

# VALOR FUNCIONAL DE UN ZUMO OBTENIDO A PARTIR DE POMELO EN POLVO.

Ruiz, E.; Agudelo<sup>1</sup>, C.; Camacho<sup>1</sup>, M.M.; Martínez-Navarrete<sup>1</sup>, N.

## RESUMEN

Se ha estudiado la calidad funcional de un zumo preparado por rehidratación de pomelo en polvo, obtenido empleando los métodos de liofilización y atomización, en el contenido en compuestos bioactivos, siguiendo seis formulaciones (tres para liofilizado y tres para atomizado) que emplean goma arábica y fibra de bambú en diferentes concentraciones. Se han comparado los productos obtenidos por ambas técnicas de secado, determinando de ésta manera la idoneidad de su uso y/o el método óptimo. También se han comparado los productos rehidratados con dos zumos comerciales que se encuentran disponibles en el mercado local. En todos los casos se ha estudiado el contenido en vitamina C, fenoles totales y carotenoides totales, además de la actividad antioxidante. Para el procesado de los datos obtenidos se ha utilizado la metodología del análisis de la varianza (ANOVA). Los productos rehidratados a partir de polvo liofilizado se pueden considerar de mayor calidad que los atomizados y se pueden ofrecer al mercado, teniendo en cuenta que las formulaciones pueden ajustarse para hacerlos más competitivos. Los resultados pueden servir de guía para la producción industrial de polvos de alta calidad para la obtención de zumos ricos en compuestos bioactivos.

**Palabras clave:** zumo, liofilización, atomización, pomelo en polvo, rehidratación, fenoles totales, carotenoides totales, vitamina C, actividad antioxidante.

## RESUM

S'ha estudiat la qualitat funcional de un suc preparat partint de la rehidratació de pomelo en pols, obtingut emprant els mètodes de liofilització i atomització, en el contingut de compostos bioactius, seguint sis formulacions (tres per a liofilitzat i tres per a atomitzat) que empren goma aràbiga i fibra de bambú en diferents concentracions. Es varen comparar ambdós tècniques d'assecat determinant d'esta manera la idoneïtat del seu ús y/o el mètode òptim. També es varen comparar amb dos sucs comercials que es troben disponibles en el mercat local per a valorar la qualitat del producte rehidratat. En tots els casos s'analitzaren l vitamina C, els fenols totals, els carotenoids totals i la activitat

---

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

antioxidant. Per al processat de les dades obtinguts s'ha utilitzat la metodologia de l'anàlisi de la varianza (ANOVA). Els productes rehidratats a partir de pols liofilitzats es poden considerar de major qualitat que els atomitzats i es poden oferir al mercat, tenint en compte que les formulacions poden ajustar-se per a fer-los més competitius. Els resultats poden servir de guia per a la producció industrial de pols d'alta qualitat per a l'obtenció de succhs rics en compostos bioactius.

**Paraules clau:** suc, liofilització, atomització, pomelo en pols, rehidratació, fenols totals, carotenoids totals, vitamina C, activitat antioxidant.

## **ABSTRACT**

In this study the functional quality of a juice prepared from rehydrated grapefruit powder, obtained by freeze-drying and spray-drying, on the content of bioactive compounds, following six formulations (three for freeze-drying and three for spray-drying), employing gum arabic and bamboo fiber in different concentrations. A comparison between the two drying techniques was established, determining the suitability for its use and/or the optimal method. Also, a comparison with two commercial juices available in the local market was made. Data were processed using the methodology of analysis of variance (ANOVA). The rehydrated products obtained from freeze-dried powder can be considered of higher quality than the spray-dried ones and can be offered to the market, considering that the formulations can be adjusted to make them more competitive. The results can serve as a guide for the industrial production of high quality powders for the production of juices rich in bioactive compounds.

**Key words:** juice, freeze-drying, spray-drying, grapefruit powder, rehydration, total phenols, total carotenoids, vitamin C, antioxidant activity.

## **1. INTRODUCCIÓN**

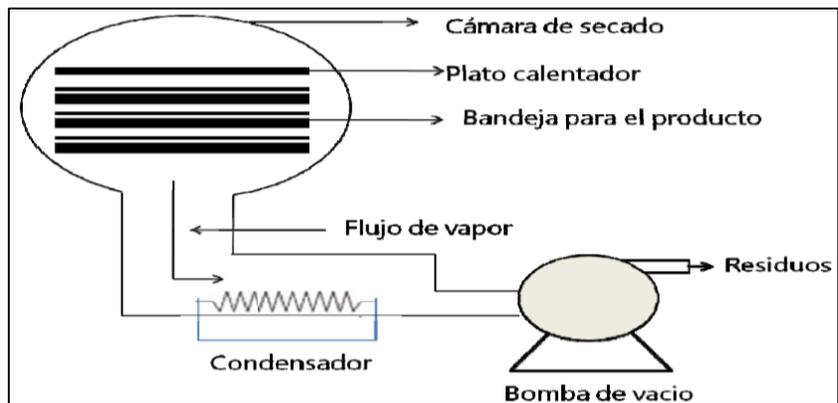
Las frutas son elementos básicos en la alimentación familiar. La OMS recomienda un consumo de 400 g/cápita/día y hay numerosos estudios que muestran el enorme impacto potencial del aumento de la ingesta de frutas como medida de reducción de la incidencia de numerosas enfermedades no transmisibles que provocan aproximadamente 2.8 millones de muertes cada año. Se atribuye que el bajo consumo de frutas se encuentra entre los 10 principales factores de riesgo asociados a enfermedades crónicas no transmisibles, estimándose que en el mundo se podrían salvar 2.7 millones de vidas al año con un consumo suficiente de estos alimentos (FAO, 2011).

Las frutas son fuentes alimentarias de vitaminas y minerales. Estos micronutrientes son elementos químicos esenciales que el organismo necesita

en pequeñas cantidades para su funcionamiento normal. Además se han identificado otros compuestos bioactivos, también relacionados con el buen funcionamiento del organismo, tales como la fibra y los fitoquímicos, entre los que se encuentran los fenoles y carotenoides, entre otros (Igual, 2011; Peterson et al, 2006a; Peterson et al, 2006b). El pomelo destaca porque es rico en estos compuestos, además de ser un cítrico con alta carga de **vitamina C** que fortalece el sistema inmunológico y favorece la absorción de hierro (Xu et al, 2008). Es una buena fuente de **carotenoides**, precursores de la vitamina A, que se consideran especies importantes con efecto beneficioso sobre la salud humana por la disminución de la incidencia de cánceres y enfermedades de los ojos (Jomova & Valko, 2013). Contiene compuestos **fenólicos**, que fortalecen el sistema inmunológico, previniendo el riesgo de padecer algunos tipos de cáncer (Peterson et al, 2006a; Peterson et al, 2006b; Xu et al, 2008). Todos estos compuestos hacen del pomelo una excelente fuente de los mencionados compuestos, todos ellos con **capacidad antioxidante**, que son de creciente interés para los científicos de alimentos, los profesionales de la salud y el público en general, debido a su papel protector en los propios alimentos contra el deterioro oxidativo y en el cuerpo humano contra el estrés oxidativo responsable de procesos patológicos (Shahidi et al, 2015).

