

EFFECTO DE LA GOMA ARÁBIGA Y DE LA CARBOXIMETILCELULOSA EN LAS PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DEL LICUADO DE POMELO ATOMIZADO

F. González, M. Igual, N. Martínez-Navarrete

Grupo de Investigación e Innovación Alimentaria (CUINA). Departamento de Tecnología de Alimentos. Universitat Politècnica de València. Camino de Vera s/n, 46022, Valencia.

RESUMEN

Con la intención de promover el consumo de fruta, se ha trabajado en algunas de las propiedades que presentaría el pomelo en polvo. Para ello se ha elegido la técnica de la atomización y la necesaria incorporación de solutos como vehículo del proceso. En este caso se han utilizado solutos de alto peso molecular como la goma arábica (GA) y la carboximetilcelulosa (CMC). Con el objetivo de optimizar la concentración de ambos solutos y la temperatura de entrada del producto en el atomizador, se realizó un diseño experimental centrado compuesto, rotatorio y ortogonal seguido de un proceso de optimización. Para el diseño se consideraron como variables independientes la temperatura de entrada (100-200° C), el contenido en GA (4-12 %) y el contenido en CMC (0-2 %), establecidas de acuerdo a estudios previos. Las variables respuesta estudiadas fueron la humedad, higroscopicidad, solubilidad, densidad aparente, porosidad, luminosidad, tono, croma, diferencia de color, temperatura de salida del producto, rendimiento en producto, rendimiento en materia seca, pérdidas y rendimiento del secado. Según el diseño, se llevaron a cabo 23 experiencias. Las condiciones óptimas obtenidas para la atomización del licuado de pomelo fueron concentración de GA de 6,2% y de CMC 0,1% y temperatura de entrada del producto en el atomizador de 100°C.

Palabras clave: fruta en polvo, atomización, goma arábica, carboximetilcelulosa, humedad, higroscopicidad, porosidad, diferencia de color, rendimiento.

RESUM

Amb la intenció de promoure el consum de fruita, s'ha treballat en algunes de les propietats que presentaria el pomelo en pols. Per a això s'ha triat la tècnica de l'atomització i la necessària incorporació de soluts com a vehicle del procés. En este cas s'han utilitzat soluts d'alt pes molecular com a goma aràbiga (GA) i carboximetilcelulosa (CMC). Amb l'objectiu d'optimitzar la concentració d'ambdós soluts i la temperatura d'entrada del producte en l'atomitzador, es va realitzar un disseny experimental centrat compost, rotatori i ortogonal seguit d'un procés d'optimització. Per al disseny es van considerar com a variables independents la temperatura d'entrada (100-200° C), el contingut en GA (4-12 %) i el contingut en CMC (0-2 %), establides d'acord amb estudis previs. Les variables resposta estudiades van

ser la humitat, higroscopicitat, solubilitat, densitat aparent, porositat, lluminositat, to, cromat, diferència de color, temperatura d'eixida del producte, rendiment del producte, rendiment en matèria seca, pèrdues i rendiment de l'assecat. Segons el disseny, es van dur a terme 23 experiències. Les condicions òptimes obtingudes per a l'atomització del líquid de pomelo van ser concentració de GA de 6,2% i de CMC 0,1% i temperatura d'entrada del producte en l'atomitzador de 100°C.

Paraules clau: fruita en pols, atomització, goma aràbiga, carboximetilcel·lulosa, humitat, higroscopicitat, porositat, diferència de color, rendiment.

ABSTRACT

Trying to promote fruit consumption, we have worked on some of the properties shown by grapefruit powder. To this end, spray-drying and the necessary solutes incorporation as a vehicle for the process have been selected. In this case, high molecular weight solutes such as gum arabic (GA) and carboxymethylcellulose (CMC) have been used. With the aim of optimizing the concentration of both solutes and the inlet temperature of the product in the equipment, an experimental design centered-compound, rotary and orthogonal, followed by a process of optimization, was performed. The considered independent variables for the design were the inlet temperature (100-200 ° C), the GA content (4-12 %) and CMC content (0-2 %), established according to a previous research. The studied response variables were the moisture, hygroscopicity, solubility, bulk density, porosity, lightness, hue, chroma, color difference, product outlet temperature, product yield, dry matter yield, loss and drying performance. According to the design, 23 experiences were conducted. The optimum conditions obtained for grapefruit spray-drying were GA and CMC concentration of 6.2% and 0.1%, respectively, and an inlet temperature of the product of 100 °C.

Key words: fruit powder, spray-drying, gum arabic, carboxymethylcellulose, moisture, hygroscopicity, porosity, color difference, yield.

INTRODUCCIÓN

Los beneficios del consumo de frutas y verduras para la salud se relaciona, en los últimos años, con su papel en la prevención y hasta en el tratamiento de diferentes enfermedades, adoptando incluso el nombre de alimentos funcionales (Hoyle y Vulevic, 2008). Estos efectos protectores se atribuyen a los compuestos bioactivos propios de estos alimentos, en especial a su riqueza en antioxidantes que inciden en la reducción de patologías degenerativas (Luximon-Ramma et al., 2003). No obstante, el principal inconveniente para el consumo en fresco de frutas y verduras es su corta vida útil. Por lo tanto, un reto para la industria agroalimentaria es la búsqueda y desarrollo de procesos y/o productos que proporcionen la mejor alternativa, considerando, además de la seguridad, los beneficios

correspondientes y la satisfacción del consumidor (Olavarría y Zacarías, 2011).

Las últimas tendencias del mercado muestran que los frutos cítricos son unos de los más consumidos a nivel mundial, destacando entre ellos las naranjas, mandarinas, pomelo, limones y limas. Los pomelos poseen un nivel de utilización de producto elaborado comparable a las naranjas, que es el cítrico más utilizado a nivel mundial (FAO, 2004). En 2011 hubo un aumento del 11,18 % en la producción mundial de pomelo con respecto al año anterior (FAOSTAT, 2013) y se espera un incremento para los años próximos en los países en vías de desarrollo ya que el principal productor, que es Estados Unidos, disminuyó su producción en la campaña 2010/2011 (NASS, 2013). Estos datos indican que es un cítrico a tomar en cuenta dada su importancia a nivel mundial.

Los orígenes del pomelo (*Citrus paradisi*) se remontan a una hibridación natural que se dio en las islas Barbados, cerca del año 1750, entre un naranjo dulce y un pummelo (*Citrus grandis*) según Williamson J.G (1997). Las variedades pueden clasificarse en dos grandes grupos. En el primero se encuentran las blancas o comunes, siendo la variedad Marsh la más importante. El segundo grupo engloba a las pigmentadas, de mayor popularidad entre los consumidores, entre las que se encuentran la Burgundy, la Ruby y la Star Ruby. La variedad Star Ruby fue obtenida mediante la irradiación de una semilla de la variedad Hudson en Texas en 1959 (Morton, 1987). La pulpa es de coloración más intensa, presenta escasas semillas y el contenido de zumo es muy alto, con un sabor más dulce y menos amargo que el de Marsh y otras variedades pigmentadas. Es el pomelo estándar o modelo con el que se suelen comparar otras variedades (InfoAgro, 2013).

