

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

ESCOLA TÈCNICA SUPERIOR D'ENGINYERIA AGRONÒMICA
I DEL MEDI NATURAL



OPTIMIZACIÓN DE LA FORMULACIÓN DE LA PULPA DE POMELO PARA SU LIOFILIZACIÓN

TRABAJO FIN DE MÁSTER EN CIENCIA E INGENIERÍA DE LOS ALIMENTOS

ALUMNO/A: **EVA MACHIRANT BATALLER**

TUTOR/A: **NURIA MARTÍNEZ NAVARRETE**

DIRECTORA EXPERIMENTAL: **CLAUDIA AGUDELO STERLING
MARTA IGUAL RAMO**

Curso Académico: 2013-2014

VALENCIA, 25 DE JUNIO DE 2014

OPTIMIZACIÓN DE LA FORMULACIÓN DE LA PULPA DE POMELO PARA SU LIOFILIZACIÓN

Machirant, E.; Agudelo¹, C.; Igual¹, M.; Martínez-Navarrete¹, N.

RESUMEN

El pomelo es una fruta que contiene gran cantidad de ácido ascórbico y compuestos fenólicos, los cuales son beneficiosos para la salud humana. Sin embargo, el consumo de este fruto está limitado por su marcado sabor amargo. La obtención de un producto de pomelo en polvo por técnicas de deshidratación puede ser una buena alternativa para diversificar sus posibilidades de consumo. La liofilización es una técnica de deshidratación que permite obtener fruta en polvo de alta calidad y facilita su transporte, envasado y almacenaje. En este estudio se ha optimizado la formulación de pulpa de pomelo para su liofilización, en cuanto a la humedad de entrada del producto al liofilizador y a la cantidad de goma arábica y fibra de bambú añadidas. Con ello se pretende disminuir el coste de la operación y mejorar la estabilidad del producto obtenido. Para esta optimización se ha utilizado la metodología de superficie de respuesta, aplicada a los resultados obtenidos de un diseño centrado compuesto. Los resultados muestran el papel protector que ejerce la goma arábica sobre los fenoles, la actividad antioxidante y la luminosidad, y el de la fibra de bambú sobre la vitamina C, especialmente cuando la humedad de entrada del producto al liofilizador es baja. La formulación para la obtención de un polvo de pomelo óptimo fue: humedad de entrada de 74,15 g agua/100g puré con solutos, 1,27 g de goma arábica/100 g de puré fresco y 0,86 g de fibra de bambú/100 g de puré fresco.

Palabras clave: pomelo liofilizado, goma arábica, fibra de bambú, fenoles, carotenoides, vitamina C, actividad antioxidante, color, porosidad, higroscopicidad.

RESUM

L'aranja és una fruita que conté gran quantitat d'àcid ascòrbic i compostos fenòlics, els quals són beneficiosos per a la salut humana. En canvi, el consum d'aquesta fruita està limitat pel seu marcat sabor amarg. L'obtenció d'un producte d'aranja en pols per tècniques de deshidratació pot ser una bona alternativa per diversificar les seves possibilitats de consum. La liofilització és una tècnica de deshidratació que permet obtenir fruita en pols d'alta qualitat i facilitat de transport, envasament i emmagatzematge. En aquest estudi s'ha optimitzat la formulació de polpa d'aranja per a la seua liofilització, quant a la humitat d'entrada del producte al liofilitzador i a la

1

¹Grupo de Investigación e Innovación Alimentaria (CUINA). Departamento de Tecnología de Alimentos. Universitat Politècnica de València. Camino de Vera s/n. 46022. Valencia

quantitat de goma aràbiga i fibra de bambú afegides. Amb això es pretén disminuir el cost de l'operació i millorar l'estabilitat del producte obtingut. Per a aquesta optimització s'ha utilitzat la metodologia de superfície de resposta, aplicada als resultats obtinguts d'un disseny centrat compost. Els resultats mostren el paper protector que exerceix la goma aràbiga sobre els fenols, l'activitat antioxidant i la lluminositat, i el de la fibra de bambú sobre la vitamina C, especialment quan la humitat d'entrada del producte al liofilitzador es baixa. La formulació per obtenir una pols d'aranja òptima fou: humitat d'entrada de 74,15 g aigua/100g puré amb soluts, 1,27 g de goma aràbiga/100 g de puré fresc i 0,86 g de fibra de bambú/100 g de puré fresc.

Paraules clau: aranja liofilitzada, goma aràbiga, fibra de bambú, fenols, carotenoides, vitamina C, activitat antioxidant, color, porositat, higroscopicitat.

ABSTRACT

Grapefruit is a citrus fruit with special high amount of ascorbic acid and phenolic compounds, which are beneficial for human health. However, the consumption of this fruit is limited by its strong bitter taste. Obtaining a product grapefruit powder by dehydration techniques can be a good alternative to diversify their consumption possibilities. Freeze-drying is a good dehydration technique which allows obtaining fruit powder with high quality, easy to handle, package and storage. In this study, the formulation of grapefruit pulp for freeze-drying, as to the product's moisture input to the lyophilizer and the amount of added arabic gum and bamboo fiber, was optimized. This is to reduce the cost of operation and to improve the stability of the product. For the optimization of the formulation a response surface methodology applied to a central composite design was used. The results showed that the arabic gum had a significant role in the protection of phenols, antioxidant activity and luminosity, and bamboo fiber on the vitamin C, especially when the moisture input was low. The formulation for obtaining an optimum grapefruit powder was: moisture puree input 74,15 g agua/100g puree with solutes, 1,27g of arabic gum/100 g of fresh puree and 0,86 g of bamboo fiber /100 g fresh puree.

Key words: lyophilized grapefruit, arabic gum, bamboo fiber, phenols, carotenoids, vitamin C, antioxidant, color, porosity, hygroscopicity.

1. INTRODUCCIÓN

Estudios epidemiológicos han demostrado una correlación positiva entre el consumo de frutas y verduras y la reducción del riesgo de padecer enfermedades crónicas (Dauchet et al., 2006; John et al., 2002; Liu et al., 2000). Las frutas y verduras son una fuente natural de nutrientes, vitaminas, fibra y otras sustancias bioactivas, también llamadas compuestos

fitoquímicos. Estas sustancias actúan como agentes protectores frente a algunos tipos de cáncer y otras enfermedades (Martínez-Navarrete et al., 2008; Robles-Agudo et al., 2005; Xu et al., 2008). Es muy importante tener en cuenta la función de estos compuestos, ya que en la sociedad actual, el cáncer es la segunda causa de muerte (25% de las defunciones aproximadamente) después de las enfermedades cardiovasculares (Robles-Agudo et al., 2005). Por todo ello, tanto la Organización Mundial de la Salud (OMS) como la Asociación Internacional para la Investigación del Cáncer, promueven el consumo de 5 o más porciones de verduras y frutas al día.

La tercera fruta cítrica de mayor producción a nivel mundial, por detrás de la naranja y la mandarina, es el pomelo (*Citrus paradisi*) (Kimball, 1999). Se trata de un cítrico, desde el punto de vista nutricional y funcional, con abundante contenido en vitamina C, fenoles y β -caroteno, compuestos con capacidad antioxidante que proporcionan beneficios sobre la salud (Igual et al., 2010; Xu et al., 2008). Tiene un sabor menos dulce que la naranja y marcadamente amargo, lo que limita su consumo, debido a la presencia del flavonoide naringina (Drewnowski et al., 1997). El pomelo se consume principalmente en fresco y transformado en mermelada o zumos (Infoagro, 2014), ya que es la mejor forma de aprovechar todas sus propiedades nutritivas. Para su consumo en fresco, es conveniente reducir su contenido en agua para retardar o inhibir los procesos de deterioro, aumentando así el tiempo de conservación (Ghio et al., 2000). Una de las técnicas de deshidratación que proporciona productos de mayor calidad es la liofilización. La liofilización consiste en la eliminación del agua por sublimación, aplicando generalmente condiciones de baja temperatura y presión a una materia previamente congelada (Berk, 2009). Mediante este método se consigue eliminar el agua del alimento desde el estado sólido al gaseoso sin pasar por el estado líquido. Esta técnica está considerada como referente para obtener productos en polvo de gran calidad como café, té, alimentos instantáneos, hierbas aromáticas y alimentos especiales, ya que una de las principales ventajas de esta técnica es la conservación de gran cantidad de propiedades sensoriales, nutritivas y funcionales, debido a la minimización del daño térmico. Otras ventajas son la facilidad de almacenamiento y transporte, además de su buena capacidad de rehidratación (Barbosa-Cánovas et al., 2005; Berk, 2009; Ghio et al., 2000; López et al., 2006; Mosquera, 2010). La fruta en polvo se puede utilizar como base para la formulación de nuevos productos, postres, productos lácteos, ensaladas, helados, sopas, platos preparados o infusiones, entre otros, o bien consumir directamente rehidratado como zumo (Vega-Gálvez et al., 2008).