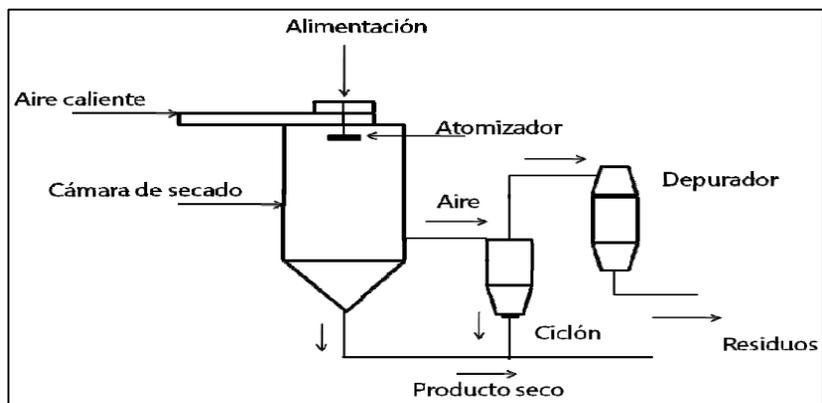
Disponer de fruta en polvo podría resultar beneficioso para su uso, bien deshidratada para ser incorporada en la formulación de diferentes alimentos, o bien previamente rehidratada a modo de zumo, con las ventajas de estabilidad y de logística que supone el almacenamiento de la fruta en polvo. Esta puede ser una propuesta interesante para hacer más atractivo al pomelo y conseguir aumentar su ingesta, además de alargar la vida útil del producto y aumentar su disponibilidad durante todo el año. Para nuestro estudio se ha utilizado una de las dos variedades de pomelo más comercializadas en Europa, **Star ruby** (Asociación Interprofesional de Limón y Pomelo, 1998). El fruto es de tamaño medio y con un contenido en zumo superior al resto de variedades. La piel es más bien delgada, de un color que oscila entre el amarillo tostado y el rojo. Por otro lado, también es importante encontrar el método de secado ideal, que mantenga considerablemente los componentes bioactivos respecto a la fruta fresca. Por ello, en este trabajo, se han empleado dos métodos de secado que se caracterizan por producir alimentos de alta calidad: la liofilización y la atomización.

El secado por liofilización es un proceso que requiere la congelación previa del triturado de pomelo y donde el agua se separa de la matriz por sublimación, a baja presión. Ésta técnica es un método atractivo para ampliar la vida útil de un gran número de productos (Barbosa-Canovas, Ortega-Rivas, Juliano, & Yan, 2005). Estudios realizados indican que la liofilización es buena para retener compuestos fenólicos y antioxidantes (Yujing Sun, 2015). En la figura 1 se representa un esquema de la técnica de liofilización.



**FIGURA 1.** Esquema del sistema de liofilización

El secado por atomización es también una técnica de eliminación de agua que permite la obtención de productos de muy alta calidad. En este caso, se requiere partir de alimentos líquidos que se atomizan en presencia de aire a alta temperatura, lo que permite una evaporación muy eficiente del agua del producto en un tiempo muy corto. En este sentido, su efecto en los volátiles responsables del aroma, flavor, color y en los compuestos que confieren su valor nutritivo es mínimo. A pesar de que las temperaturas son altas en comparación con el método de liofilización, el tiempo de proceso es muy corto lo que la convierte en una técnica rentable. Se aplica en diversos productos como químicos, fármacos, fragancias y pesticidas (Mosquera, Martínez, & Moraga, 2010). En la figura 2 se muestra el esquema del proceso de atomización.



**FIGURA 2.** Representación del sistema de atomización

Por otra parte, se ha comprobado el efecto estabilizador de la adición de solutos de alto peso molecular, los cuales contribuyen a disminuir la higroscopicidad y a reducir la pegajosidad de los productos de fruta en polvo,

muy importante además durante el propio proceso de atomización. Estos solutos también tienen función encapsulante frente a los compuestos bioactivos y a su estabilidad en el tiempo (Mosquera et al, 2009 y 2011).

Si evaluamos a grandes rasgos, el método de liofilización podría ser la opción ideal pero su principal desventaja a nivel de industrialización es el alto coste que supone, tanto de tiempo como energético (Kasper, 2011; Menlik et al., 2010). Algunos estudios han considerado que la aplicación de pretratamientos, como las microondas, para eliminar parte del agua que contiene el alimento, se muestra como una opción para disminuir los costes (Benlloch-Tinoco et al., 2012; Donsi et al., 2001; Fahloul et al., 2009). Aún a pesar de ello, el método de atomización se presenta como una opción diferente y más competitiva a nivel industrial pero sus rendimientos de producción en el caso de productos de fruta, son muy bajos en comparación con los productos liofilizados. Por ello, sería interesante la comparación entre ambos métodos para valorar sus diferencias en cuanto a su capacidad para mantener los compuestos bioactivos de la fruta y así determinar el método óptimo desde este punto de vista.

En este trabajo, se ha comparado el valor funcional de un zumo obtenido a partir de pomelo liofilizado y atomizado, con adición de solutos, con el del zumo de la fruta fresca y con el de dos productos comerciales.

## **2. MATERIALES Y MÉTODOS**

### **2.1. MATERIAS PRIMAS**

El pomelo (Citrus paradise var. Star Ruby) utilizado para nuestro estudio fue adquirido en un supermercado de Valencia. La fruta fue lavada, pelada y cortada para su posterior preparación en función del método de secado utilizado.

Para la preparación de las formulaciones, se utilizaron dos solutos: goma arábiga (GA) (Scharlau, España) y fibra de bambú (FB) (Vitacel, Alemania).

Además se estudiaron dos marcas diferentes de productos de pomelo tipo zumo, adquiridas en un supermercado local de la ciudad de Valencia: C1 y C2. La información composicional de cada uno de ellos, según sus etiquetas, es la siguiente: C1 es zumo de pomelo exprimido con 2% de pulpa y C2 es un néctar de pomelo rosa con un contenido de fruta mínimo de 55% elaborado a base de concentrado (52%), agua, azúcar, pulpa de pomelo rosa (3%) y vitamina C.

## 2.2. SECADO

### 2.2.1. LIOFILIZACIÓN: PREPARACIÓN DE LA MUESTRA Y CONDICIONES DEL PROCESO

Para la obtención del triturado de pomelo, la fruta previamente lavada, pelada y cortada se trituró en un robot de cocina (Thermomix TM 21, Vorwerk, Spain) durante 40 segundos a velocidad máxima. El triturado obtenido se caracterizó en cuanto al contenido en agua ( $X_w$ ), °Brix, contenido en compuestos bioactivos (fenoles totales, carotenoides totales, vitamina C) y actividad antioxidante (apartado 2.4). Luego, se procedió a incorporar la cantidad de solutos correspondientes a cada una de las formulaciones (Tabla 1). Estas formulaciones fueron elegidas, según un estudio pre-experimental, en función de sus características funcionales y/o sensoriales (Agudelo et al., 2014). Para homogeneizar el triturado de pomelo con los solutos se utilizó un agitador magnético (MBG-05E OVAN, EU) a 750 rpm. Una vez incorporados los solutos, las formulaciones 1 y 2 recibieron un pretratamiento de secado parcial por microondas (Moulinex 5141 AFW2, Spain), a 2 W/g, hasta llegar a las humedades indicadas en la Tabla 1. La formulación 3 fue hidratada (agregando agua destilada) hasta llegar a la humedad indicada también en la tabla 1. El control de la humedad durante el pre-secado se hizo a partir de los °Brix iniciales de la muestra con los solutos y de la pérdida de peso durante el tratamiento con microondas. A las muestras formuladas se les analizaron los mismos compuestos que al pomelo triturado.