Un estudio de consumo de zumos de frutas y pomelo fresco realizado en España indica que el 52,9 % de la población consume zumos todos o casi todos los días en el hogar. Entre ellos, el 54,7 % considera que el pomelo es una fruta exótica, un 54,2 % lo asocia con dietas de adelgazamiento y un 67,7 % lo consume generalmente como zumo en el desayuno o merienda (AILIMPO, 2010). Un 20 % de la producción total de pomelo en España se destina a la industria de transformación, generalmente extracción de aceites esenciales y concentración de zumos, siendo la variedad Star Ruby la más aceptada y consumida en Europa en general (AILIMPO, 2010). Muchos estudios hacen referencia a que la variedad Star Ruby sobresale por tener una mayor cantidad de compuestos bioactivos y capacidad antioxidante que otras variedades (Gorinstein et al., 2005).

La presentación de nuevos formatos de consumo de esta fruta por parte de la industria agroalimentaria podría incidir en prolongar la vida útil y en establecer nuevas alternativas que puedan aumentar su consumo y, por lo tanto, acercar sus propiedades beneficiosas a los consumidores. Uno de los procesos más utilizados en la industria agroalimentaria es la deshidratación. Con esta técnica se confiere al producto mayor estabilidad, menor volumen y se facilita el transporte (Kaya et al., 2008). Dentro de estos procesos, la atomización es uno de los métodos de obtención de productos en polvo que mejor mantiene muchas de las propiedades de los productos (Nandiyanto et

al., 2010). Partiendo de una solución, emulsión, suspensión o pasta, es enorme la diversidad de productos que se pueden secar por medio de este sistema en las industrias Química y Alimenticia. Leche en polvo, jugos, sopas instantáneas, detergentes, etc., son algunos de los ejemplos (Miller y Gil, 2012). No obstante, uno de los principales inconvenientes son las pérdidas de componentes volátiles durante el proceso de secado, así como los procesos de aglomeración del polvo durante y después del proceso, debido a la higroscopicidad de muchos productos, especialmente las frutas. En este sentido, es necesario optimizar las condiciones de trabajo y considerar la incorporación de hidrocoloides que ayuden a disminuir estas desventajas (King y Greenwald, 1981). Algunos hidrocoloides utilizados para este fin son la carboximetilcelulosa (CMC) y la goma arábica (GA). La CMC se utiliza como espesante y estabilizante, pero también como fibra dietética (Schuh et al., 2013). Genera rendimientos de producción muy altos, lo que disminuye los costes de los productos (DEIA, 2013). Sin embargo, no de menor importancia es la goma arábica, coloide protector de origen natural más utilizado en la industria alimentaria por sus características y propiedades (Cozic et al., 2009), en especial para la obtención de productos en polvo (Ward, 2000).

El objetivo de este trabajo ha sido identificar las condiciones óptimas de atomización de un licuado de pomelo adicionado con goma arábica y carboximetilcelulosa, para obtener un alto rendimiento y un producto atomizado suelto, con alto contenido en compuestos bioactivos y actividad antioxidante, así como con baja higroscopicidad y humedad, al mismo tiempo con unas características apropiadas de color.

MATERIALES Y MÉTODOS

Para conocer el efecto de la GA y CMC e identificar las condiciones óptimas para la atomización de un licuado de pomelo se aplicó la metodología de superficie de respuesta, que supone seleccionar y ejecutar un diseño experimental, aplicar el tratamiento matemático y estadístico adecuado a los resultados, a fin de obtener las correspondiente funciones polinómicas, y utilizar un proceso de optimización de respuesta múltiple.

Materias primas

La fruta empleada fue pomelo (*Citrus paradisi*, var. Star Ruby), obtenida de un supermercado local de la ciudad de Valencia. Las frutas fueron seleccionadas en base a su color, tamaño y ausencia de daños. Los solutos utilizados para la obtención del pomelo en polvo, fueron CMC y GA suministradas por la empresa Alfa Aesar (Alemania).

Preparación de muestras

El pomelo fue lavado, pelado y licuado. El pomelo licuado fue mezclado con la GA y CMC, preparados previamente en una disolución de agua de

acuerdo a las proporciones indicadas en el diseño experimental obtenido según la metodología de superficie respuesta (TABLA 1) La incorporación de solutos se realizó en un agitador magnético (OVAN, BasicMagMix, España) a 700 rpm hasta obtener una disolución homogénea. Una vez preparada la disolución, 500 g de cada una de ellas se mezcló con 500 g de licuado de pomelo. El licuado de pomelo y las mezclas fueron caracterizados a nivel de contenido en agua y °Brix. El contenido en agua se determinó por el método gravimétrico de secado en estufa a vacío (VACIOTEM, J.P.Selecta, España) a 60°C hasta alcanzar peso constante; los °Brix fueron obtenidos utilizando un refractómetro (METTLER TOLEDO, Refracto 30PX, España) a 20°C. Inmediatamente las muestras fueron congeladas a -40°C para su posterior atomización.

Proceso de atomización

Veinticuatro horas antes de la atomización, las muestras se sacaron del congelador y se mantuvieron en nevera. La atomización de las muestras se realizó en un atomizador Büchi-mini (B-290). En todos los casos se trabajó a una velocidad de aspiración, flujo del alimento y flujo del aire de atomización de 35 m³/h, 9 mL/min y 473 L/h, respectivamente. La temperatura de entrada del aire se varió según el diseño experimental descrito más adelante (TABLA 1). Durante la atomización se registró la temperatura de salida del producto (°C). Los polvos obtenidos de los diferentes tratamientos fueron recogidos en viales cuando su temperatura fue menor de 50°C, manteniéndolos en un desecador con silicagel a temperatura ambiente (25°C) hasta realizar los análisis.

Diseño experimental

Las variables independientes fueron la temperatura de entrada del aire al atomizador (X_1 , 100-200° C), el contenido en GA (X_2 , 4-12 g/100 g de licuado de fruta) y el contenido en CMC (X_3 , 0-2 g/100 g de licuado de fruta), establecidas de acuerdo a estudios previos. Para estudiar el efecto de estas variables con el menor número de tratamientos posibles, se realizó un diseño experimental centrado compuesto, rotatorio y ortogonal. El diseño propuso llevar a cabo las 23 experiencias que se muestran en la TABLA 1. Estas experiencias se realizaron en orden aleatorio. Las variables respuesta que se tomaron en consideración fueron la humedad del producto referida a los sólidos totales del pomelo (Y_1), la higroscopicidad (Y_2), la densidad aparente (Y_3), la porosidad (Y_4), la solubilidad (Y_5), la luminosidad (Y_6), el tono (Y_7), el croma (Y_8), la diferencia de color referido a la muestra con menor contenido en solutos (Y_9), la temperatura de salida del polvo (Y_{10}), el rendimiento en producto (Y_{11}), el rendimiento en materia seca (Y_{12}), las pérdidas de producto (Y_{13}) y el rendimiento del secado (Y_{14}).