La principal desventaja de esta técnica es el alto coste que supone, tanto de tiempo como energético (Kasper, 2011; Menlik et al., 2010). La aplicación de pretratamientos para eliminar parte del agua que contiene el alimento, sería una opción para disminuir los costes (Benlloch-Tinoco et al., 2012; Donsi et al., 2001; Fahloul et al., 2009). No obstante, habría que seleccionar aquellos pretratamientos que mejor permitan preservar la calidad del producto. En concreto, el uso de las microondas podría ser una opción muy adecuada teniendo en cuenta su alto rendimiento térmico (Igual et al., 2012).

Hay que considerar que, en el caso de las frutas, es muy frecuente que los procesos de deshidratación conlleven la formación de una matriz amorfa altamente higroscópica, que puede encontrarse en estado vítreo o gomoso, dependiendo de la temperatura de transición vítrea (Tg). Los productos en polvo en estado gomoso sufren un colapso estructural que conlleva fenómenos de pegajosidad, apelmazamiento y cristalización de solutos. Además, los productos deshidratados tienen una mayor concentración de solutos que pueden favorecer la aparición de reacciones de deterioro en estado gomoso (Roos, 1995). Para favorecer el estado vítreo, por ser mucho más estable, una opción es incorporar al producto solutos que aumenten el peso molecular promedio de la matriz amorfa. De esta forma se aumenta la Tg del producto y así su humedad y actividad del agua críticas para el cambio de estado de vítreo a gomoso a una determinada temperatura de almacenamiento.

Algunos solutos de alto peso molecular que pueden utilizarse con este fin son la goma arábiga y la fibra de bambú. La goma arábiga se extrae de los árboles *Acacia senegal* y *Acacia seyal*; es un heteropolisacárido que contiene L-arabinosa, L-ramnosa, D-galactopiranosas y algunos ácidos derivados (Beniller y Whistler, 1996). Contribuye a un aumento de la temperatura de transición vítrea, reduce la higroscopicidad y puede aportar viscosidad al producto rehidratado (Ghosal et al., 2010; Jaya y Das, 2004). También se ha descrito su acción como agente encapsulante, evitando la adsorción de agua, la oxidación y la volatilización de compuestos (Gabas et al., 2007; Righetto y Netto, 2005; Singthong et al., 2009). La fibra de bambú se extrae de la planta de la subfamilia *Bambusoideae*. Está compuesta por hemicelulosa, celulosa, pectina y lignina mayoritariamente (Dagang et al., 2012; Eun-Jin y Deok-Young, 2009; Santosh et al., 2010). Este soluto, también de alto peso molecular, no ha sido muy utilizado para este tipo de procesos, pero es importante resaltar la función nutricional que aportaría al producto, ya que se trata de una fibra de origen vegetal.

El objetivo de este estudio ha sido optimizar la formulación del puré de pomelo antes de su entrada al liofilizador, en cuanto a su humedad, cantidad de goma arábiga y cantidad de fibra de bambú añadidas, para obtener un producto de pomelo liofilizado en polvo con buenas características sensoriales y funcionales.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materias primas

El pomelo (*Citrus paradise* var. Star Ruby), fue adquirido en un supermercado local del área de Valencia. Los frutos fueron seleccionados en función del tamaño, firmeza, color y ausencia de daños físicos aparentes en la superficie. Los solutos utilizados como aditivos para la obtención de pomelo liofilizado en polvo han sido la goma arábiga (GA) y la fibra de bambú (FB) (Sigma-Aldrich, USA).

2.2. Diseño experimental

Las variables independientes para el estudio han sido la humedad de entrada de la mezcla al liofilizador (x_1 , 70-90 g agua/100g puré con solutos), la concentración de GA añadida (x_2 , 4-12 g/100g puré fresco) y la concentración de FB (x_3 , 0-2 g/100g puré fresco), establecidas de acuerdo a resultados de estudios pre-experimentales. Para estudiar el efecto de estas variables con el menor número de tratamientos posibles, se realizó un diseño experimental centrado compuesto, rotatable y ortogonal. El diseño propuso llevar a cabo las 23 experiencias que se muestran en la Tabla 1, las cuales se ejecutaron en orden aleatorio. Con el fin de hacer los resultados comparables, los valores de las variables independientes se han referido a los solutos del pomelo presentes en cada muestra. Las variables respuesta estudiadas con el polvo obtenido fueron el rendimiento en producto (Ren), la humedad (X_w), la higroscopicidad (Hg), la solubilidad (Sol), la porosidad (ε), la densidad aparente (ρ_a), la luminosidad (L^*), el tono (h^*_{ab}), el croma (C^*_{ab}), la diferencia de color con respecto a la muestra sin solutos (ΔE), el contenido en fenoles totales (Fen), en flavonoides totales (Flav), en carotenoides totales (Car), en vitamina C (VitC) y la actividad antioxidante (AOA).

2.3. Preparación de la muestra y condiciones de liofilización

Para la obtención del puré de pomelo se partió de la fruta previamente lavada, pelada y cortada. A continuación se trituró, mediante un robot de cocina (Thermomix TM 21, Vorwerk, Spain). El puré obtenido se caracterizó en cuanto al contenido en agua (descrito en la sección 2.4.1), los °Brix mediante un refractómetro (Abbe Atago 89553, Zeiss Japan) a 20 °C y el pH con un pHmetro (Consort C830, Bélgica). Posteriormente se procedió a incorporar la cantidad de solutos correspondientes a cada una de las 23 experiencias. Para homogeneizar el puré con los solutos se utilizó un agitador magnético (MBG-05E OVAN, EU) a 750 rpm. Una vez incorporados los solutos, se aplicó un pretratamiento de secado parcial de la mezcla por microondas (Moulinex 5141 AFW2, Spain), a 2 W/g, hasta llegar a las humedades establecidas por el diseño planteado. El control de la humedad durante este presecado se hizo a partir de los °Brix iniciales de la muestra con solutos y la pérdida de peso. Posteriormente las muestras se dispusieron en bandejas formando una capa de 0,5 cm de espesor y se congelaron a -40°C (CVF 525/86, Ing.Climas, España) hasta su liofilización. Para la liofilización se utilizó un liofilizador Telstar Lioalfa-6, a 10^{-2} Pa y -40°C durante 24 h. Una vez liofilizadas, se controló el peso de cada muestra y se