Posteriormente, las muestras se dispusieron en bandejas formando una capa de 0,5 cm de espesor y se congelaron a  $-40^{\circ}\text{C}$  (Liebherr LGT 2325, Alemania) hasta proceder a su liofilización. Para la liofilización se utilizó un liofilizador Telstar LYOQUEST -55, a  $10^{-2}$  mbar y  $-55^{\circ}\text{C}$  durante 24 h. Las bandejas con producto liofilizado se retiraron del liofilizador, se les controló el peso y se llevaron a una cámara con humedad relativa controlada (45 %) en donde se molieron hasta obtener un polvo homogéneo que se tamizó en un tamiz de 0.8 mm y se recogió en bolsas que posteriormente fueron selladas a vacío. Finalmente se almacenaron en un desecador con silicagel hasta su análisis.

**TABLA 1: Detalle de las tres formulaciones del pomelo triturado para la obtención de polvo liofilizado**

MÉTODO DE SECADO	MUESTRAS								
	Formulación 1			Formulación 2			Formulación 3		
	GA <sup>1</sup>	FB <sup>2</sup>	X <sub>w</sub> <sup>3</sup>	GA <sup>1</sup>	FB <sup>2</sup>	X <sub>w</sub> <sup>3</sup>	GA <sup>1</sup>	FB <sup>2</sup>	X <sub>w</sub> <sup>3</sup>
LIOFILIZACIÓN	3.78	0.467	71.32	2.582	0.315	80.16	0.7321	0	94.354

<sup>1</sup> g de goma arábica/100 g pomelo triturado; <sup>2</sup> g de fibra de bambú/100 g pomelo triturado; <sup>3</sup> g agua/100g de pomelo triturado con solutos añadidos.

## 2.2.2. ATOMIZACIÓN: PREPARACIÓN DE LA MUESTRA Y CONDICIONES DEL PROCESO

La fruta previamente lavada, pelada y cortada, se licuó en un robot de cocina (DELONGHI, Italia). El pomelo licuado obtenido se caracterizó en cuanto a  $X_w$ , °Brix, contenido en compuestos bioactivos (fenoles totales, carotenoides totales, vitamina C) y actividad antioxidante (apartado 2.4). Según investigaciones previas, a las muestras de licuado de pomelo se les añadió agua destilada con fines tecnológicos, para facilitar la atomización (proporción 1:1) (Mosquera et al., 2011). Previamente, los solutos fueron disueltos en el agua destilada, en cantidades de acuerdo a tres formulaciones indicadas en la tabla 2, elegidas a partir de estudios previos no publicados todavía, por su capacidad para conservar el valor funcional y/o sensorial del producto. Para homogeneizar el licuado de pomelo con los solutos disueltos en agua destilada, se utilizó un agitador magnético (MBG-05E OVAN, EU) a 750 rpm. Posteriormente, las muestras se guardaron en bolsas zip dentro de un congelador a -20°C hasta su atomización. A las muestras formuladas se les analizaron los mismos compuestos que al pomelo licuado.

Para la obtención del producto en polvo se utilizó un atomizador Büchi (B-290, Reino Unido). Se fijaron los parámetros según experiencias previas, con flujo de aspiración del aire de 90% y flujo de alimentación de la bomba peristáltica de 9 mL/min (Igual et al., 2014). Tras la atomización de las distintas muestras, el polvo resultante fue recogido, pesado, vertido en tubos de plástico y envasado al vacío (envasadora Tecnotrip EVO86154, España). Luego se almacenó en un desecador con silicagel hasta su análisis.

**TABLA 2: Detalle de las formulaciones del licuado de pomelo para la obtención de polvo atomizado**

MÉTODO DE SECADO	MUESTRAS								
	Formulación 1			Formulación 2			Formulación 3		
	GA <sup>1</sup>	FB <sup>2</sup>	T <sup>3</sup>	GA <sup>1</sup>	FB <sup>2</sup>	T <sup>3</sup>	GA <sup>1</sup>	FB <sup>2</sup>	T <sup>3</sup>
<b>ATOMIZACIÓN</b>	11.67	2.68	125.5	4.6	0	148.77	3.98	0	188.0

<sup>1</sup> g de goma arábica/100 g pomelo licuado; <sup>2</sup> g de fibra de bambú/100 g pomelo licuado; <sup>3</sup> Temperatura de entrada al atomizador en °C.

## 2.3. REHIDRATACIÓN DE LOS PRODUCTOS EN POLVO

La rehidratación de los productos en polvo liofilizados y atomizados se llevó a cabo en vasos de vidrio con doble camisa de dimensiones estandarizadas

(4,2 cm de diámetro y 6 cm de alto), termostatados a 10°C (Refrigerated Circulator 9101, PolyScience) y en agitación continua a 750 rpm hasta su completa disolución. A las muestras en polvo se les añadió agua destilada hasta obtener 45 g de un producto con la misma humedad que la del triturado/licuado con solutos añadidos, antes de deshidratar/atomizar. Para calcular la cantidad de agua a añadir en cada caso se emplearon los correspondientes balances de materia (ecuaciones 1 y 2).

$$M_R = M_P + M_W \quad (1)$$

$$M_R \cdot X_R = M_P \cdot X_P + M_W \cdot X_W \quad (2)$$

Siendo:  $M_R$ =Masa final del producto rehidratado=45 g (g);  $M_W$ = Masa de agua (g);  $M_P$  = Masa de producto en polvo (g);  $X_R$ = Humedad inicial del pomelo triturado/licuado con solutos añadidos antes de liofilizar/atomizar (g agua/100g);  $X_W=1$ ;  $X_P$ = Humedad del producto en polvo (g agua/100g).

A las muestras rehidratadas se analizaron los mismos compuestos que a las muestras trituradas o licuadas.

## **2.4. ANÁLISIS**

Los análisis del pomelo fresco (triturado/licuado), de las diferentes formulaciones antes de liofilizar/atomizar, así como de los productos rehidratados y de los zumos comerciales fueron realizados por triplicado. A continuación se describe la metodología utilizada.

### **2.4.1. Contenido en agua**

Para determinar  $X_w$  se utilizó el método gravimétrico tras colocar las muestras en una estufa a vacío (Vaciotem, J.P. Selecta) a  $60 \pm 1$  °C a una presión de <100 mm Hg hasta peso constante (AOAC, 1990). Este método consiste en la determinación de la pérdida de peso de la muestra, que se corresponde con el agua presente.

### **2.4.2. Determinación de vitamina C y ácido ascórbico**

Para el análisis de la vitamina C (ácido dehidroascórbico (DHAA) más ácido ascórbico (AA)) se procedió a la reducción del DHAA a AA usando el DL-ditriotreitol (Sigma-Aldrich), de acuerdo con Sánchez-Moreno et al. (2003). Para la determinación del ácido ascórbico (AA) se siguió la metodología descrita por Xu et al. (2008). Se realizó por Cromatografía Líquida de Alta Resolución

(HPLC). Se empleó 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 650 nm. El equipo cuenta con un desgasificador incorporado y un inyector automático. Se empleó una columna Zorbax SB-C18 de 5  $\mu\text{m}$  (4,6 x 25 mm), junto con una precolumna (C18 Teknokroma). Para la extracción y determinación se siguió el método descrito por los autores de Cen et al. (2007). Para cuantificar al ácido, se construyó la correspondiente curva patrón (Panreac, España).