Análisis de las variables respuestas

Para obtener Y_1 se utilizó el método gravimétrico en estufa a vacío (VACIOTEM, J.P. Selecta, España) a 60°C hasta alcanzar peso constante, realizando un triplicado de cada muestra.

Para el análisis de Y_2 se dispuso 1 g de muestra en placas petri, por triplicado, que se ubicaron en un desecador que contenía una disolución saturada de Na_2SO_4 (81 % de humedad relativa) durante 7 días. La diferencia de peso en ese tiempo delimitaba la cantidad de agua ganada por la muestra, considerada como la higroscopicidad.

La determinación de Y_3 (densidad aparente, ρ_a) se basó en la medida del volumen ocupado por una cantidad de muestra conocida después de haber sido sometida a una etapa de vibración a 1600 rpm durante 10 s (Infrared Vortex Mixer, F202A0175, España), según:

$$\rho_a = m/v_f \quad (1)$$

Donde ρ_a es la densidad aparente, m es la masa (g) de polvo y v_f el volumen final (cc).

Por su parte, para la obtención de Y_4 (porosidad, ε) se utilizó la ecuación 2. En esta ecuación, la densidad real (ρ) se calculó a partir de la composición en agua y carbohidratos de las muestras, aplicando la ecuación 3.

$$\varepsilon = \frac{\rho - \rho_a}{\rho} \quad (2)$$

Donde ε es la porosidad, ρ densidad real, ρ_a densidad aparente.

$$\rho = \frac{1}{\frac{x_w^p \cdot b.h}{\rho_w} + \frac{(1-x_w^p) \cdot b.h}{\rho_{HC}}} \quad (3)$$

Siendo, para el agua y los hidratos de carbono, los valores de ρ_w 0,9976 g/cc y ρ_{HC} 1,4246 g/cc y $x_w^p \cdot b.h$ la humedad del producto en polvo expresada como g agua/g polvo.

La variable Y_5 se determinó partiendo de la metodología de Mimouni et al., (2009), con algunas variaciones. Al pomelo en polvo se le adicionó agua destilada hasta lograr el mismo contenido en sólidos solubles que la disolución inicial de pomelo licuado adicionado con solutos. Se prepararon 45 mL de producto rehidratado en un vaso de 50 mL, mantenido a 20 °C (Refrigerated Circulator 9101, PolyScience) durante 50 min aproximadamente y en constante agitación (600 rpm) en una placa agitadora (RET Basic, IKA, Spain). Una cantidad conocida del producto rehidratado, por triplicado, se colocó en una placa petri en una estufa de secado a 60°C (Dry-line, DL-115, España) durante 24h para su posterior pesaje. La diferencia de pesos en relación a la masa de producto rehidratado de partida

dio como resultado los sólidos totales (ST). Por otra parte, se centrifugó (Eppendorf 5804R, Alemania) una parte del producto rehidratado a 10000 rpm y 4°C durante 10 min. El sobrenadante obtenido se filtró (Whatman nº 1) a vacío (Knf, Neuberger Laboport, España). Una cantidad conocida del filtrado, por triplicado, se colocó en una placa petri en una estufa de secado a 60°C (Dry-line, DL-115, España) durante 24h para su posterior pesaje. La diferencia de pesos en relación a la masa de filtrado de partida da como resultado los sólidos solubles (SS). La solubilidad (SD), o fracción másica de sólidos solubles respecto a los totales, se calculó con la ecuación 4.

$$SD = SS/ST \quad (4)$$

El color de las muestras se midió, por triplicado, utilizando un espectrocolorímetro (MINOLTA, CM3600-D, España) tomando como referencia el iluminante D65 y el observador 10°. Con él se obtuvieron las coordenadas CIE L*a*b*, a partir de las que se calculó el ángulo de tono (ec. 5) y el croma (ec. 6), Además, haciendo uso de la ecuación 7, se calculó la diferencia de color (ΔE) de cada muestra con respecto a la que contenía menos cantidad de solutos (Y_9).

$$h_{ab}^* = \arctg \frac{b^*}{a^*} \quad (5)$$

$$C_{ab}^* = \sqrt{a^{*2} + b^{*2}} \quad (6)$$

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2 + (\Delta L^*)^2} \quad (7)$$

A lo largo de cada experiencia de atomización, periódicamente se registraba la temperatura de salida del polvo proporcionada por el equipo. Como Y_{10} se consideró el promedio de las temperaturas registradas.

Las variables Y_{11} , Y_{12} , Y_{13} e Y_{14} fueron determinadas aplicando las ecuaciones 8 a 11.

$$Y_{11} = \frac{m^p}{m} \quad (8)$$

$$Y_{12} = \frac{m^p * (1 - x_w^p * b.h)}{m * (1 - x_w * b.h)} \quad (9)$$

$$Y_{13} = \frac{m(1 - x_w * b.h) - m^p * (1 - x_w^p * b.h) + (m(1 - x_w * b.h) - m^p * (1 - x_w^p * b.h)) * x_w^p * b.s}{m} \quad (10)$$

$$Y_{14} = 1 - Y_{11} - Y_{13} \quad (11)$$

Donde:

m^p : Masa (g) de polvo obtenido.

m : Masa (g) de producto que entra al atomizador.

$x_w^p b. h$: Humedad del producto en polvo (g agua/g polvo obtenido)

$x_w^p b. s$: Humedad del producto en polvo (g agua/g sólido seco del producto en polvo).

$x_w b. h$: Humedad del producto que entra al atomizador (g agua/ g producto que entra al atomizador)

Análisis matemático y estadístico

Para seleccionar el modelo de regresión que ajuste de forma adecuada los resultados experimentales con las variables independientes se realizó un análisis de varianza y un análisis de superficie de regresión. El modelo polinómico generalizado propuesto para la predicción de las variables respuesta en función de las variables independientes fue el dado por la ecuación 12:

$$Y_i = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{33} x_3^2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 \quad (12)$$

Donde Y_i es el valor de la variable respuesta i predicho por el modelo, β_0 es una constante; β_1 , β_2 y β_3 son los valores de los coeficientes correspondientes a los efectos lineales de cada variable independiente; β_{11} , β_{22} y β_{33} son los coeficientes correspondientes a los efectos cuadráticos de cada variable independiente; β_{12} , β_{13} y β_{23} son los coeficientes correspondientes a la interacción de efectos. En estos coeficientes β , los subíndices 1, 2 y 3 hacen referencia a las variables X_1 (temperatura, °C), X_2 (% GA) y X_3 (% CMC), respectivamente. Para ser incluidos en el modelo final reducido de cada variable respuesta, sólo se consideraron aquellos términos que resultaron estadísticamente significativos ($p < 0,5$) (Bezerra et al., 2008). La bondad del ajuste del modelo final reducido obtenido se evaluó a partir del coeficiente de determinación ajustado (R^2_{adj}) y el error estándar entre los valores predichos y experimentales.