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

	X_1	X_2	X_3	X_w	Hg	Sol	ε	ρ_a	L^*	h^*_{ab}	C^*_{ab}	ΔE	Fen	Flav	Car	Vit C	AOA
1	707.63	70.90	8.86	5.09	5.85	0.96	0.75	0.36	79.78	58.89	20.79	9.80	568.17	24.20	30.72	32.49	145.95
2	706.80	70.90	8.86	3.82	5.57	0.93	0.73	0.38	81.02	56.21	19.76	10.52	533.17	18.85	30.46	26.39	153.01
3	708.79	70.90	8.86	6.00	6.50	0.88	0.78	0.30	80.21	56.24	20.77	9.57	655.60	24.31	35.30	33.73	172.38
4	707.56	70.89	8.86	6.59	5.59	0.88	0.67	0.47	80.03	54.75	20.02	9.36	509.90	19.81	32.65	30.43	107.86
5	709.12	70.90	8.86	4.08	6.11	0.86	0.76	0.34	80.24	54.40	18.52	9.96	546.20	20.57	29.79	32.72	152.79
6	705.63	70.90	8.86	5.33	5.56	0.89	0.76	0.34	80.12	57.03	20.83	9.64	489.21	22.41	29.50	29.72	147.85
7	709.55	70.90	8.86	5.81	8.04	0.93	0.72	0.40	78.18	56.03	21.06	7.86	615.00	23.94	29.49	21.86	136.96
8	709.24	70.90	8.86	4.69	6.14	0.88	0.80	0.29	80.52	57.38	20.30	10.19	593.63	19.57	30.36	30.98	134.17
9	709.58	70.90	8.86	6.19	6.83	1.05	0.68	0.45	78.40	58.20	23.14	7.87	477.77	20.84	28.38	29.13	136.94
10	656.99	14.74	11.55	7.47	7.26	0.80	0.69	0.43	68.80	54.33	32.16	4.52	346.07	50.72	51.74	33.08	202.61
11	1876.80	112.53	18.69	1.15	3.61	0.87	0.89	0.16	81.93	61.33	18.25	12.67	161.57	10.39	5.16	14.84	32.15
12	1835.15	109.82	0.00	2.76	3.43	0.92	0.89	0.16	83.54	66.50	18.02	14.96	200.03	12.38	13.52	14.89	14.94
13	480.21	112.53	18.76	6.99	10.24	0.72	0.68	0.45	80.30	58.53	19.20	10.59	431.66	37.19	12.60	30.10	48.13
14	708.90	70.14	0.00	5.87	6.79	1.12	0.65	0.49	78.95	56.75	22.18	8.24	206.21	31.80	28.23	32.86	172.94
15	484.30	109.99	0.00	11.06	10.60	0.91	0.57	0.60	77.39	59.35	23.26	7.40	288.42	61.05	37.25	38.52	17.38
16	1050.07	140.82	9.58	4.22	5.13	0.91	0.79	0.30	83.00	66.68	18.51	14.48	299.18	18.82	12.52	24.99	46.19
17	1135.68	33.46	0.00	4.47	2.98	0.77	0.75	0.35	72.02	53.77	29.20	1.75	395.37	10.70	22.16	20.20	199.27
18	1154.16	34.34	17.19	2.98	4.66	0.80	0.85	0.21	80.29	58.82	21.76	9.87	289.97	15.09	18.09	18.78	100.21
19	369.50	34.31	17.16	10.28	6.73	0.86	0.69	0.43	77.09	58.17	24.96	6.34	672.44	31.06	37.24	26.84	105.91
20	708.92	72.23	24.21	2.86	9.12	0.93	0.73	0.38	79.99	57.94	20.44	9.84	374.32	30.62	18.09	5.83	143.00
21	289.89	70.90	8.86	12.62	14.99	0.68	0.55	0.63	75.27	55.91	23.28	5.07	871.26	180.21	85.62	38.27	189.75
22	354.55	40.39	0.00	9.70	8.94	0.73	0.62	0.53	74.34	54.42	26.36	2.95	815.89	36.72	42.79	35.11	74.53
23	5026.29	70.90	8.86	0.75	0.97	0.89	0.91	0.13	82.40	57.21	15.10	13.29	98.23	20.90	13.19	4.94	34.92

Donde x_1 es la humedad de entrada del puré en el liofilizador ($g_{\text{agua}}/100g_{\text{solutos pomelo}}$), x_2 es la concentración de goma arábica ($g/100g_{\text{solutos pomelo}}$), x_3 es la concentración de fibra de bambú ($g/100g_{\text{solutos pomelo}}$), X_w es la humedad del producto liofilizado ($g_{\text{agua}}/100g_{\text{solutos pomelo}}$), Hg es la higroscopicidad ($g/100g_{\text{sólidos pomelo}}$), Sol es la solubilidad ($g_{\text{sólidos solubles}}/g_{\text{sólidos totales}}$), ε es la porosidad (volumen aire/ volumen total), ρ_a es la densidad aparente (g/cm^3), L^* es la luminosidad, h^*_{ab} es el tono, C^*_{ab} es el croma, ΔE es la diferencia de color respecto a la muestra sin solutos, Fen es el contenido en fenoles totales ($mg_{\text{ácido gálico equivalente}}/100g_{\text{solutos pomelo}}$), $Flav$ es el contenido en flavonoides totales ($mg_{\text{equivalentes rutina}}/100g_{\text{solutos pomelo}}$), Car es el contenido en carotenoides totales ($mg_{\beta\text{-caroteno}}/100g_{\text{solutos pomelo}}$), $VitC$ es el contenido en vitamina C ($mg_{\text{vitamina C}}/100g_{\text{solutos pomelo}}$), AOA es la actividad antioxidante ($mmol_{\text{trolox equivalente}}/100g_{\text{solutos pomelo}}$).

molieron hasta obtener un polvo homogéneo que se recogió a vacío y se almacenó en un desecador con silicagel hasta su análisis.

2.4. Análisis de las variables respuesta

A continuación se describe la metodología utilizada en cada caso para obtener los valores correspondientes a cada variable respuesta, que fue analizada en todos los casos por triplicado. Además, para disponer de información adicional, también se determinaron los valores de humedad, °Brix, pH, fenoles, flavonoides, carotenoides, vitamina C, actividad antioxidante y parámetros de color del puré de pomelo sin solutos añadidos y sin liofilizar.

2.4.1. CONTENIDO DE AGUA

Para determinar X_w se utilizó el método gravimétrico tras colocar una muestra en una estufa a vacío (Vaciotem, J.P. Selecta) a $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ a una presión de <100 mm Hg hasta peso constante. Este método consiste en la determinación de la pérdida de peso de la muestra, que se corresponde con el agua presente. El resultado se expresó como g agua/100g de solutos de pomelo.

2.4.2. HIGROSCOPICIDAD

Para obtener Hg se colocó 1 g de muestra en un ambiente creado por una disolución saturada de Na_2SO_4 (81% de humedad relativa) a 25°C durante 24h (Cai y Corke, 2000). Los resultados se expresaron como g de agua ganada/100g de solutos de pomelo.

2.4.3. SOLUBILIDAD

En este caso se empleó la metodología descrita por Mimouni et al. (2009) con algunas modificaciones. Al pomelo en polvo se le añadió agua destilada en un vaso de precipitado de 50 mL con doble camisa que se conectó a un baño de agua (Refrigerated Circulator 9101, PolyScience) a 20°C y con agitación magnética constante (750 rpm) hasta lograr la disolución máxima del polvo. Se determinó el contenido en sólidos totales y sólidos solubles de cada muestra rehidratada. Para los sólidos totales (ST) se controló el peso de aproximadamente 1,5 g de la muestra rehidratada antes y después de colocarla en una estufa a 60°C y $p < 100$ mm Hg (Vaciotem, J.P. Selecta) durante 24 h. Para los sólidos solubles (SS), se centrifugó parte de la muestra rehidratada a 10000 rpm durante 10 min a 4°C . El sobrenadante se filtró a vacío con papel de filtro Whatman nº 1. De nuevo, aproximadamente 1,5 g del filtrado se secaron por el mismo método gravimétrico que los ST.

La solubilidad se calculó como fracción másica de los sólidos disueltos respecto a los totales, según la ec. (1).

$$\text{Sol} = \frac{\text{SS}}{\text{ST}} \quad (1)$$

2.4.4. POROSIDAD

Para el cálculo de ε se utilizó la ec. (2), siendo ρ la densidad real y ρ_a la densidad aparente. Para obtener ρ se aplicó la ec. (3), donde x_w es la fracción másica de agua del producto en polvo, ρ_{HC} es la densidad de los hidratos de carbono ($1,4246 \text{ g/cm}^3$) y ρ_{agua} es la densidad del agua ($0,9976 \text{ g/cm}^3$). Para obtener el valor de la densidad aparente (ρ_a) se llevó a cabo la metodología explicada en el punto 2.4.5.