### 2.4.3. Determinación de carotenoides y fenoles totales

La determinación de los carotenoides y fenoles totales se realizó por espectrofotometría. La medida de absorbancia se realizó a 446nm y 765nm, respectivamente, utilizando un espectrofotómetro V-1200 (VWR International Europe bvba, Bélgica). Para la extracción de los carotenoides totales se siguió la metodología descrita por Olives Barba et al. (2006). Los resultados se expresaron referidos a  $\beta$ -caroteno a partir de la recta patrón correspondiente. La determinación de los fenoles totales se llevó a cabo utilizando el ensayo Folin-Ciocalteu según Benzie y Strain (1999). Para la extracción de los fenoles totales se siguió la metodología descrita por Tomás-Barberán et al. (2001). Los resultados se expresaron referidos a ácido gálico, a partir de la recta patrón construida.

### 2.4.4. Determinación de la actividad antioxidante

El potencial antioxidante total de las muestras se evaluó empleando el método del DPPH, basado en la capacidad de las sustancias antioxidantes para captar radicales libres. Este ensayo es recomendado por distintos autores (Sánchez-Moreno et al., 2003). De forma resumida, el método consiste en obtener un extracto metanólico de las muestras a las que se añade el DPPH y se mide la absorbancia a 515 nm (espectrofotómetro V-1200, VWR International Europe bvba, Bélgica) (Igual et al., 2010). Los resultados se expresaron en % DPPH según la ecuación (3):

$$\%DPPH = \frac{A_{control} - A_{muestra}}{A_{control}} \cdot 100 \quad (3)$$

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.

Los resultados fueron referidos a trolox equivalente (TE), empleando una recta de calibrado en el intervalo de 0.1- 0.5 g/L TE.

## **2.5. ANÁLISIS ESTADÍSTICO**

Se consideraron como variables independientes, el método de secado (liofilizado, atomizado) y la formulación (1, 2 y 3) y como variables respuesta, los compuestos bioactivos: contenido en fenoles totales (FT), en carotenoides totales (CT) y en vitamina C (Vit C), además de la actividad antioxidante (AOA).

Se analizaron las diferencias obtenidas al comparar el producto liofilizado/atomizado rehidratado a 10°C con el producto fresco triturado/licuado, antes y después de formular y con los productos comerciales.

Todas las muestras se prepararon y analizaron por triplicado y los resultados se presentan como media  $\pm$  desviación estándar. Los datos obtenidos en el estudio, fueron procesados empleando un análisis de la varianza (ANOVA) de un sólo factor.

## **3. RESULTADOS**

### **3.1. CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA**

La Tabla 3 muestra la concentración promedio de sólidos solubles (°Brix), de humedad y de los compuestos bioactivos: fenoles totales (FT), carotenoides totales (CT) y vitamina C (Vit C), además de la actividad antioxidante (AOA), analizada en el fruto de pomelo licuado (LC), triturado (TR) y en los productos comerciales analizados: C1 y C2. Se observa que estos 4 productos son comparables en composición, siendo el C2, en general, el más diferente. Así, es el que tiene menor contenido ( $p < 0.05$ ) en FT, CT y Vit C.

El contenido en sólidos solubles y agua es similar en todos los productos. Aunque el ANOVA realizado muestra diferencias significativas en estos parámetros, esto es debido a la gran reproducibilidad de las medidas. Al comparar el producto triturado con el licuado, se observa que en el primero el contenido en FT y CT es mayor, aunque con la AOA ocurre lo contrario. El producto C1 mostró un contenido en FT intermedio entre TR y LC y algo inferior de CT, aunque la AOA fue mayor.

La vitamina C fue la misma en los 3 casos. El contenido en vitamina C del pomelo es intermedio entre los encontrados para otras frutas como frambuesa (*Rubus idaeus*), zarzamora (*Rubus fruticosus*), grosella (*Ribes sativum*), grosella espinosa (*Ribes glossularia*) y cereza cornalina (*Cornus mas*), en las que el contenido de ácido ascórbico varió de 14 hasta 103 mg/ 100 g peso fresco (Pantelidis et al., 2007).

**TABLA 3.** Valores medios y desviación estándar de los compuestos analizados

	°BRIX <sup>1</sup>	X <sub>w</sub> <sup>2</sup>	FT <sup>3</sup>	CT <sup>4</sup>	AOA <sup>5</sup>	VITC <sup>6</sup>
<b>POMELO TRITURADO</b>	10.07 ± 0.06 <sup>a</sup>	88.603 ± 0.014 <sup>a</sup>	105.2 ± 0.3 <sup>a</sup>	5.91 ± 0.09 <sup>a</sup>	25.06 ± 0.18 <sup>a</sup>	58.2 ± 1.0 <sup>a</sup>
<b>POMELO LICUADO</b>	10.67 ± 0.15 <sup>c</sup>	89.294 ± 0.005 <sup>b</sup>	74.3 ± 0.2 <sup>b</sup>	4.6 ± 0.2 <sup>b</sup>	28.44 ± 0.12 <sup>b</sup>	57 ± 3 <sup>a</sup>
<b>COMERCIAL 1</b>	10.43 ± 0.12 <sup>bc</sup>	89.62 ± 0.03 <sup>c</sup>	86.9 ± 0.4 <sup>c</sup>	4.2 ± 0.2 <sup>b</sup>	59.18 ± 0.09 <sup>c</sup>	57.5 ± 1.7 <sup>a</sup>
<b>COMERCIAL 2</b>	10.23 ± 0.06 <sup>ab</sup>	89.35 ± 0.05 <sup>b</sup>	43.8 ± 0.4 <sup>d</sup>	2.7 ± 0.5 <sup>c</sup>	44.7 ± 0.3 <sup>d</sup>	38 ± 3 <sup>b</sup>

a-d: Superíndices diferentes dentro de la misma columna indican diferencias significativas entre los tratamientos ( $p < 0.05$ ).

<sup>1</sup>g de sólidos solubles/100 g muestra; <sup>2</sup>g de agua/100 g muestra; <sup>3</sup>mg de ácido gálico/100 g muestra; <sup>4</sup>mg de β-caroteno /100 g muestra; <sup>5</sup>mg TE /100 g muestra; <sup>6</sup>mg Vit.C/100 g muestra.

### 3.2 CAMBIOS EN EL CONTENIDO DE COMPUESTOS BIOACTIVOS DESPUÉS DEL PROCESO DE SECADO Y LA REHIDRATACIÓN

Las muestras formuladas fueron analizadas antes de ser liofilizadas o atomizadas y después de la rehidratación de los correspondientes polvos obtenidos. La Figura 3 muestra los resultados del análisis de FT para los productos TR, LC, para cada formulación inicial obtenida a partir de ellos según las tablas 1 y 2 (I-LFi e I-AFi) y para los correspondientes productos en polvo después de la rehidratación (R-LFi y R-AFi). Los valores se muestran en base a 100g de solutos de pomelo presentes en cada muestra, de acuerdo con el tipo de formulación empleado para la liofilización y la atomización, según las ecuaciones (4 y 5):

$$m_i = \frac{m_i^p}{(1-X_w^p) \cdot X_{SP/ST}} \quad (4)$$

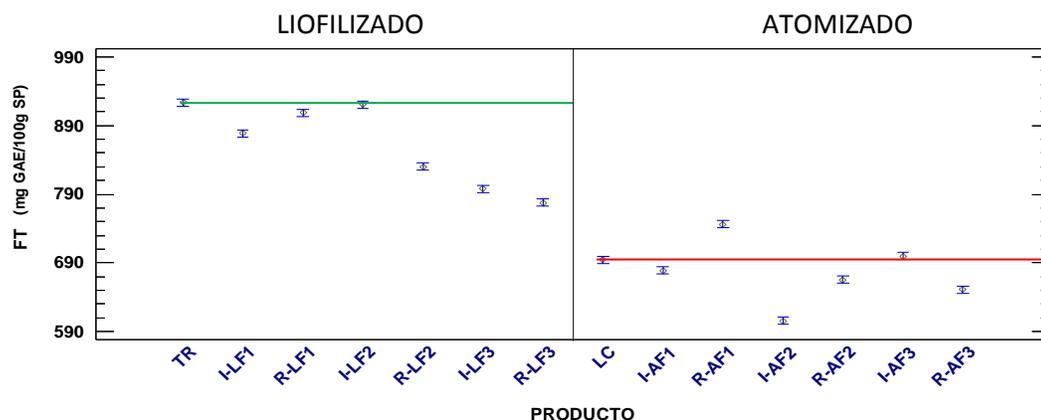
$$X_{SP/ST} = \frac{m_p (1-X_w^p)}{m_{GA} + m_{FB} + m_p(1-X_w^p)} \quad (5)$$