Optimización de respuesta múltiple

Los modelos reducidos obtenidos se utilizaron para la optimización del proceso de atomización. Para ello se realizó una optimización de respuesta múltiple, utilizando un optimizador que permite establecer la combinación de los valores de las variables de entrada que conjuntamente optimizan las variables respuesta, maximizando unas y minimizando otras.

Todo el análisis estadístico se realizó utilizando Statgraphics Centurion XVI.

TABLA 1. Matriz del diseño experimental centrado compuesto. Variables independientes (X_i) y resultados experimentales obtenidos para las variables de respuesta (Y_i).

Exp.	X_1	X_2	X_3	Y_1	Y_2	Y_3	Y_4	Y_5	Y_6	Y_7	Y_8	Y_9	Y_{10}	Y_{11}	Y_{12}	Y_{13}	Y_{14}
1	150	8	1	0,142	53,4	0,402	71,635	0,995	90,5	82,6	9,7	16,5	97	3,3	32,5	6,8	89,9
2	150	8	1	0,134	56,0	0,397	71,974	0,94	90,0	78,8	9,7	15,9	95	3,4	34,9	6,4	90,1
3	150	8	1	0,165	60,9	0,358	74,700	1,002	91	88,3	9,5	17,2	97	3,4	34,5	6,6	90,0
4	150	8	1	0,305	53,0	0,386	72,550	0,999	91,5	83,5	10,29	16,8	96	3,6	35,6	6,5	89,9
5	150	8	1	0,149	57,7	0,371	73,781	1,02	91,4	83,8	10,11	16,9	87	4,1	42,1	5,6	90,3
6	150	8	1	0,3702	50,5	0,364	74,055	1,0	91,4	83,9	11,2	16,2	90	3,7	37,5	6,1	90,2
7	150	8	1	0,502	51	0,35	74,63	0,998	90,9	83,8	11,8	15,6	90	3,1	31,0	7,0	89,9
8	150	8	1	0,380	52	0,356	74,605	1,001	91,5	85,9	10,5	16,9	87	3,6	36,2	6,3	90,2
9	150	8	1	0,337	50	0,388	72,365	1,004	89,9	77,8	10,9	14,9	88	3,2	33,1	6,5	90,2
10	180	4	0	0,724	56,6	0,76	45,30	0,99	66	63,9	30,4	16,3	97	2,7	35,9	4,8	92,5
11	120	4	0	0,999	54	0,489	64,608	0,997	82,3	68,5	20,9	2,8	67	3,1	41,3	4,5	92,4
12	120	12	0	0,358	46,4	0,418	70,163	1,02	90,3	77,4	10,3	15,5	68	6,2	55,1	5,1	88,7
13	120	4	2	0,783	32,0	0,325	76,547	1,001	85	66,6	14,4	8,5	75	1,5	17,6	7,2	91,3
14	100	8	1	0,877	22,7	0,437	68,235	0,998	86,2	80,0	10,7	13,2	55	2,7	26,2	7,5	89,8
15	150	14,73	1	0,367	41,1	0,438	68,639	1,002	91,2	86,3	8,58	17,9	83	5,2	37,7	8,6	86,1
16	120	12	2	0,5376	19,7	0,41	70,62	0,999	90,1	78,4	9,5	16,1	70	2,9	22,3	10,0	87,2
17	150	1,27	1	0,889	34,1	0,50	64,36	1,006	80,3	63,5	21,7	0,0	80	1,7	25,3	4,9	93,4
18	200	8	1	0,1847	53,5	0,34	76,15	1,00	88,0	76,9	13,8	11,8	104	2,7	28,4	6,8	90,5
19	150	8	2,68	0,478	24,9	0,34	75,24	0,988	88,6	72,2	12,3	12,7	82	2,0	16,9	9,6	88,4
20	180	12	2	0,180	22,6	0,441	68,753	1,08	90,0	78,5	11,80	14,5	99	3,1	25,4	9,1	87,7
21	180	4	2	0,3172	55,8	0,308	78,166	0,999	87,2	77,8	17,8	9,3	101	1,8	21,6	6,6	91,5
22	180	12	0	0,53	50	0,420	69,819	1,001	88,7	74,84	11,4	13,6	93	7,2	62,4	4,3	88,5
23	150	8	0	0,644	47	0,333	76,036	1,001	90,2	79,1	11,6	14,8	75	6,0	64,0	3,4	90,5

Exp.: experiencia, X_1 : Temperatura de entrada ($^{\circ}\text{C}$), X_2 : Goma arábica (g/100g licuado), X_3 : Carboximetilcelulosa (g/100g licuado), Y_1 : humedad del producto en sólidos totales del pomelo (g agua del polvo/100g de sólidos del pomelo), Y_2 : Higroscopicidad (g agua ganados/100 g polvo), Y_3 : densidad aparente (g/cc), Y_4 : Porosidad (volumen aire/volumen total), Y_5 : Solubilidad (fracción másica de sólidos solubles respecto a los totales), Y_6 : Luminosidad (L^*), Y_7 : Tono (h_{ab}^*), Y_8 : Cromo (C_{ab}^*), Y_9 : Diferencia de color con respecto a la muestra con menor contenido en solutos (ΔE), Y_{10} : Temperatura de salida ($^{\circ}\text{C}$), Y_{11} : Rendimiento en producto (g polvo/100 g de producto que entra en el atomizador), Y_{12} : Rendimiento de materia seca (g totales de sólidos secos/ 100 g sólidos secos del producto que entra en el atomizador), Y_{13} : Rendimiento de pérdidas (g muestra perdida/ 100 g de producto que entra en el atomizador), Y_{14} : Rendimiento del secado (g de agua perdidos/100 g de producto que entra en el atomizador).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados experimentales obtenidos de las variables respuesta pueden observarse en la TABLA 1. A excepción de la solubilidad, en todos los casos se dio una correlación significativa de las variables. Las modelos de correlación de las variables respuesta obtenidas con las variables independientes consideradas se muestran en la TABLA 2, con coeficientes de determinación, todos ellos en un intervalo entre 0,52 y 0,98, lo que indica que más de 50% de la variación de respuesta se puede explicar en función de las tres variables independientes consideradas.