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

$$\rho = \frac{1}{\frac{1-x_w}{\rho_{\text{HC}}} + \frac{x_w}{\rho_{\text{agua}}}} \quad (3)$$

2.4.5. DENSIDAD APARENTE

Los valores de ρ_a se obtuvieron aplicando la ec. (4), donde m hace referencia a la masa de polvo (g) y V_f al volumen ocupado por la muestra (cm^3) después de haber sido sometida a un proceso de vibración mediante un Infrared Vortex Mixerv(F202A0164) a 1600 rpm durante 10 s.

$$\rho_a = \frac{m}{V_f} \quad (4)$$

2.4.6. COLOR

Para medir el color del producto en polvo se utilizó la metodología propuesta por Telis y Martínez-Navarrete (2010). Básicamente ésta consiste en llenar unos recipientes de aluminio 11 mm de diámetro y 5,5 mm de altura, controlando el peso. La base de estos recipientes presenta un orificio pero sobre ella se coloca un septum que hace hermético el recipiente. La muestra así dispuesta fue compactada utilizando un texturómetro TA-XT Plus (Stable Micro Systems, UK) con una sonda cilíndrica de 10 mm de diámetro acoplada. Para ello se le aplicó una deformación de 2 mm a 0,05 mm/s. De esta forma se obtuvieron muestras con una superficie uniforme y con una porosidad y espesor similares, para poder disponer de resultados comparables. Una vez compactado el polvo, se midió el color mediante un colorímetro MINOLTA CM-2002 (Japón), con una ventana de medición de 6 mm de diámetro. La muestra compactada fue extraída del recipiente, con la ayuda de un émbolo con el que se presionaba desde la parte externa de la base perforada, y dispuesta sobre un vidrio óptico (CR-A51, Minolta Camera, Japón) que se colocó en la lente del espectrocolorímetro.

Además también se midió el color del puré de pomelo fresco utilizado como materia prima. Para ello se utilizó una cubeta de 38 x 50 mm. En este caso la ventana de medición fue de 30 mm de diámetro.

En ambos casos, se obtuvieron las coordenadas CIE $L^*a^*b^*$, utilizando como referencia el iluminante D65 y observador 10° . L^* indica luminosidad (L^*), a^* indica cromaticidad en un eje verde (-) a rojo (+) y b^* la cromaticidad en un eje azul (-) a amarillo (+). Con estos valores se calculó el tono (h_{ab}^*) (ec. 5) y el croma o pureza de color (C_{ab}^*) (ec. 6). Además, para los productos en polvo, se calculó la diferencia de color (ΔE) de cada muestra con respecto al polvo liofilizado obtenido a partir de la muestra sin solutos añadidos y sin deshidratar (ec. 7). Esta muestra, aunque no era una de las del diseño se preparó para conocer los cambios de color del producto.

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

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

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

2.4.7. COMPUESTOS FUNCIONALES Y ACTIVIDAD ANTIOXIDANTE

Los compuestos funcionales analizados al puré fresco y a los diferentes productos en polvo fueron los fenoles totales, flavonoides totales, carotenoides totales y la vitamina C. Como parámetro de control del valor funcional se cuantificó la actividad antioxidante de las muestras.

Para los tres primeros se utilizó un espectrofotómetro UV-visible (Thermo Electron Corporation, USA) midiendo la absorbancia a 765 nm, 430 nm y 446 nm, respectivamente. Para la determinación de los fenoles totales se llevó a cabo un ensayo Folin-Ciocalteu, según Benzoe y Estrain (1999) y adaptado por Igual et al. (2010). Para la extracción de los fenoles se pesó una cantidad de muestra a la que se añadió metanol puro, ácido clorhídrico 6N y NaF 2mM, en cantidades 30 g:40 mL:10 mL:4,2 mg y 2 g:20 mL:5 mL:4,2 mg para el puré fresco y las muestras en polvo, respectivamente. La mezcla se homogeneizó y centrifugó a 10000 rpm durante 10 min a 4°C . A continuación se tomó una cantidad del sobrenadante y se le añadió agua bidestilada y reactivo Folin-Ciocalteu (Sigma-Aldrich), dejándose 8 minutos en reposo y oscuridad. Seguidamente se añadió una disolución de carbonato de sodio al 7,5% (p/v) y se llevó a 25 ml con agua bidestilada. Se mantuvo 2 h en oscuridad y se midió la absorbancia. El resultado se expresó como mg de ácido gálico equivalente/100 g de solutos de pomelo.

Los flavonoides totales se determinaron tomando 1 mL del mismo extracto obtenido para los fenoles totales, al que se le añadió 1 mL de una dilución en metanol de AlCl_3 (20 g/L) y se mantuvo en oscuridad durante 30 min. Se cuantificaron empleando rutina como patrón y se expresaron en mg equivalentes de rutina/100 g solutos de pomelo.

Para la extracción de los carotenoides totales se siguió la metodología descrita por Olives Barba et al. (2006), utilizando β -caroteno como patrón. Los resultados de los carotenoides totales se expresaron como mg de β -caroteno/100 g de solutos de pomelo.

Para la determinación de la vitamina C se procedió a la reducción del ácido dehidroascórbico (DHAA) a ácido ascórbico (AA) usando el DL-ditiotreitol (Sigma-Aldrich), de acuerdo con Sánchez-Moreno et al. (2003). Para la determinación del AA se siguió la metodología descrita por Xu et al. (2008). Los análisis se realizaron por cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) empleando un equipo HPLC (Jasco, Italia) con una bomba ternaria (Jasco PU-1580 HPLC pump), un generador de gradiente (LG-1580-02 Ternary Gradient Unit) y un detector UV-visible (MD-1510) con un intervalo de medida de longitud de onda de 190 hasta 650nm. El equipo cuenta con un desgasificador incorporado y un inyector automático. Se empleó una columna Zorbax SB-C18 de 5 μm (4,6 x 25 mm), junto con una precolumna (C18 Teknokroma). Los resultados se expresaron como mg de vitamina C/100 g de solutos de pomelo.

La actividad antioxidante de las muestras (AOA) se evaluó empleando el método del DPPH (Puupponen-Pimiä et al., 2003), basado en la capacidad de las sustancias antioxidantes para captar radicales libres. Se midió la absorbancia a 515 nm en un espectrofotómetro UV-visible (Thermo Electron Corporation, USA). El porcentaje de DPPH fue calculado según la ec. (8). Los resultados finales fueron expresados como mmoles de trolox equivalentes (TE), empleando una curva de calibración de trolox en el intervalo de 6,25-150 mmol TE.

$$\%DPPH = \frac{A_{\text{control}} - A_{\text{muestra}}}{A_{\text{control}}} \quad (8)$$

donde: A_{control} = absorbancia del control (absorbancia de la muestra a tiempo 0); A_{muestra} = absorbancia de la muestra cuando la reacción se ha estabilizado.

2.5. Análisis estadístico

Para seleccionar el modelo de regresión que ajustara de forma adecuada los resultados experimentales con las variables independientes, se realizó un análisis de varianza y un análisis de superficie de respuesta. El modelo polinómico generalizado propuesto para la correlación fue el dado por la ec. (9):

$$y_i = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i x_i + \sum_{i=1}^3 \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{ij=1}^3 \beta_{ij} x_i x_j \quad (9)$$

donde: y_i = variable respuesta predicha por el modelo; β_0 = constante; β_i , β_{ii} y β_{ij} = coeficientes de los términos lineales, cuadráticos y de las interacciones, respectivamente; x_i y x_j = representan las variables independientes.