Siendo:  $m_i$  = masa del compuesto analizado (mg/g SP), SP= solutos de pomelo;  $m_{i^P}$  = masa del compuesto analizado (mg/g producto)  $m_P$  = masa de producto analizado (g);  $X_w^P$ = Humedad del producto (g agua/g);  $X_{SP/ST}$  = fracción másica de solutos de pomelo respecto a los solutos totales (ST);  $m_{GA}$  = masa de goma arábica (g);  $m_{FB}$  = masa de fibra de bambú (g).

Al ser la composición de las muestras diferente, cuando los resultados se refieren a los solutos de pomelo, se confirma que el contenido en fenoles totales es mayor en la muestra triturada que en la licuada, existiendo diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre ambas. Teniendo en cuenta que la materia prima fue la misma para los dos procesos, esto podría justificarse en base a que en el proceso de licuado hay una pérdida de materia que puede arrastrar parte de algunos compuestos de la fruta, entre ellos los FT.

La deshidratación y la rehidratación tuvieron un efecto significativo en la reducción de los FT en las muestras con mayor humedad (LF2 y LF3). Por otra parte, en la muestra LF1, que contenía más solutos y cuya deshidratación con microondas fue más energética, se vio un aumento de estos compuestos. Esto puede ser debido a que el pre-tratamiento, probablemente, facilita el proceso de extracción de estos compuestos (Iguar et al., 2012). Estudios anteriores muestran resultados similares con kiwi (Benlloch-Tinoco et al., 2012; Cervera et al., 2013). La presencia de los solutos añadidos podría estar ejerciendo un efecto protector de los fenoles (Krishnan et al., 2005; Shaikh et al., 2006).

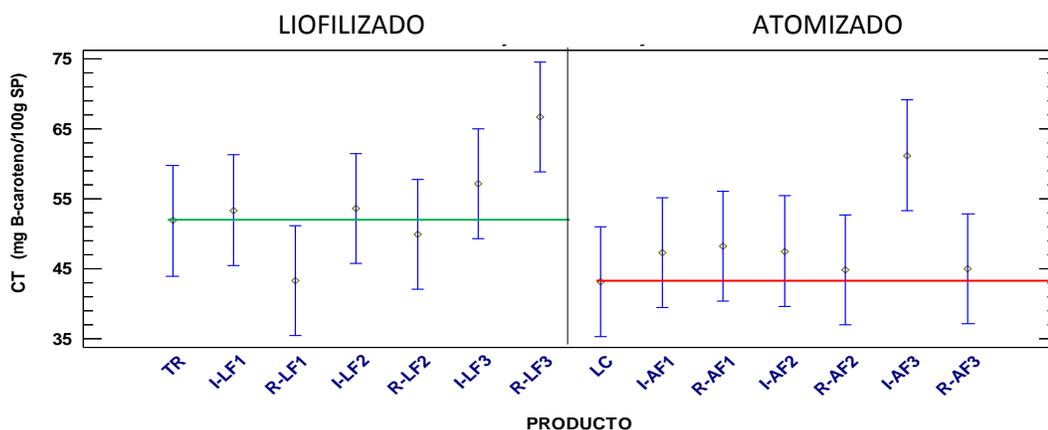
En el caso de las muestras rehidratadas a partir de polvo atomizado, también se observó un efecto significativo del secado y rehidratación en el contenido en FT. Éste aumentó en las muestras AF1 y AF2, probablemente por su mayor contenido en GA, que puede actuar como material de encapsulación, confiriendo una mayor protección, con respecto a otros solutos, contra la oxidación y la volatilización de compuestos de interés (Krishnan et al., 2005; Shaikh et al., 2006) en combinación con la menor temperatura del proceso en estos casos (125 y 148°C). En el caso de la muestra AF3, se observa una pérdida de FT, que puede ser asociada a su destrucción por la mayor temperatura del proceso (188 °C) (Yujing Sun, 2015).



**FIGURA 3.** Gráfico de Tukey HSD para el contenido en fenoles totales (mg GAE/100 g de solutos de pomelo) de los productos estudiados.

**TR:** Triturado de pomelo; **I-LF1:** Formulación 1 inicial (antes de deshidratar); **I-LF2:** Formulación 2 inicial (antes de deshidratar); **I-LF3:** Formulación 3 inicial (antes de hidratar y liofilizar); **R-LF1:** Formulación 1 liofilizado y rehidratado; **R-LF2:** Formulación 2 liofilizado y rehidratado; **R-LF3:** Formulación 3 liofilizado y rehidratado; **LC:** Licuado de pomelo; **I-AF1:** Formulación 1 inicial (antes de atomizar); **I-AF2:** Formulación 2 inicial (antes de atomizar); **I-AF3:** Formulación 3 inicial (antes de atomizar); **R-AF1:** Formulación 1 atomizado y rehidratado; **R-AF2:** Formulación 2 atomizado y rehidratado; **R-AF3:** Formulación 3 atomizado y rehidratado.

La Figura 4 muestra las medias del contenido en CT de los mismos productos. En este caso, se observa que no existen diferencias significativas entre TR y LC. Las pequeñas diferencias que se habían observado al comparar los valores de carotenoides totales referidos a 100 g de muestra, desaparecen al referir los resultados a 100 g de solutos de pomelo, lo que está indicando la necesidad de utilizar una base de cálculo que no varíe para comparar resultados. Para cada producto, liofilizado o atomizado, en general, no se observó ningún efecto significativo ni del secado ni la rehidratación en los CT.

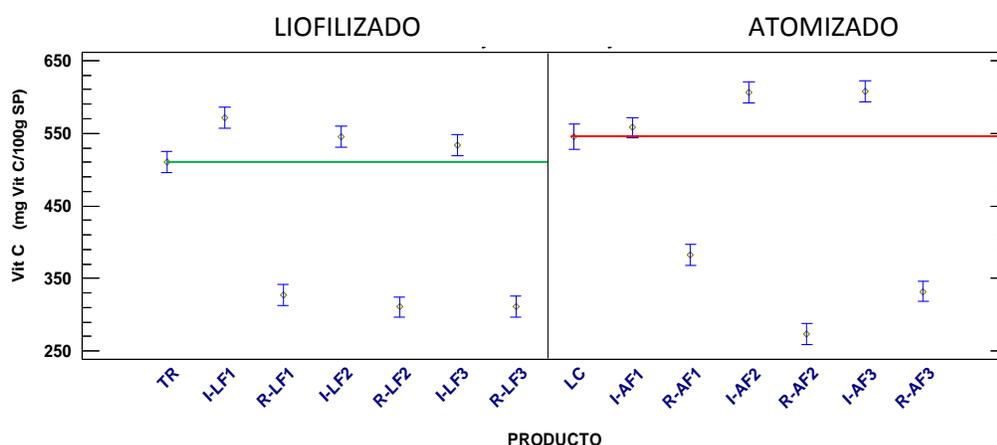


**FIGURA 4.** Gráfico de Tukey HSD para el contenido en carotenoides totales (mg β- caroteno/100 g de solutos de pomelo) de los productos estudiados.