El incorporar solutos contribuye, entre otras cosas, a la estabilidad durante el almacenamiento de la fruta en polvo. Una de las maneras en que los solutos actúan es compitiendo por las moléculas de agua, formando una barrera protectora frente a la humedad en la superficie de las partículas (Adhikari et al., 2004). Sin embargo, en el modelo obtenido para Y_1 se observa una variabilidad que propone que el aumento en la concentración de ambos solutos supone inicialmente una disminución, seguida de un aumento de la humedad cuando las concentraciones son más altas. Este comportamiento podría ser consecuencia de la necesidad de eliminar también el agua presente en los solutos, más difícil a mayor cantidad de agua presente y, por tanto, a mayor concentración de solutos. Por otra parte, al aumentar la temperatura de entrada del producto al atomizador, disminuye la humedad del polvo obtenido. La FIGURA 1 muestra, como ejemplo, el comportamiento de la humedad del polvo al variar la concentración de solutos a la temperatura máxima.

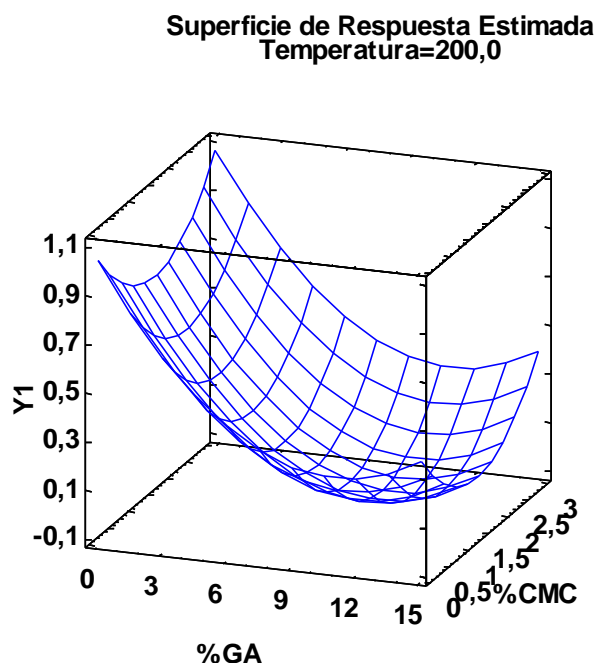


FIGURA 1. Comportamiento de la humedad (Y_1) frente la variación de la cantidad de solutos (goma arábica, GA y carboximetilcelulosa, CMC) añadidos a 100 g de licuado de fruta, a la máxima temperatura de entrada del producto al atomizador.

La adición combinada de GA y CMC podrían tener un impacto más positivo en algunas de las variables de estudio, como por ejemplo en la higroscopicidad (Torres et al., 2012). Los productos en polvo que incorporan solutos son generalmente secos y con una alta porosidad, característica que influye en la capacidad higroscópica de los mismos (Telis y Martínez-Navarrete, 2010). En este caso Y_2 se ve influenciada por las tres variables independientes (FIGURA 2), de manera que en un principio aumenta al aumentar la temperatura y la concentración de GA, probablemente debido a la propia naturaleza higroscópica de este soluto (Fernández et al., 2013). Sin embargo, a temperaturas y concentraciones de GA más altas, se consigue disminuir la higroscopicidad del polvo. Un aumento en la concentración de CMC supone una disminución de Y_2 .

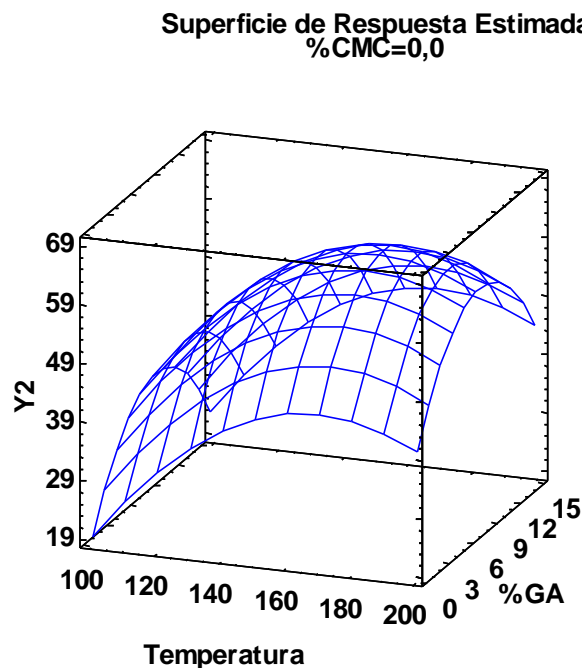


FIGURA 2. Variación de la higroscopicidad (Y_2) frente a la temperatura de entrada del producto al atomizador (X_1) y la cantidad de goma arábica adicionada a 100 g de licuado de fruta (X_2), sin carboximetilcelulosa añadida.

Al analizar el efecto de las variables independientes en Y_3 e Y_4 , se vio que la temperatura de entrada del producto no tiene efecto sobre estas propiedades. Con los solutos se observó una interacción significativa (FIGURA 3 y 4), de manera que a bajas concentraciones de GA, el aumento de CMC supone disminución de la densidad aparente y aumento de la porosidad, y lo contrario ocurre a altas concentraciones de GA. El hecho de que el polvo se presente como partículas más finas y más sueltas contribuye a su menor densidad aparente y mayor porosidad, que es lo deseable en este tipo de productos. En este caso, esto se obtiene cuando la concentración de GA es más alta y la de CMC más baja. Este comportamiento también se describe en sus respectivos modelos (TABLA 2).

Superficie de Respuesta Estimada

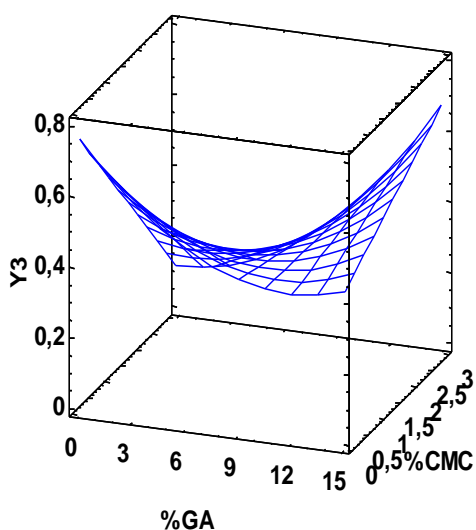


FIGURA 3. Comportamiento de la densidad aparente (Y_3) frente la variación de la cantidad de solutos (goma arábica, GA y carboximetilcelulosa, CMC) añadidos a 100 g de licuado de fruta.