En el modelo final reducido, para cada variable respuesta se incluyeron únicamente los términos que fueron estadísticamente significativos ($p < 0,05$) y se descartaron los no estadísticamente significativos ($p > 0,05$). La bondad del ajuste de los modelos finales reducidos con los datos experimentales fue evaluada a partir del coeficiente de determinación ajustado (R^2_{adj}) y el error estándar (SE). Aquellos modelos con un R^2_{adj} significativo se utilizaron para la optimización del proceso. 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. A través de este procedimiento de optimización, fue obtenida la combinación de las variables independientes que permiten formular el producto antes de su liofilización para conseguir un polvo con las propiedades más deseables, maximizando la porosidad, el croma, los fenoles, flavonoides y carotenoides totales, la vitamina C y la actividad antioxidante y minimizando el contenido en agua, la higroscopicidad, la densidad aparente, la luminosidad, el tono y la diferencia de color.

Todos los análisis estadísticos fueron realizados usando el programa estadístico Statgraphics Plus 5.1.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Caracterización del producto en fresco

En la Tabla 2 se muestra la media y la desviación estándar de los valores obtenidos en el puré de pomelo fresco en cuanto a humedad, °Brix, pH, vitamina C, fenoles totales, flavonoides totales, carotenoides totales, actividad antioxidante y parámetros de color.

TABLA 2. Caracterización del pomelo fresco.

Pomelo Fresco	
Humedad¹	87.60±0.02
°Brix²	10.86±0.05
pH	3.13±0.01
Vitamina C³	54±8
Fenoles totales³	53.3±0.9
Flavonoides totales³	4.7±0.3
Carotenoides totales³	5.37±0.05
Actividad antioxidante⁴	15.5±0.3
L*	47.72±0.18
a*	22.74±0.13
b*	16.99±0.12
C*_{ab}	28.38±0.17
h*	36.77±0.07

Unidades: ¹g agua/100g puré pomelo; ²g sólidos solubles/100 g fase líquida en el puré pomelo; ³mg/100 g puré pomelo; ⁴mmol TE/100 g puré pomelo.

Los resultados obtenidos para el puré de pomelo en fresco, sin liofilizar y sin solutos añadidos, son similares a los encontrados en la bibliografía consultada; especialmente los valores de humedad, °Brix, pH y vitamina C (Iguar et al., 2010a; Iguar et al., 2010 b; Moraga et al., 2009; Moraga et al., 2012). Los datos de color reflejan que se trata de un producto con coloración roja-amarilla, ya que a^* y b^* tienen valores positivos, aunque predomina la coloración roja porque el valor de a^* es mayor que el valor de b^* (visualmente se aprecia claramente).

3.2. Modelo de superficie de respuesta

En la Tabla 1 se pueden observar los resultados experimentales obtenidos para cada variable respuesta en función de las variables independientes. Como se ha indicado en la metodología, cada una de las variables respuesta se correlacionó con las independientes. Los modelos obtenidos proporcionaron los efectos significativos de estas variables y sus interacciones. Teniendo en cuenta sólo éstos se obtuvieron los modelos reducidos finales que se muestran en la Tabla 3. Para todas las variables respuesta, excepto para la solubilidad, hubo efecto significativos de alguna de las variables independientes, con un nivel de confianza del 95,0% ($\alpha < 0,05$). Además, a excepción de los flavonoides totales ($R^2=0,21$) y los carotenoides totales ($R^2=0,44$), el coeficiente de regresión del modelo obtenido para el resto de variables respuesta varió entre 0,52 y 0,84. Por lo tanto, en general, más del 50% de la variación de la respuesta se puede explicar en función de las variables independientes consideradas (humedad de entrada del producto en el liofilizador y cantidades de goma arábica y fibra de bambú añadidas).

La humedad del producto tras el proceso de liofilización fluctúa entre 2,27 y 4,22 g agua/100 g de polvo, lo que supone, como se observa en la Tabla 1, humedades entre 0,75 y 12,62 g agua/100g solutos de pomelo. Esta variable respuesta mostró una relación lineal negativa con la humedad de entrada. El efecto cuadrático positivo observado con la humedad de entrada es mucho menor que el lineal. Se puede observar que las muestras 21 y 23, que son las que tienen los valores extremos inferior y superior de humedad respectivamente, tienen los valores de humedad tras la liofilización más alto y más bajo respectivamente. Por lo tanto, cuanto mayor es la humedad de entrada del producto en el liofilizador, menor es la humedad del polvo obtenido. En este caso, ni la goma arábica ni la fibra de bambú influyeron en el resultado. Es posible que la menor humedad del producto en el momento de la congelación, se dificulte este proceso y se forme algo menos de hielo, con lo que el agua sublimada será menor. La Figura 1 muestra la variación de la humedad del polvo obtenido en función de la humedad del producto de entrada en el liofilizador y de la cantidad de goma arábica añadida.

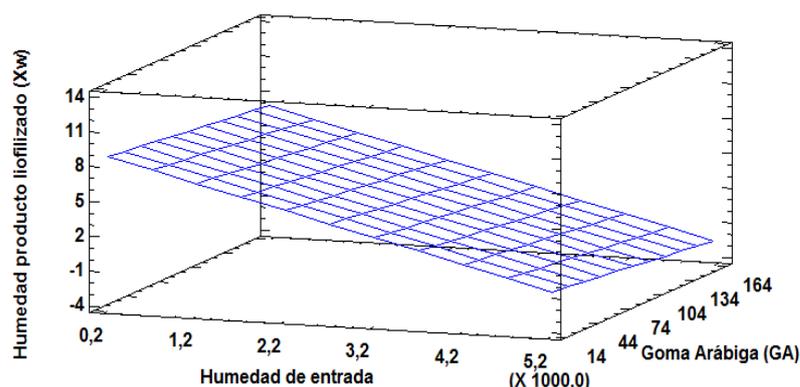


FIGURA 1. Variación de la humedad del producto en polvo obtenido tras la liofilización en g agua/ 100g solutos de pomelo, en función de la humedad de entrada (g agua/100g solutos de pomelo) y la cantidad de goma arábica (g/100g solutos de pomelo) añadida.

La higroscopicidad, igual que la humedad del polvo, se vio también afectada de forma negativa por la humedad inicial. Pero en este caso la goma arábica mostró un efecto positivo en la higroscopicidad. Los valores resultantes oscilan entre aproximadamente 1 y 15 g de agua ganada/100g solutos de pomelo, que se corresponden con 23,92 y 41,79 g de agua ganada/100 g de polvo. A menor humedad de entrada y mayor contenido en goma arábica, mayor fue la higroscopicidad. Este efecto se puede comprobar si se comparan las muestras 13 y 15 de la Tabla 1. Como exponen algunos autores (Fazaeli et al., 2012), una causa del aumento de la higroscopicidad en las muestras que contienen mayor cantidad de goma arábica podría deberse a la propia higroscopicidad de este soluto en sí, a diferencia de otros solutos como la maltodextrina que teóricamente ejerce un efecto reductor en cuanto a la higroscopicidad.

La porosidad y la densidad aparente tienen un comportamiento opuesto. Cuanto mayor es la cantidad de aire presente en su producto, menor es su densidad aparente y, por lo tanto, mayor es su porosidad. Efectivamente eso es lo que se observa en este caso (Figuras 2 y 3). Centrándonos en la porosidad, se observó una relación lineal positiva con la humedad de entrada y con la fibra de bambú. La relación cuadrática negativa existente con la humedad fue muy inferior a la relación lineal, de manera que sólo se hace patente a los valores más altos de esta variable. La Figura 2 muestra, como ejemplo, la variación de la porosidad en función de la humedad de entrada y la fibra de bambú añadida para una concentración intermedia de GA entre las utilizadas en el estudio.

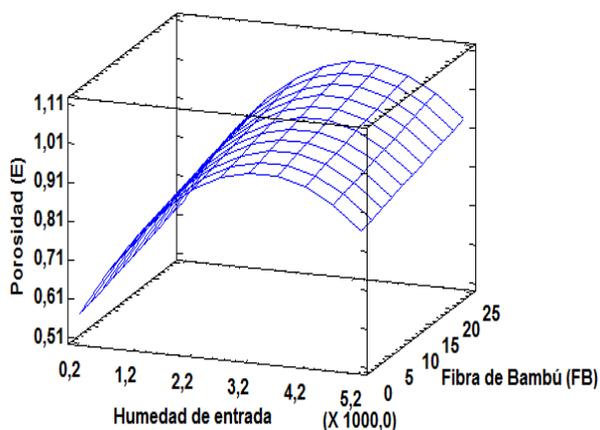


FIGURA 2. Evolución de la porosidad del producto con 70 g GA/100g solutos de pomelo, expresada en volumen de aire/volumen total, frente a la humedad de entrada (g agua/100g solutos de pomelo) y la cantidad de fibra de bambú añadida (g/100g solutos de pomelo).