**TR:** Triturado de pomelo; **I-LF1:** Formulación 1 inicial (antes de deshidratar); **I-LF2:** Formulación 2 inicial (antes de deshidratar); **I-LF3:** Formulación 3 inicial (antes de hidratar y liofilizar); **R-LF1:** Formulación 1 liofilizado y rehidratado; **R-LF2:** Formulación 2 liofilizado y rehidratado; **R-LF3:** Formulación 3 liofilizado y rehidratado; **LC:** Licuado de pomelo; **I-AF1:** Formulación 1 inicial (antes de atomizar); **I-AF2:** Formulación 2 inicial (antes de atomizar); **I-AF3:** Formulación 3 inicial (antes de atomizar); **R-AF1:** Formulación 1 atomizado y rehidratado; **R-AF2:** Formulación 2 atomizado y rehidratado; **R-AF3:** Formulación 3 atomizado y rehidratado.

La Figura 5 muestra la media de los resultados obtenidos del contenido en vitamina C de todas las muestras consideradas. Se confirma que no existen diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre TR y LC. En general, se observa que

el secado y/o la rehidratación afectan a la conservación de la Vit C, observándose una disminución en todos los casos. La vitamina C es un componente muy lábil y su contenido se ve afectado por casi cualquier proceso que implique mayor exposición al oxígeno, a la luz o a temperaturas extremas. Los productos rehidratados a partir de polvo liofilizado no parecen estar afectados por la formulación. En cuanto a los productos rehidratados a partir de polvo atomizado se observa una menor pérdida en la muestra R-AF1 que es la de mayor contenido en solutos y menor temperatura de secado. Podríamos decir que los solutos actúan como protectores de la vitamina C y que a mayor temperatura (R-AF2 y R-AF3) se produce una mayor destrucción de este compuesto. Esto se ha observado en otros trabajos (Krishnan et al., 2005; Shaikh et al., 2006; Igual et al., 2014).



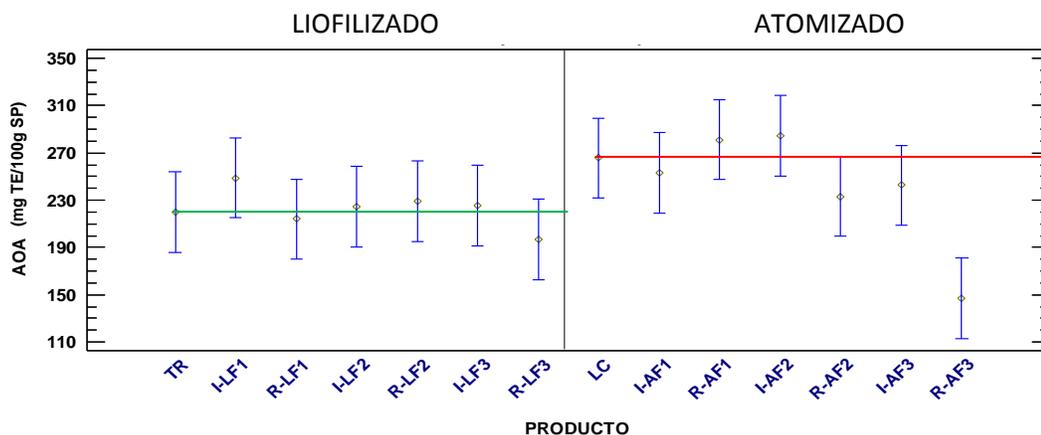
**FIGURA 5.** Gráfico de Tukey HSD para el contenido en Vitamina C (mg Vit C/100 g de solutos de pomelo) de los productos estudiados.

**TR:** Triturado de pomelo; **I-LF1:** Formulación 1 inicial (antes de deshidratar); **I-LF2:** Formulación 2 inicial (antes de deshidratar); **I-LF3:** Formulación 3 inicial (antes de hidratar y liofilizar); **R-LF1:** Formulación 1 liofilizado y rehidratado; **R-LF2:** Formulación 2 liofilizado y rehidratado; **R-LF3:** Formulación 3 liofilizado y rehidratado; **LC:** Licuada de pomelo; **I-AF1:** Formulación 1 inicial (antes de atomizar); **I-AF2:** Formulación 2 inicial (antes de atomizar); **I-AF3:** Formulación 3 inicial (antes de atomizar); **R-AF1:** Formulación 1 atomizado y rehidratado; **R-AF2:** Formulación 2 atomizado y rehidratado; **R-AF3:** Formulación 3 atomizado y rehidratado.

La AOA de las muestras estudiadas se presenta en la Figura 6. De nuevo, al comparar los resultados referidos a 100 g de solutos de pomelo se observa que no existen diferencias significativas entre los productos TR y LC. En el caso de las muestras liofilizadas, no se vieron diferencias significativas entre las distintas formulaciones ni antes ni después del procesado. En el caso de la atomización, tampoco se vieron diferencias significativas entre las distintas formulaciones, a excepción de la muestra R-AF3. Esta muestra fue la que menor capacidad antioxidante mostró. Esto puede ser debido a que la temperatura utilizada para su atomización fue de 188°C, la más alta, y, como se

ha visto en este trabajo y como comentan otros autores, esto puede contribuir a la destrucción de compuestos con esta capacidad (Yujing Sun, 2015).

Con el fin de conocer la relación de los diferentes compuestos cuantificados en este estudio con la AOA, se realizó una correlación de Pearson de todos los datos obtenidos, tanto en el producto fresco como en los productos con solutos añadidos y en los productos rehidratados. La correlación fue significativa ( $p < 0.05$ ) sólo con la Vitamina C.



**FIGURA 6.** Gráfico de Tukey HSD para actividad antioxidante (mg TE/100 g de solutos de pomelo) de los productos estudiados.

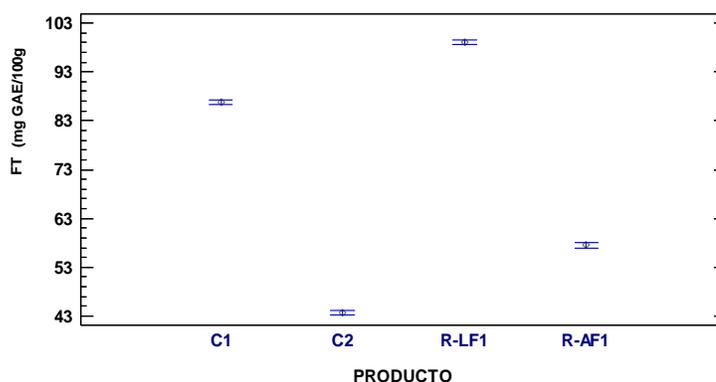
**TR:** Triturado de pomelo; **I-LF1:** Formulación 1 inicial (antes de deshidratar); **I-LF2:** Formulación 2 inicial (antes de deshidratar); **I-LF3:** Formulación 3 inicial (antes de hidratar y liofilizar); **R-LF1:** Formulación 1 liofilizado y rehidratado; **R-LF2:** Formulación 2 liofilizado y rehidratado; **R-LF3:** Formulación 3 liofilizado y rehidratado; **LC:** Licuado de pomelo; **I-AF1:** Formulación 1 inicial (antes de atomizar); **I-AF2:** Formulación 2 inicial (antes de atomizar); **I-AF3:** Formulación 3 inicial (antes de atomizar); **R-AF1:** Formulación 1 atomizado y rehidratado; **R-AF2:** Formulación 2 atomizado y rehidratado; **R-AF3:** Formulación 3 atomizado y rehidratado.