Superficie de Respuesta Estimada

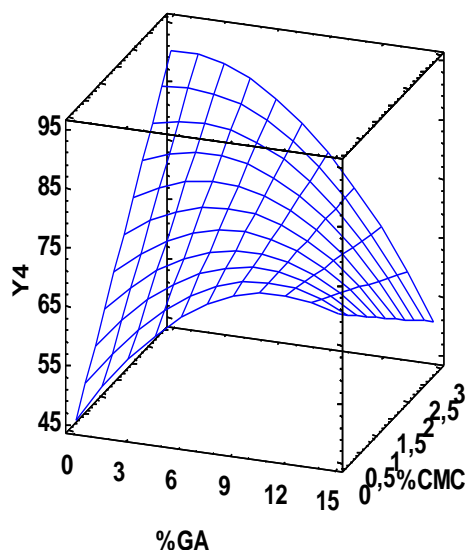


FIGURA 4. Comportamiento de la porosidad (Y_4) frente la variación de la cantidad de solutos (goma arábica, GA y carboximetilcelulosa, CMC) añadidos a 100 g de licuado de fruta.

En cuanto al efecto de las variables independientes sobre las coordenadas de color Y_6 , Y_7 , Y_8 e Y_9 , todos los modelos ajustados indican una correlación alta, con un $R^2_{adj} > 70\%$. Con respecto a la luminosidad, se observa que el aumento de la temperatura contribuye al oscurecimiento del producto, por lo que disminuye el valor de esta coordenada. La presencia de CMC protege al producto de este efecto. Por su parte, la GA aumenta la luminosidad y el ángulo de tono del polvo obtenido, por el propio color del soluto. Ambos solutos provocan una interacción en cuanto a su efecto en el cromatismo, la GA lo disminuye y la CMC lo aumenta. Con todo esto, cuando se calcula la diferencia de color de cada muestra con respecto a la de menor contenido en solutos (ΔE), la adición de CMC no fue significativa. Se observó que a bajas concentraciones de GA, al aumentar la temperatura aumenta el cambio de color, mientras que la presencia de una elevada concentración de GA protege del cambio de color por efecto del aumento de la temperatura (FIGURA 5.).

Superficie de Respuesta Estimada

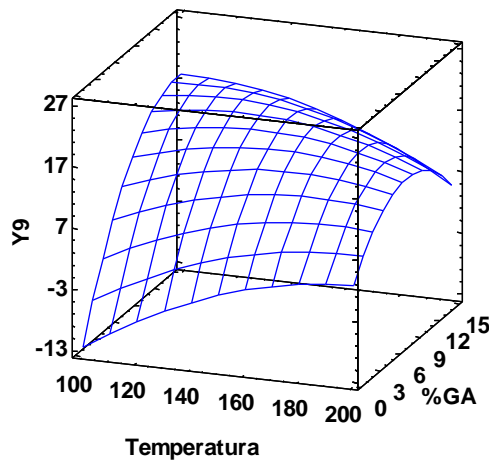


FIGURA 5. Variación de la diferencia de color del polvo obtenido (Y_9) en función de la temperatura de entrada del producto en el atomizador (X_1) y la cantidad de goma arábica añadida a 100 g de licuado de fruta (X_2).

La temperatura de salida del producto (Y_{10}) varió en un intervalo entre 55 y 104 °C, estando afectada tanto por la temperatura de entrada, como por la adición de CMC, pero no por la presencia de GA. A menor temperatura de entrada y menor concentración de CMC, menor temperatura de salida. La variable que más contribuye al aumento de Y_{10} es X_1 (FIGURA 6).

Superficie de Respuesta Estimada

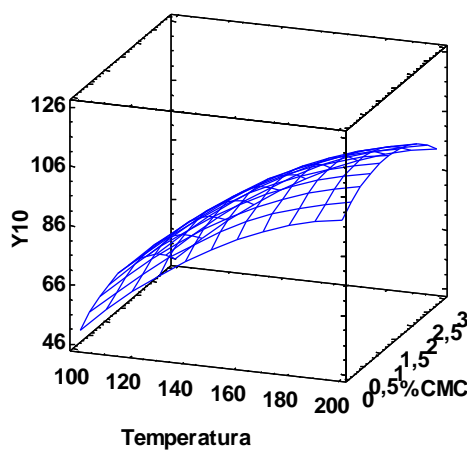


FIGURA 6. Variación de la temperatura de salida del producto (Y_{10}) en función de la temperatura de entrada del producto en el atomizador (X_1) y la cantidad de carboximetilcelulosa (CMC) añadida a 100 g de licuado de fruta (X_3).

Al hablar de atomización, el rendimiento del proceso se puede abordar desde diferentes puntos de vista. Por una parte está el rendimiento en producto en polvo obtenido, que será directamente proporcional a los sólidos secos obtenidos e inversamente proporcionales al producto en polvo perdido en el proceso. En este caso, estos valores oscilaron entre 1,5 a 7,2 %, 16,9 a 64% y 3,4 a 10%, respectivamente. Por otra parte está el rendimiento del secado, expresado como masa de agua perdida respecto al producto de partida, que osciló entre 86,1 y 93,4%. Los resultados de todos estos parámetros se muestran en la TABLA 1 y los correspondientes modelos en la TABLA 2. Centrándonos en el rendimiento en producto en polvo obtenido y en el del secado, lo que se observa es que se obtiene mayor cantidad de producto en polvo a una temperatura de entrada del producto intermedia, concentración baja de CMC y alta de GA. Las FIGURAS 7 y 8 muestran, como ejemplo, este comportamiento a temperatura de entrada intermedia. Autores como Divya et al., (2013), también encontraron en sus estudios que la adición de diferentes gomas a productos alimentarios, entre ellas la GA, aumenta el rendimiento significativamente. El rendimiento del secado disminuye cuando aumentan GA y CMC.

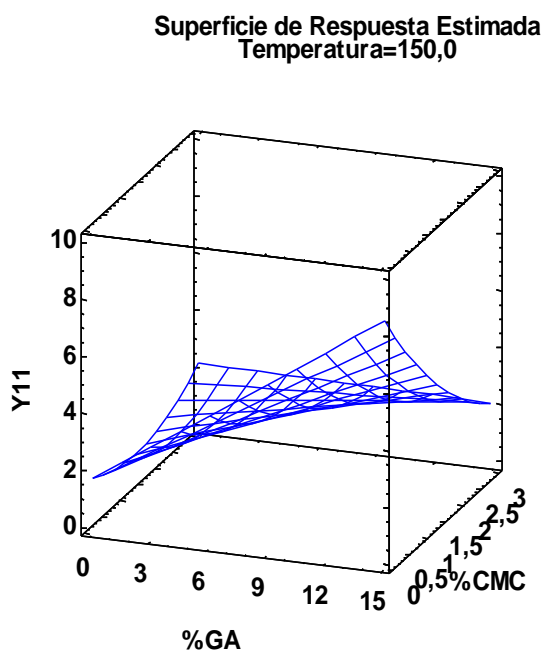


FIGURA 7. Comportamiento del rendimiento del producto en polvo (Y_{11}) frente a la cantidad de solutos añadidos a 100 g de licuado de fruta (goma arábica, GA y carboximetilcelulosa, CMC), a una temperatura de entrada del producto de 150 °C.