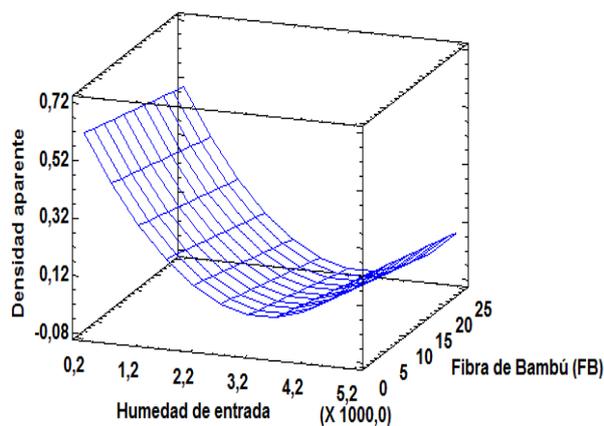


FIGURA 3. Progreso de la densidad aparente con 70 g GA/100g solutos de pomelo, expresada en g/cm³ en relación con la humedad de entrada (g agua/100g solutos de pomelo) y la cantidad de fibra de bambú añadida (g/100g solutos de pomelo).

Todos los atributos de color se vieron influidos por las variables consideradas. La Luminosidad sólo se vio afectada por la presencia de goma arábica, de manera que cuanto mayor es la cantidad de este soluto, mayor es L*. Este fenómeno podría ser debido, según Telis y Martínez Navarrete (2009), a la disminución en la concentración de los pigmentos presentes en el zumo causada por la adición de carbohidratos, que son polvos claros. Por su parte, tanto el ángulo de tono como la pureza de color disminuyen cuando la humedad de entrada y la cantidad de goma arábica son mayores, aunque cantidades demasiado altas de goma arábica pueden tener el efecto contrario. La mayor presencia de fibra de bambú también disminuye la pureza pero aumenta el tono. Los tonos blanquecino-amarillento de estos solutos justifican el efecto. Cuando se calcula la diferencia de color de cada muestra con respecto al color del polvo de pomelo obtenido de la muestra liofilizada sin solutos añadidos y sin deshidratar, se ve que cuanto mayor es la humedad de entrada del producto y la cantidad de solutos añadidos, mayor es la diferencia de color de las muestras. Esto puede observarse si se compara en la Tabla 1, por ejemplo, las muestras 12, 16 y 11 con un alto contenido en goma arábica (alguna de ellas también de fibra de bambú) y, son las que mayor diferencia de color presentan. En el extremo opuesto, la muestra 17 es la que presentó menor diferencia de color debido a que tiene poca cantidad de solutos añadidos.

Todos los compuestos funcionales analizados mostraron una interacción lineal negativa con la humedad de entrada. Por su parte la goma arábica y la fibra de bambú afectaron de forma positiva y negativa, respectivamente, a los fenoles totales. En este caso, los valores resultantes oscilaron entre 98,23 y 871,26 mg GAE/100g solutos de pomelo ó 147 y 291 mg GAE/100 g

de polvo. Para este compuesto, la interacción lineal negativa con la humedad de entrada, la interacción lineal positiva con la goma arábica y la interacción cuadrática negativa con la fibra de bambú son muy elevadas. Además se observa una interacción positiva de los dos solutos añadidos que hace que el comportamiento global, para una humedad intermedia, sea como el que se observa en la Figura 4.

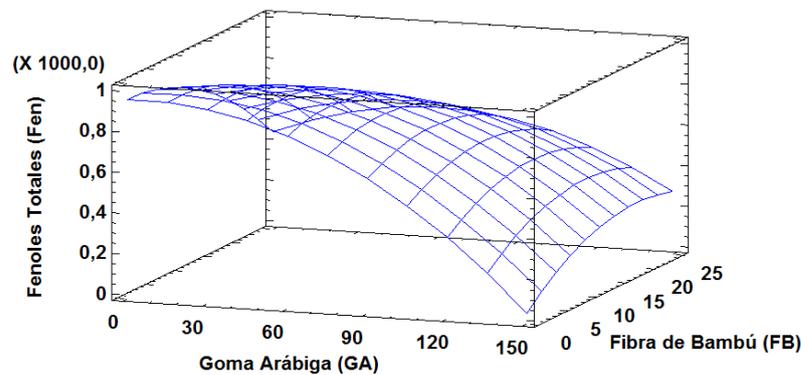


FIGURA 4. Comportamiento de los fenoles totales con 700 g agua/100g solutos de pomelo, expresados en mg GAE/100 g solutos de pomelo, frente a la goma arábica (g/100g solutos de pomelo) y la fibra de bambú (g/100g solutos de pomelo).

En relación con los flavonoides y carotenoides totales, éstos sólo se ven influidos significativamente y de forma negativa por la humedad de entrada. En la Tabla 1 se observa como las muestras 21 y 10 tienen los valores más elevados de estas variables respuesta y se corresponden con humedades de entrada bastante bajas. En el otro extremo se encuentran las muestras 11 y 12 con valores de humedad de entrada elevados y un contenido en flavonoides y carotenoides totales de los menores. El contenido en flavonoides totales de las muestras 21 y 11, por ejemplo, expresados en mg/100 g de polvo, son 60,21 y 9,45, respectivamente.

El contenido en vitamina C osciló entre 4,94 y 38,52 mg/100g solutos de pomelo ó 14,94 y 12,34 mg/ 100g de polvo. Según algunos autores (Santos y Silva, 2008; Orrego-Alzate et al., 2009), la liofilización es considerada como el método que mejor conserva los nutrientes y antioxidantes de las frutas frescas. En este ensayo experimental se observa, además, que la fibra de bambú tiene una relación lineal negativa con la humedad de entrada y positiva con la vitamina C y justo al revés con los términos cuadráticos. Además hay una interacción positiva de la humedad con la fibra de bambú. La Figura 5 muestra la evolución de este compuesto funcional con relación a distintos valores de humedad de entrada y de fibra de bambú. En esta figura puede observarse un marcado efecto protector de la fibra sobre la vitamina C especialmente a bajas humedades.

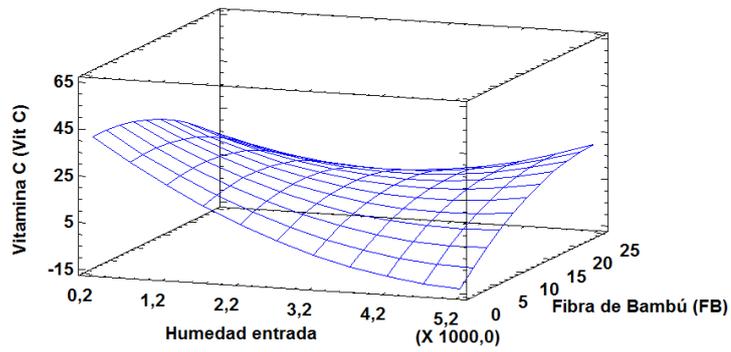


FIGURA 5. Comportamiento de la vitamina C con 70 g GA/100g solutos de pomelo, expresados en mg β -caroteno/100 g solutos de pomelo, frente a la humedad de entrada (g agua/100g solutos pomelo) y la fibra de bambú (g/100g solutos pomelo).

La actividad antioxidante mostró valores de 14,94 a 202,61 mmol TE/100 g solutos de pomelo ó 14,73 y 108,18 mmol TE/100 g de polvo. En este caso, la actividad antioxidante se ve favorecida a humedades y concentración de GA medias-bajas.

