.

Panche, A.N., Diwan, A.D., & Chandra, S.R. (2016). Flavonoids: an overview. *Journal of Nutritional Science*, 5(47), 1-15.

Puchades, M. (2020). *Propiedades físicas del coproducto del zumo de naranja liofilizado y su uso para alimentación humana*. Doctoral dissertation. Valencia: Universitat Politècnica de València). <<https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/156042/Puchades%20-%20PROPIEDADES%20F%C3%8DSICAS%20DEL%20COPRODUCTO%20DEL%20ZUMO%20DE%20NARANJA%20LIOFILIZADO%20Y%20SU%20USO%20PARA%20ALIME....pdf?sequence=2>> [Consulta: 23 de junio 2022]

Pisecky, J. (1985). Standards, specifications and test methods for dry milk products: Concentration and drying of foods in Mac Carthy D. (Ed.), *Concentration and drying of food*, Elsevier, 203-220.

RFE (2015). Real Farmacopea Española, Ministerio de Sanidad, Servicios Sociales e Igualdad Website <http://tienda.boe.es/Farmacopea_index.html> [Consulta: 15 de junio 2013].

Serna-Cock, L., Torres-León, C., & Ayala-Aponte, A. (2014). Evaluación de polvos alimentarios obtenidos de cáscaras de Mango (*Mangifera indica*) como fuente de Ingredientes funcionales. *Información Tecnológica*, 26(2), 41-50.

Silva-Espinoza, M.A.; Camacho, MM.; Martínez-Navarrete, N. (2020). Use of different biopolymers as carriers for purposes of obtaining a freeze-dried orange snack, *LWT*, 127, 109415. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109415>.

Silva-Espinoza, M.A., Ayed, C., Camacho, MM., Foster, T., & Martínez-Navarrete, N. (2021) Impact of Maltodextrin, Gum Arabic, Different Fibres and Starches on the Properties of Freeze-Dried Orange Puree Powder. *Food Biophysics*, 16, 270–279. <https://doi.org/10.1007/s11483-021-09667-x>

USDA (2019). *Orange peel, raw*. <<https://ndb.nal.usda.gov/fdc-app.html#/food-details/169103/nutrients> > [Consulta: 23 de junio 2022].

Ustero, I. (2021). *Diferencia composicional de los coproductos del zumo y el puré de naranja*. Trabajo Final de Grado. Valencia: Universitat Politècnica de València, <<https://riunet.upv.es/handle/10251/171405>> [Consulta: 20 de junio 2022]

Valdés, F. (2006). "Vitamina C" en *Actas Dermo-Sifiliog*, 97(9), 557-568.

Yasumatsu, K., Sawada, K., Moritaka, S., Misaki, M., Toda, J., Wada, T., & Ishii, K. (1972). Whipping and emulsifying properties of soybean products. *Agricultural and Biological Chemistry*, 36(5), 719-727.

Zhou, Y.C., Xu, B.H., Yu, A.B., & Zulli, P. (2001). An experimental and numerical study of the angle of repose of coarse spheres. *Elsevier*, 125, 45-54.