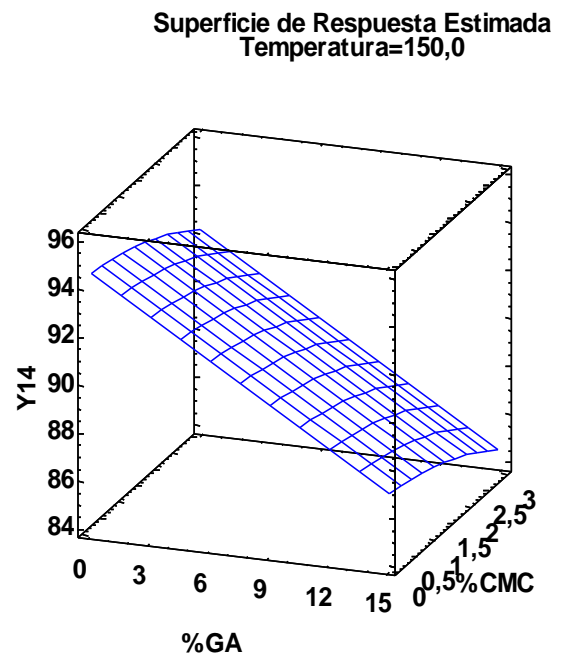


FIGURA 8. Comportamiento del rendimiento del secado (Y_{14}) frente a la cantidad de solutos añadidos a 100 g de licuado de fruta (goma arábica, GA y carboximetilcelulosa, CMC), a una temperatura de entrada del producto de 150 °C.

TABLA 2. Parámetros del modelo ajustado a la variación de las variables respuesta en función de las independientes.

Parámetros	Y ₁	Y ₂	Y ₃	Y ₄	Y ₆	Y ₇	Y ₈	Y ₉	Y ₁₀	Y ₁₁	Y ₁₂	Y ₁₃	Y ₁₄
Constante													
b ₀	2,058	-104,41	0,756	45,450	36,482	6,674	53,208	-54,866	-64,803	-5,9297	-39,57	4,1201	93,9477
Lineal													
b ₁	-0,005	1,75	ns	ns	0,454	0,655	-0,279	0,559	1,490	0,1012	1,0037	ns	0,0043
b ₂	-0,143	4,72	-0,060	4,433	3,791	4,462	-3,719	6,223	ns	0,4494	2,2688	0,0557	-0,5121
b ₃	-0,366	-9,85	-0,210	15,169	0,091	8,698	-11,163	ns	11,817	-0,8687	-14,33	0,6431	-0,2679
Cuadrática													
b ² ₁	ns	-0,01	ns	ns	-0,002	-0,002	0,001	-0,001	-0,003	-0,0003	-0,003	ns	ns
b ² ₂	0,007	-0,30	0,003	-0,188	-0,129	-0,198	0,125	-0,154	ns	ns	ns	ns	ns
b ² ₃	0,127	ns	ns	ns	-2,220	-4,349	2,178	ns	-4,309	0,3585	3,5118	ns	-0,1635
Interacciones													
b ₁₂	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	-0,019	ns	ns	ns	ns	ns
b ₁₃	ns	ns	ns	ns	0,082	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns
b ₂₃	ns	ns	0,020	-1,419	-0,685	ns	0,581	ns	ns	-0,1531	0,9938	0,1591	ns
R ² _{adj}	63,2	55,4	52,68	53,1	75,7	72,9	87,8	74,8	85,0	93,35	87,76	89,6	98,4

b₀: constante, b_i: coeficientes correspondientes a los efectos lineales, b²_i: coeficientes correspondientes a los efectos cuadráticos, b_{ij}: coeficientes correspondientes a la interacción de efectos, i=1 Temperatura de entrada, i=2 concentración de goma arábica (g GA/100 g licuado), i= 3 concentración de carboximetilcelulosa (g CMC/100 g licuado), ns: no significativo, R²_{adj}: Coeficientes de regresión ajustados, Y₁: humedad del polvo (g agua/100 g de sólidos del pomelo), Y₂: Higroscopicidad (g agua ganados/100 g polvo), Y₃: densidad aparente (g/cc), Y₄: Porosidad (volumen aire/volumen total), Y₆: Luminosidad, Y₇: Tono, Y₈: Cromo, Y₉: Diferencia de color con respecto al producto con menor contenido en solutos, Y₁₀: Temperatura de salida (°C), Y₁₁: Rendimiento en producto (g polvo/100 g de producto que entra en el atomizador), Y₁₂: Rendimiento en materia seca (g totales de sólidos seco/ 100 g sólidos seco de producto que entra en el atomizador), Y₁₃: Rendimiento de pérdidas (g muestra perdida/ 100 g de producto que entra en el atomizador), Y₁₄: Rendimiento del secado (g de agua perdidos/100 g de producto que entra en el atomizador).

El proceso de optimización llevado a cabo permitió encontrar la mejor combinación de las variables independientes, de entre todas las posibles, de una manera eficiente y sistemática, para obtener el mejor valor de las diferentes variables respuesta (Banga et al., 2003). Esto supone obtener un polvo con la menor humedad, higroscopicidad, densidad aparente, luminosidad, tono, diferencia de color, temperatura de salida, rendimiento de pérdidas y con la mayor porosidad, croma, rendimiento en producto, rendimiento en materia seca y rendimiento del secado. En este caso se validaron dos posibilidades de optimización. En una primera opción se realizó teniendo en cuenta todas las variables respuesta significativas. Como segunda opción, y dado que alguna de las variables respuesta están altamente correlacionadas, se priorizó la humedad, higroscopicidad, porosidad, diferencia de color y los rendimientos en producto obtenido y el del secado. En ambos casos, las condiciones óptimas proponen una temperatura de entrada de 100 °C, añadiendo 6,2 ó 7,1 % de GA y 0,1 ó 0,6 % de CMC, respectivamente. Como era de esperar, ambas condiciones óptimas son muy parecidas, lo que pone de manifiesto la posibilidad de reducir las variables respuesta para estudios de este tipo, centrándolas en Y_1 , Y_2 , Y_4 , Y_9 , Y_{11} , Y_{14} .