TABLA 3. Modelos reducidos finales de las variables respuesta en función de las variables independientes (según ec. 9).

	Xw	Hg	ε	ρ_a	L*	h*_{ab}	C*_{ab}	ΔE	Fen	Flav	Car	Vit C	AOA
Const.	11.6693	10.5874	0.513493	0.681901	68.1742	52.102	36.8545	-2.0459	1012.79	80.6802	58.2648	45.2141	168.807
Lineal													
A	-0.0085349	-0.0084036	0.00026865	-0.0003758		-0.0002713	-0.0014431	0.00135008	-0.781341	-0.0727145	-0.0421515	-0.0213308	0.00067829
B		0.0270729			0.229273	-0.0080033	-0.286387	0.115993	0.181704				0.147719
C			0.00328208	-0.0045195		0.436958	-0.136474	0.45341	-0.0063792			0.0630723	
Cuadr													
A²	0.00000128	0.00000122	-3.90032E-8	5.45156E-8		-4.74077E-7			0.00006710	0.00001226	0.00000665	0.00000192	-0.0000042
B²					-0.0009708	0.00062814	0.00134845		-0.044573				-0.0092325
C²									-0.804433			-0.0515998	
Interac													
AB						0.00004340			0.00411948				
AC												0.00050159	
BC						-0.0055188		-0.0043045	0.201906				
R²_{ajust}	65.9293	66.6102	77.9837	78.035	54.3059	82.7377	80.561	74.0202	69.7961	21.5117	43.5951	84.0725	52.7852

Donde las letras A, B y C hacen referencia a la humedad de entrada del puré en el liofilizador ($\text{g}_{\text{agua}}/100\text{g}_{\text{solutos pomelo}}$), la concentración de goma arábica ($\text{g}/100\text{g}_{\text{solutos pomelo}}$) y la concentración de fibra de bambú ($\text{g}/100\text{g}_{\text{solutos pomelo}}$), respectivamente. **Xw** es la humedad del producto liofilizado ($\text{g}_{\text{agua}}/100\text{g}_{\text{solutos pomelo}}$), **Hg** es la higroscopicidad ($\text{g}/100\text{g}_{\text{sólidos pomelo}}$), **ε** es la porosidad (volumen aire/ volumen total), **ρ_a** es la densidad aparente (g/cm^3), **L*** es la luminosidad, **h*_{ab}** es el tono, **C*_{ab}** es el croma, **ΔE** es la diferencia de color respecto a la muestra sin solutos, **Fen** es el contenido en fenoles totales ($\text{mg}_{\text{ácido gálico equivalente}}/100\text{g}_{\text{solutos pomelo}}$), **Flav** es el contenido en flavonoides totales ($\text{mg}_{\text{equivalentes rutina}}/100\text{g}_{\text{solutos pomelo}}$), **Car** es el contenido en carotenoides totales ($\text{mg}_{\beta\text{-caroteno}}/100\text{g}_{\text{solutos pomelo}}$), **VitC** es el contenido en vitamina C ($\text{mg}_{\text{vitamina C}}/100\text{g}_{\text{solutos pomelo}}$), **AOA** es la actividad antioxidante ($\text{mmol}_{\text{trolox equivalente}}/100\text{g}_{\text{solutos pomelo}}$).

3.1. Optimización de respuesta múltiple

Los productos de pomelo en polvo con la mejor calidad deben ser aquellos que presenten baja humedad, baja higroscopicidad, baja densidad aparente y, por lo tanto, alta porosidad, lo que comporta un polvo más suelto, poca diferencia de color con respecto al pomelo liofilizado sin solutos añadidos y sin deshidratar, lo que supone los valores más bajos de luminosidad y ángulo de tono y los más altos de croma de entre los obtenidos, así como valores máximos de los compuestos funcionales y de la actividad antioxidante. Tras realizar una optimización de respuesta múltiple, respetando las características anteriores, los valores de las variables independientes adecuados para obtener pomelo liofilizado en polvo "óptimo", es decir con la máxima calidad teniendo en cuenta las propiedades consideradas en este estudio, deben ser 14,738 g goma arábica/100g solutos de pomelo, 4,271 g fibra de bambú/100g solutos de pomelo y 633,383 g agua/100g solutos de pomelo. Estos valores, expresados en las unidades originales descritas en el diseño experimental, serían 1,273 g de goma arábica/100 g puré fresco, 0,862 g fibra de bambú/100 g puré fresco y 74,15 g agua/100 g puré con solutos. Con estas condiciones óptimas obtendremos un polvo con unos valores de humedad de producto liofilizado de 6,78 g agua/100g solutos de pomelo, una higroscopicidad de 6,16 g/100g solutos de pomelo, una porosidad de 0,68 volumen aire/volumen total, una densidad de 0,45 g/cm³, una luminosidad de 71,34, un tono de 53,68, un croma de 31,43, una diferencia de color de 2,18, un contenido de fenoles totales de 574,92 mg de GAE/100g solutos de pomelo, un contenido en flavonoides totales de 39,60 mg RE/100g solutos de pomelo, un contenido en carotenoides totales de 34,27 mg β -caroteno/100g solutos de pomelo, un contenido en vitamina C de 33,17 mg vitC/100g solutos de pomelo y una actividad antioxidante de 167,71 mmol trolox eq/100g solutos de pomelo.

4. Conclusión

La metodología de superficie de respuesta y optimización múltiple utilizada en este estudio permite simplificar la interpretación de resultados para apuntar hacia la mejor formulación del puré de pomelo para la obtención del polvo de mayor calidad. Ésta consistiría en realizar una predeshidratación parcial del puré de fruta y añadir una mínima cantidad de solutos. En este sentido, una humedad en el producto que se va a liofilizar inferior al 75% y cantidades de goma arábica y fibra de bambú añadidas a la pulpa de pomelo próximas al 1% proporcionarían el mejor producto en polvo. En general lo que se observa es que cuanto menor es la humedad de entrada del producto al liofilizador, menor es la pérdida de los compuestos funcionales y menores son los cambios de color.