### 3.3. Comparación de los zumos obtenidos a partir de pomelo liofilizado y atomizado de con zumos comerciales.

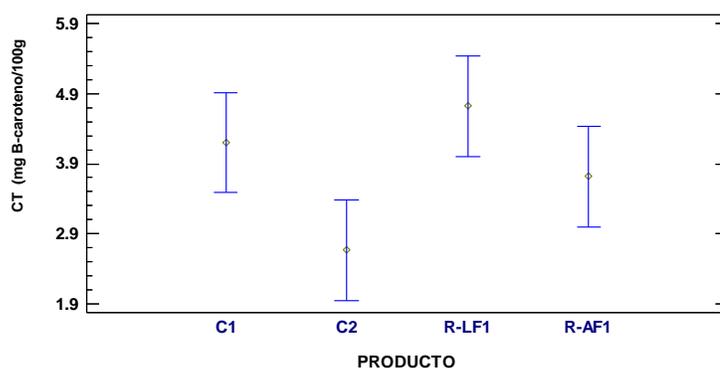
Para comparar las características de los zumos elaborados por rehidratación del polvo de pomelo obtenido por liofilización y atomización, se eligió los productos rehidratados obtenidos a partir de la formulación 1 (R-LF1 y R-AF1), que fue la que, cuando hubo diferencias significativas entre los compuestos y parámetros estudiados, mostró valores más altos. (Figuras 3-6). Cuando los resultados para el producto R-LF1 se refieren a 100 g de muestra, su contenido en **FT** fue de  $99.1 \pm 0.4$  mg GAE/100g producto, en **CT** de  $4.7 \pm 0.4$  mg  $\beta$ -caroteno/100g producto y en **Vit C** de  $35.7 \pm 0.4$  mg Vit C/100g producto. Su **AOA** fue de  $23.3 \pm 0.4$  mg TE/100g producto. Para el producto R-AF1, estos valores fueron  $57.5 \pm 0.3$  mg GAE/100g producto,  $4.7 \pm 0.4$  mg  $\beta$ -

caroteno/100g producto y  $29.5 \pm 0.2$  mg Vit C/100g producto, con una **AOA** de  $21.7 \pm 0.8$  mg TE/100g producto. En las figuras 7-10 se muestran estos resultados junto con los correspondientes analizados en las dos muestras comerciales, con el fin de comparar el aporte de estos compuestos por cantidad de zumo ingerida.

En cuanto al contenido en FT (Fig. 7), se observó que el zumo obtenido a partir del pomelo liofilizado fue el que tuvo un mayor contenido, seguido del C1. El producto obtenido del atomizado y todavía más el C2 mostraron contenidos bajos de este compuesto. En cuanto a los CT (Fig. 8) sólo la muestra C2 mostró un contenido significativamente menor que el resto, sin diferencias entre ellas.

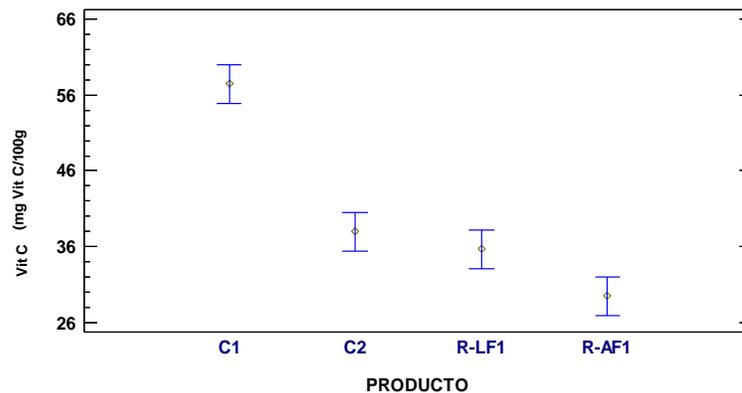


**FIGURA 7.** Gráfico de Tukey HSD para el contenido en fenoles totales de los productos comerciales (C1 y C2) y de los polvos obtenidos de formulación 1 por liofilización y atomización tras su rehidratación (R-LF1 y R-AF1, respectivamente).



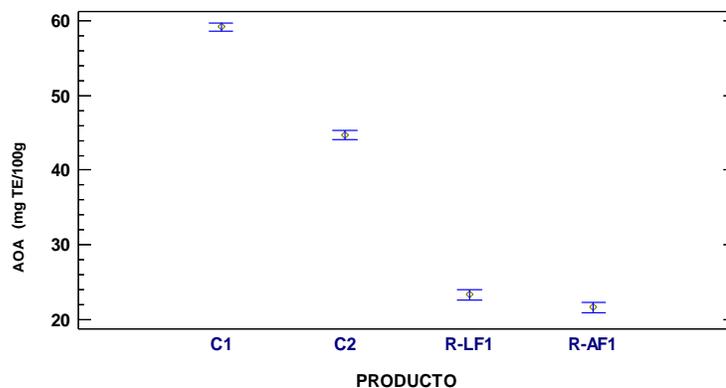
**FIGURA 8.** Gráfico de Tukey HSD para el contenido en carotenoides totales de los productos comerciales (C1 y C2) y de los polvos obtenidos de formulación 1 por liofilización y atomización tras su rehidratación (R-LF1 y R-AF1, respectivamente).

En cuanto al contenido en Vit C (Fig 9), se observó que el zumo C1 se encuentra muy por encima de los demás, no habiendo diferencias significativas entre R-LF1 y C2. El zumo con menor contenido en vitamina C fue el R-AF1. Sin embargo, conviene aclarar en este punto que los zumos comerciales pueden llevar adicionada esta vitamina sin necesidad de declararlo en la etiqueta, siempre y cuando no rebase la cantidad inicial del zumo (Reg. (UE) 1169/2011), por lo que se puede decir que los resultados obtenidos para los productos liofilizados y atomizados son buenos.



**FIGURA 9.** Gráfico de Tukey HSD para el contenido en vitamina C de los productos comerciales (C1 y C2) y de los polvos obtenidos de formulación 1 por liofilización y atomización tras su rehidratación (R-LF1 y R-AF1, respectivamente).

La AOA (Fig 10) fue menor en las muestras obtenidas a partir del pomelo liofilizado o atomizado que en las muestras comerciales, especialmente la C1, lo que se justifica por su mayor contenido en vitamina C.



**FIGURA 10.** Gráfico de Tukey HSD para actividad antioxidante de los productos comerciales (C1 y C2) y de los polvos obtenidos de formulación 1 por liofilización y atomización tras su rehidratación (R-LF1 y R-AF1, respectivamente).

por liofilización y atomización tras su rehidratación (R-LF1 y R-AF1, respectivamente).

Teniendo en cuenta lo anterior, podemos decir que los zumos obtenidos a partir de producto liofilizado y atomizado presentan un valor funcional dentro del intervalo que presentan los productos comerciales, e incluso superior en algún caso. En concreto, los polvos rehidratados a partir de polvo liofilizado ofrecen un mejor valor funcional en comparación con los polvos rehidratados a partir de polvo atomizado, según las propiedades medidas en este estudio.