CONCLUSIONES

Las temperatura de entrada del producto, concentración de goma arábica y concentración de carboximetilcelulosa, explican más del 50 % la variabilidad de los parámetros y propiedades analizados. No obstante, la forma en la que las variables independientes consideradas afectan a cada una de las variables respuesta es diferente según el caso y el valor, lo que complica la generalización de resultados. Así por ejemplo, una temperatura de entrada del licuado de pomelo en el atomizador alta, disminuye la humedad del polvo obtenido pero afecta al color. Por su parte, la incorporación de GA disminuye la humedad del polvo y aumenta el rendimiento en producto, pero también disminuye la porosidad y afecta al color. La carboximetilcelulosa disminuye la higroscopicidad y aumenta la porosidad, pero disminuye el rendimiento. En este sentido, el procedimiento de optimización llevado a cabo permite conseguir la mejor combinación de las variables independientes para obtener el producto que, en promedio, tenga las mejores características. Cuando se consideran todas las variables respuesta analizadas, este óptimo se obtiene cuando al licuado de pomelo se añade una concentración de GA de 6,2% y de CMC 0,1% y la mezcla entra en el atomizador a una temperatura de 100°C. Dada la interrelación entre algunas de las variables respuesta analizadas en este trabajo, éstas podrían reducirse para posteriores estudios similares considerándose suficiente, para ello, el análisis de humedad, higroscopicidad, porosidad, diferencia de color y los rendimientos en producto obtenido y del secado.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la ayuda recibida por parte del Ministerio de Economía y Competitividad a través del proyecto AGL 2012-39103.

REFERENCIAS

- Adhikari, B., Howes, T., Bhandari, B.R., Troung, V. 2004. Effect of addition of maltodextrin on drying kinetics and stickiness of sugar and acid-rich foods during convective drying: experiments and modeling. *Journal of Food Engineering*, **62(1)**: 53–68.
- AILIMPO (Asociación Interprofesional del Limón y Pomelo). 2010. Memoria Anual de Actividades. 2010:16-17.
- Banga, J.R., Balsa-Canto, E., Moles, G., Alonso, A. 2003. Improving food processing using modern optimization methods. *Journal of the Trends in Food Science & Technology*, **14**: 131–144.
- Bezerra, A., Erthal, R., Oliveira, E., Silveira, L., Escaleira, L. 2008. Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry. *Journal Talanta*, **76**: 965-977.
- Cozic C., Picton L., Marie-Rose, G., Marlhoux F., Cerf Le D. 2009. Analysis of arabic gum: Study of degradation and water desorption processes. *Journal Food Hydrocolloids*, **23**: 1930-1934.
- Divya, A.S., Swetarai, C.K., Prasad, N. 2013. Effect of guar gum and gum arabic addition on functional properties on the quality characteristics of chicken nuggets. *Indian Journal of Poultry Science*, **48**: 58-62.
- DEIA (Diccionario de Especialidades para la Industria Alimentaria). 2013. Carboximetilcelulosa de sodio, [en línea]. Dirección URL:<<http://www.especialidadalimentaria.com>>. [Consulta: 9 Sep. 2013].
- FAO (Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura). 2004. Perspectivas a plazo medio de los productos básicos agrícolas. Proyecciones al año 2010. Editorial FAO, Roma.
- FAOSTAT (División de Estadísticas de la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura). 2013. Datos estadísticos de producción del pomelo, [en línea]. Dirección URL :< <http://faostat3.fao.org>>. [Consulta: 3 Oct. 2013].
- Gorinstein, S., Drzewiecki, J., Yong-Seo, P., Soon-Teck, J., Seong-Gook, K., Toledo F., Katrich E., Trakhtenberg S. 2005. Characterization of blond and Star Ruby (red) Jaffa grapefruits using antioxidant and electrophoretic methods. *International Journal of Food Science & Technology*, **41**: 311–319.
- Hoyles, L., Vulevic, J. 2008. Diet, Immunity and Functional Foods. En: Huffnagle Gary B, Noverr Mairi C. (eds). GI Microbiota and Regulation of the Immune System. Advances in Experimental Medicine and Biology. *Landes Bioscience and Springer Science+Business Media, LLC*, **635**: 79-92.
- InfoAgro (Portal de Información Agrícola). 2013. El cultivo del pomelo. Dirección URL:<<http://www.infoagro.com/citricos/pomelo.htm>>. [Consulta: 2 Nov. 2013].
- King, C.; Greenwald, C.1981. The effects of design and operating conditions on particle morphology for spray-dried foods. *Journal of Food Process Engineering*, **4**:171-187.
- Kaya, A., Aydın, O., Dincer, I. 2008. Experimental and numerical investigation of heat and mass transfer during drying of Hayward kiwi fruits (*Actinidia Deliciosa* Planch). *Journal of Food Engineering*, **88**: 323-330.
- Luximon-Ramma, A., Baborun, T., Crozier, A. 2003. Antioxidant actions and phenolic and vitamin C contents of common Mauritian exotic fruits. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, **83**: 496-502.
- Miller, A., Gil, M. 2012. Spray-Drying Technology. En: Williams,O., Watts,B., Miller, A. (eds). Formulating Poorly Water Soluble Drugs. AAPS Advances in the Pharmaceutical Sciences Series. Springer New York, 363-442.
- Morton, F. 1987. Fruits of warm climates. Ed. Miami, FL, US.
- Mimouni, A., Deeth, C., Whittaker, K., Gidley, J., Bhandari, B.R. 2009. Rehydration process of milk protein concentrate powder monitored by static light scattering. *Journal Food Hydrocolloids*, **23**: 1958–1965.
- Nandiyanto, B.A.; Okuyama, K. 2011. Progress in developing spray-drying methods for the production of controlled morphology particles: From the nanometer to submicrometer size ranges. Advanced Powder Technology. *International Journal of Science & Technology of powder & Particulate Materials*, **22**: 1- 19.
- NASS (National Agricultural Statistics Service). 2013. Grapefruit statistics, [en línea]. Dirección URL:<<http://www.statista.com>>. [Consulta: 10 Oct. 2013].

- Olavarría S., Zacarías I. 2011. Barriers and facilitators to increase consumption of fruits and vegetables in six countries in Latin America. *Archivos latinoamericanos de nutrición*, **61(2)**: 62-154.
- Schuh V., Allard K., Herrmann K., Gibis M., Kohlus R., Jochen W. 2013. Impact of carboxymethyl cellulose (CMC) and microcrystalline cellulose (MCC) on functional characteristics of emulsified sausages. *Journal of the American Meat Science Association*, **93**: 240-247
- Telis, V.R.N., Martínez-Navarrete, N. (2010). Application of compression test in analysis of mechanical and color changes in grapefruit juice powder as related to glass transition and water activity. *LWT - Food Science and Technology*, **43**: 744–751.
- Torres, D., Moreira, R., Chenlo, F., Vázquez, J. 2012. Water adsorption isotherms of carboxymethyl cellulose, guar, locust bean, tragacanth and xanthan gums. *Journal of the Carbohydrate Polymers*, **89**: 592-598.
- Ward, M. 2000. Uses of Gum Arabic (*Acacia sp.*) in the Food and Pharmaceutical Industries. En: Nothnagel, E.A., Bacic, A., Clarke A.E. (eds). *Cell and Developmental Biology of Arabinogalactan-Proteins*. Ed. Springer US. 231-239.
- Williamson, G. 1997. The Grapefruit. Institute of Food and Agricultural Sciences, University of Florida, Fact-Sheet HS-35.