AGRADECIMIENTOS

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

BIBLIOGRAFIA

- Barbosa-Cánovas, G.; Ortega-Rivas, E.; Juliano, P.; Yan, H. 2005. Food powders: physical properties, processing and functionality. Kluwer Academic/Plenum Publisher New York.
- Beniller, J.N.; Whistler, R.L. 1996. Carbohydrates. In: Fennema, O.R. (ed.), *Food Chemistry*. Third ed. Marcel Dekker, New York.
- Benlloch-Tinoco, M.; Varela, P.; Salvador, A.; Martínez-Navarrete, N. 2012. Effects of Microwave Heating on Sensory Characteristics of Kiwifruit Puree. *Food Bioprocess Technol*, **5**:3021-3031.
- Berk, Z. 2009. Freeze Drying (lyophilization) and Freeze Concentration. *Food Process Engineering and Technology*. Elsevier Inc. 511-523
- Cai Y.Z.; Corke H. 2000. Production and properties of spray-dried Amaranthus Betacyanin pigments. *Journal of Food Science*, **65(7)**:1248-1252.
- Dagang, L.; Jianwei, S.; Debbie P.A.; Peter, R.C.; Yan, H. 2012. Bamboo fiber and its reinforced composites: structure and properties. *Cellulose* **19(5)**:1449-1480.
- Dauchet, L.; Amouyel, P.; Hercberg, S.; Dallongeville, J. 2006. Fruit and vegetable consumption and risk of coronary heart disease: A meta-analysis of cohort studies. *The Journal of Nutrition*, **136(10)**: 2588-2593.
- Donsi, G.; Ferrari, G.; Matteo, D.I. 2001. Utilization of combined processes in freeze-drying of shrimps. *Food and bioproducts processing*, **79(3)**: 152-159.
- Drewnowski, A.; Henderson, S.A.; Shore, A.B. 1997. Taste responses to naringin, a flavonoid, and the acceptance of grapefruit juice are related to genetic sensitivity to 6-n-propylthiouracil¹⁻³. *The American Society for Clinical Nutrition*. **66(2)**: 391-397.
- Eun-Jin, P.; Deok-Young, J. 2009. Effects of bamboo shoot consumption on lipid profiles and bowel function in healthy young women. *Nutrition*, **25(7)**:723-728.
- Fahloul, D.; Lahbari, M.; Benmoussa, H.; Mezdour, S. 2009. Effect of osmotic dehydration on the freeze drying kinetics of apricots. *Journal of Food Agriculture and Environment*, **7(2)**:117-121.
- Fazaeli, M.; Emam-Djomeh, Z.; Kalbasi, A. A.; Omid, M. 2012. Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. *Food and bioproducts processing*, **90(4)**:667-675.
- Gabas, A.L.; Telis, V.R.N.; Sobral, P.J.A.; Telis-Romero, J. 2007. Effect of maltodextrin and arabic gum in water vapor sorption thermodynamic properties of vacuum dried pineapple pulp powder. *Journal of Food Engineering*, **82**: 246-252.
- Ghio, S.; Barresi, A.A.; Rovero, G. 2000. A Comparison of Evaporative and Conventional freezing prior to freeze-drying of fruits and vegetables. *Trans IChemE*, **78(C)**:187-192.
- Ghosal, S.; Indira, T.N.; Bhattacharya, S. 2010. Agglomeration of a model food powder: Effect of maltodextrin and gum arabic dispersions on flow behavior and compacted mass. *Journal of Food Engineering*, **96**: 222-228.
- Igual, M.; Contreras, C.; Martínez-Navarrete, N. 2010a. Non-conventional techniques to obtain grapefruit jam. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, **11**:335-341.
- Igual, M.; García-Martínez, E.; Camacho, M. M.; Martínez-Navarrete, N. 2010b. Effect of thermal treatment and storage on the stability of organic acids and the functional value of grapefruit juice. *Food Chemistry*. **118**: 291-299.
- Igual, M.; García-Martínez, E.; Martín-Esparza, M.E.; Martínez-Navarrete, N. 2012. Effect of processing on the drying kinetics and functional value of dried apricot. *Food Research International*, **47**:284-290.
- Infoagro. El cultivo del pomelo. Dirección URL: <http://www.infoagro.com/citricos/pomelo.htm> [Consulta: 18/02/2014].
- Jaya, S.; Das, H. 2004. Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powder properties. *Journal of Food Engineering*, **63(2)**:125-134.

- John, J.H.; Ziebland, S.; Yudkin, P.; Roe, L.S.; Neil, H.A.W. 2002. Effects of fruit and vegetable consumption on plasma antioxidant concentrations and blood pressure: A randomised controlled trial. *The Lancet*, **359**:1969–1974.
- Kasper, J.C.; Friess, W. 2011. The freezing step in lyophilization: Physico-chemical fundamentals, freezing methods and consequences on process performance and quality attributes of biopharmaceuticals. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutic*, **78(2)**: 248-263.
- Kimball, D. A., 1999. Procesado de cítricos. Ed. Acribia, S.A., Zaragoza, España.
- Liu, S.; Manson, J.E.; Lee, I.-M.; Cole, S.R.; Hennekens, C.H.; Willet, W.C.; Buring, J.E. 2000. Fruit and vegetable intake and risk of cardiovascular disease: The Women's Health Study. *The American Journal of Clinical Nutrition*, **72**:922-928.
- López, O. D.; Muñoz, A.; Carmona, R.; Torres, L., González, M. L. 2006. Influencia del uso de aditivos sobre el rendimiento del proceso de secado por aspersión de extracto acuoso de *Calendula officinalis* L. *Revista Cubana de Plantas Medicinales*, **11(1)**:1-8.
- Martínez-Navarrete, N.; Camacho Vidal, M.M.; Martínez Lahuerta, J.J. 2008. Los compuestos bioactivos de las frutas y sus efectos en la salud. *Actividad Dietética*, **12(2)**:64-68.
- Menlik, T.; Ozdemir, M.B.; Kirmaci, V. 2010. Determination of freeze-drying behaviors of apples by artificial neural network. *Expert Systems with Applications*, **37**: 7669–7677.
- Mimouni, A.; Deeth, H. C.; Whittaker, A. K.; Gidley, M. J.; Bhandari, B. R. 2009. Rehydration process of milk protein concentrate powder monitored by static light scattering. *Food Hydrocolloids*, **23(7)**:1958-1965.
- Moraga, G.; Igual, M.; García-Martínez, E.; Mosquera, L.H.; Martínez-Navarrete, N. 2012. Effect of relative humidity and storage time on the bioactive compounds and functional properties of grapefruit powder. *Journal of Food Engineering*, **112(3)**:191-199.
- Moraga, M.J.; Moraga, G.; Fito, P.J.; Martínez-Navarrete, N. 2009. Effect of vacuum impregnation with calcium lactate on the osmotic dehydration kinetics and quality of osmodehydrated grapefruit. *Journal of food Engineering*, **90**:372-379.
- Mosquera, L.H. 2010. Influencia de la humedad y de la adición de solutos (maltodextrina o goma arábiga) en las propiedades fisicoquímicas de borojó y fresa en polvo. Tesis Doctoral. Universidad Politécnica de Valencia.
- Olives Barba, A. I.; Cámara Hurtado, M.; Sánchez Mata, M. C.; Fernández Ruiz, V.; López Sáenz de Tejada, M. 2006. Application of a UV–vis detection-HPLC method for a rapid determination of lycopene and β -carotene in vegetables. *Food Chemistry*, **95(2)**:328-336.
- Orrego-Alzate, C.E.; Pmplona-López, F.D.; Perez, V.H. 2009. Low pressure water diffusivity measurements of freeze-dried tomato tree (*Cyphomandra betacea*(Cav)Send) juice. *International Review of Chemical Engineering*, **1(5)**:453-459.
- Righetto, A. M.; Netto, F. M. 2005. Effect of encapsulating materials on water sorption, glass transition and stability of juice from immature acerola. *International Journal of Food Properties*, **8(2)**:337-346.
- Robles-Agudo, F.; Sanz-Segovia, F.; López-Arrieta, J.M.; Beltrán de la Ascensión, M. 2005. Alimentación y cáncer. *Revista Española de Geriátria y Gerontología*, **40(3)**:184-194.
- Roos, Y. 1995. Characterization of food polymers using state diagrams. *Journal of Food Engineering*, **24(3)**:339-360.
- Sánchez-Moreno, C.; Plaza, L.; De Ancos, B.; Cano, M. P. 2003. Quantitative bioactive compounds assessment and their relative contribution to the antioxidant capacity of commercial orange juices. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, **83(5)**:430-439.
- Santos, P.H.S.; Silva, M.A. 2008. Retention of vitamin C in drying processes of fruits and vegetables – a review. *Drying Technology*, **26**:1421-1437.
- Santosh, S.; Lalit, M.B.; Poonam, S.; Naik, S.N. 2010. Bamboo shot processing: food quality and safety aspect (a review). *Food Science and Technology*, **21**:181-189.
- Singthong, J.; Ningsanond, S.; Cui, S.W. 2009. Extraction and physicochemical characterisation of polysaccharide gum from Yanang (*Tiliacora triandra*) leaves. *Food Chemistry*, **114(4)**: 1301-1307.
- Telis, V. R. N.; Martínez-Navarrete, N. 2009. Collapse and color changes in grapefruit juice powder as affected by water activity, glass transition, and addition of carbohydrate polymers. *Food Biophysics*, **4**:83-93.

- 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.
- Vega-Gálvez, A.; Miranda, M.; Bilbao-Sáinz, C.; Uribe, E.; Lemus-Mondaca, R. 2008. Empirical modeling of drying process for apple (cv. *Granny Smith*) slices at different air temperatures. *Journal of Food Processing and Preservation*, **32**:972-986.
- Xu, G.; Liu, D.; Chen, J.; Ye, X.; Ma, Y.; Shi, J. 2008. Juice components and antioxidant capacity of citrus varieties cultivated in China. *Food Chemistry*, **106**:545-551.