#### **4. CONCLUSIÓN**

El licuado de la fruta supone una pérdida de fenoles totales con respecto al triturado. La liofilización y su posterior rehidratación conllevan una pérdida significativa de FT y Vit C que, sin embargo, parece no afectar a la AOA. Los solutos añadidos, sobre todo la goma arábica, protegen a estos compuestos. Los productos rehidratados a partir de polvo liofilizado o atomizado son comparables, en relación a su funcionalidad, con los que se encuentran en el mercado, siendo los primeros de mejor calidad.

#### **AGRADECIMIENTOS**

Un agradecimiento especial al Programa Nacional de Becas y Crédito Educativo (PRONABEC), gestionado por el Gobierno Peruano, por apoyar a sus profesionales en beneficio del país.

#### **REFERENCIAS**

- A.O.A.C. 1990. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 2 vols. 15th ed. Washington DC, USA: Horwitz, W.
- Agudelo, C., Marchirant, E., Martínez-Lahuerta, J.J., M. Igual, Martínez-Navarrete, N. 2014. Optimization of grapefruit pulp formulation for freeze- drying. Delegate Abstract Book Innovations in Attractive and Sustainable Food for Health. 28th EFFoST Conference, página 41.
- Asociación Interprofesional de Limón y Pomelo. 05 de Agosto de 1998. Dirección URL: <<http://www.aillimpo.com/productos/pomelo.htm>>.[Consulta:15 Abr. 2015]
- Barbosa-Canovas, G., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., & Yan, H. 2005. Food powders: physical properties, processing and functionality. New York: Kluwer Academic/Plenum Publisher.
- Benlloch-Tinoco, M., Varela, P., Salvador, A., & Martínez-Navarrete, N. 2012. Effects of microwave heating on sensory characteristics of kiwifruit puree. Food and Bioprocess Technology, 5(8), 3021-3031.
- Benzie, I.F.F., Strain, J.J. 1999. The ferric reducing ability of plasma as a power: The FRAP assay. Analytical Biochemistry. 239, 70-76.

- Cabanes-Vicedo, T., Benlloch-Tinoco, M., García-Martínez, E. 2014. Incidencia de la adición de solutos de alto peso molecular en la calidad de fresa en polvo obtenida por atomización. Tesis de máster. Universidad Politécnica de Valencia.
- Cen, H., Bao, Y., He, Y., Sun, D.W. 2007. Visible and near infrared spectroscopy for rapid detection of citric and tartaric acids in orange juice. *Journal of Food Engineering* 82, 253–260.
- Cervera J., Benlloch-Tinoco M., García-Martínez E., Martínez-Navarrete, N. 2013. Optimización de un proceso de secado combinado para obtener kiwi en polvo de alta calidad. Tesis de máster. Universidad Politécnica de Valencia.
- FAO, 2007. Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación, 07 de Junio de 2011. De la huerta a la mesa: Promoción del consumo de frutas y vegetales a partir de huertas familiares. Dirección URL: <<http://www.fao.org/3/a-i2122s.pdf>>. [Consulta:17 Abr. 2015].
- Igual, M., Ramires, S., Mosquera, L., Martínez-Navarrete, N. 2014. Optimization of spray drying conditions for lulo (*Solanum quitoense* L.) pulp. *Powder technology*, 256, 233-238.
- 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.
- Igual, M., García-Martínez, E., Camacho, M.M., Martínez-Navarrete, N. 2011. Changes in flavonoid content of grapefruit juice caused by thermal treatment and storage. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 12, 153-162.
- Igual, M., García-Martínez, E., Camacho, M.M., Martínez-Navarrete, N. 2010. Effect of thermal treatment and storage on the stability of organic acids and the functional value of grapefruit juice. *Food Chemistry*, 118, 291-299.
- Jomova, K., & Valko, M. 2013. Health protective effects of carotenoids and their interactions with other biological antioxidants. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 70: 102-110.
- Krishnan, S.; Kshirsagar, A. C.; Singhal, R. S. 2005. The use of gum arabic and modified starch in the microencapsulation of a food flavoring agent. *Carbohydrate Polymers*, 62(4):309-315.
- Mosquera, L.H.; Moraga, M.; Fernández de Córdoba, P.; Martínez-Navarrete, N. 2011. Water Content Water Activity Glass Transition Temperature Relationships of Spray Dried Borjón as Related to Changes in Color and Mechanical Properties. *Food Biophysics* 6(3), 397-406.
- Mosquera, L.H.; Moraga, G.; Martínez-Navarrete, N. 2009. Efecto of arabic gum on the stability of freeze-dried fruit powders. *Proceedings of the 2009 EFFoST Annual Conference New Challenges in Food Preservation Processing Safety Sustainability*, Budapest, Hungary.
- Nur, M., Jahan, N., Rafiqzaman, M., 2013. Review on in vivo and in vitro methods evaluation of antioxidant activity. *Saudi Pharmaceutical Journal*, 21: 143–152.
- Olives, A., Hutado, M., Sanchez, M., Fernandez, V. & Lopez M. 2006. Application of a UV-vis detection-HPLC method for a rapid determination of lycopene and b-carotene in vegetables. *Food Chemistry* 95, 328–336.
- Pantelidis, G.E., Vasilakakis, M., Manganaris, G.A., Diamantidis, G.R. 2007. Antioxidant capacity, phenol, anthocyanin and ascorbic acid contents in raspberries, blackberries, red currants, gooseberries and Cornelian cherries. *Food Chemistry*, 102: 777–783.
- Peterson, J., Dwyer, J., Beecher, G., Bhagwat, S., Gebhardt, S., Haytowitz, D., Holden, J. 2006a. Flavanones in oranges, tangerines (mandarins), tangors, and tangelos: a compilation and review of the data from the analytical literature. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19: S66-73.
- Peterson, J., Beecher, G., Bhagwat, S., Dwyer, J.; Gebhardt, S., Haytowitz, D., Holden, J. 2006b. Flavanones in grapefruit, lemons and limes: a compilation and review of the data from the analytical literature. *Journal of Food Composition and Analysis*, 9: S74-S80.
- Reglamento (UE) nº 1169/2011 del Parlamento Europeo y del Consejo de 25 de octubre de 2011 sobre la información alimentaria facilitada al consumidor.
- 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: 430–439.

- Shahidi, F., Zhong, Y., 2015. Measurement of antioxidant activity. *Journal of functional foods*, In press.
- Shaikh, J.; Bhosale, R., Singhal, R. 2006. Microencapsulation of black pepper oleoresin. *Food Chemistry*, 94(1):105-110.
- Thaipong, K., Boonprakong, U., Crosby, K., Cisneros-Zevallos, L., Hawkins, D., 2006. Comparison of ABTS, DPPH, FRAP, and ORAC assays for estimating antioxidant activity from guava fruit extracts, *Journal of Food Composition and Analysis*, 19: 669–675.
- Tomás-Barberán, F.A., Gil, M.I., Cremin, P., Waterhouse, A.L., Hess- Pierce, B., Kader, A.A., 2001. HPLC-DAD-ESIMS Analysis of phenolic compounds in nectarines, peaches, and plums. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49: 4748–4760
- Yujing Sun, Y. S. 2015. Effects of drying methods on phytochemical compounds and antioxidant activity of physiologically dropped un-matured citrus fruits. *Food Science and Technology*, 60:1269 - 1275.
- 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