

# MEDIDA DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS DE PRODUCTOS DE FRUTA EN POLVO

M. Sapper, N. Martínez-Navarrete<sup>1</sup>, M. M. Camacho<sup>1</sup>

## RESUMEN

Los bajos valores en contenido de agua de los polvos de frutas, pueden originar problemas como la higroscopicidad, la pegajosidad y el apelmazamiento. Las propiedades de estos productos afectan al grado de instantaneidad, es decir, a su capacidad de reconstituirse en un medio líquido. Se han medido las propiedades físicas relacionadas con la instantaneidad y con la estabilidad de pomelo en polvo obtenido por liofilización y atomización, al que se han incorporado solutos estabilizantes (goma arábiga, octenil succinato de almidón, aislado de proteína de suero de leche, fibra de bambú, maltodextrina y carboximetilcelulosa), que también han sido caracterizados. En relación a la estabilidad, se ha analizado el tamaño de partícula, la higroscopicidad, el grado de apelmazamiento y las propiedades mecánicas. Como indicadores de la instantaneidad, se ha medido la humectabilidad, la dispersabilidad y la solubilidad. Los resultados mostraron que la fibra de bambú es menos higroscópica. A su vez, tanto la fibra de bambú como el aislado de proteína de suero de leche fueron los solutos menos apelmazables, exhibiendo buenas características de estabilidad. La incorporación de todos los solutos a las muestras liofilizadas redujo de la higroscopicidad. Las propiedades mecánicas de los solutos no se vieron influenciadas por las condiciones de almacenamiento, aunque la fuerza máxima de compresión fue menor en las formulaciones. En cuanto a la instantaneidad, la adición de los solutos provocó en general una disminución del tiempo de humectación y de la solubilidad, lo que parece estar asociado a la composición en azúcares de las muestras formuladas. La fibra de bambú destacó por ser altamente dispersable, pero muy poco soluble.

**PALABRAS CLAVE:** fruta en polvo, liofilización, atomización, propiedades físicas, higroscopicidad, apelmazamiento, instantaneidad, humectabilidad, solubilidad.

## RESUM

Els baixos valors en contingut d'aigua de les pols de fruites, poden originar problemes com l'higroscopicitat, enfigassament i atapeïment. Les propietats d'aquestos productes afecten el grau d'instantaneïtat, és a dir, a la seua capacitat de reconstituir-se en un medi líquid. S'han mesurat les propietats físiques relacionades amb la instantaneïtat i amb l'estabilitat de pomelo en pols obtingut per liofilització i atomització, a què s'han incorporat soluts

---

<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.

estabilizants (goma aràbiga, octenil succinato de midó, aïllat de proteïna de sèrum de llet, fibra de bambú, maltodextrina i carboximetilcelulosa), que també han sigut caracteritzats. En relació a l'estabilitat, s'ha analitzat la grandària de partícula, l'higroscopicitat, el grau d'atapeïment i les propietats mecàniques. Com a indicadors de la instantaneïtat, s'ha mesurat l'humectabilitat, la dispersabilitat i la solubilitat. Els resultats van mostrar que la fibra de bambú és menys higroscòpica. Al seu torn, tant la fibra de bambú com l'aïllat de proteïna de sèrum de llet van ser els soluts menys apelmazables, que exhibix bones característiques d'estabilitat. La incorporació de tots els soluts a les mostres liofilitzades va reduir de l'higroscopicitat. Les propietats mecàniques dels soluts no es van veure influenciades per les condicions d'emmagatzemament, encara que la força màxima de compressió va ser menor en les formulacions. Quant a la instantaneïtat, l'addició dels soluts va provocar en general una disminució del temps d'humectació i de la solubilitat, la qual cosa sembla estar associada a la composició en sucres de les mostres formulades. La fibra de bambú va destacar per ser altament dispersable, però molt poc soluble.

**PARAULES CLAU:** fruita en pols, liofilització, atomització, propietats físiques, higroscopicitat, atapeïment, instantaneïtat, humectabilitat, solubilitat.

## **ABSTRACT**

Fruit powders with low values of water content, may cause problems like high hygroscopicity, caking and stickiness. The characteristics of these products affect the instant properties, that is, its ability to be reconstituted in a liquid medium. Instant and physical properties related to the stability of freeze and spray dried grapefruit juice powder have been measured, to which various stabilizers solutes (arabic gum, starch octenyl succinate, isolated whey protein, bamboo fiber, maltodextrin, carboxymethylcellulose) have been added, and also characterized. Regarding the stability, particle size, hygroscopicity, degree of caking and mechanical properties have been evaluated. The wettability, dispersibility and solubility have been measured as indicators of instant properties. The results showed that the bamboo fiber is less hygroscopic. In turn, both the bamboo fiber and the isolated whey protein are solutes with less degree of caking, which exhibit good stability characteristics. The addition of all solutes into the freeze dried samples reduced hygroscopicity. Moreover, the mechanical properties of solutes were not influenced by storage conditions, although the maximum force attained during compression was less in the formulations. Regarding to the instant properties, the addition of solutes has caused, in general, a decrease of the wetting time and solubility, which appears to be associated to the composition of sugars of the formulated samples. The bamboo fiber stood out for being highly dispersible, but very little soluble.

**KEYWORDS:** fruit powder, freeze drying, spray drying, physical properties, hygroscopicity, caking, instant properties, wettability, solubility.

## INTRODUCCIÓN

Las frutas y verduras son componentes esenciales de una dieta saludable y un consumo diario suficiente podría contribuir a la prevención de enfermedades importantes, como las cardiovasculares y algunos cánceres (OMS, 2015). En concreto el pomelo (*Citrus paradisi*), fruta utilizada en este estudio, es un cítrico que contribuye a la salud humana principalmente por su contenido en ácido ascórbico, fibra, ácidos orgánicos y flavonoides (Peiró et al., 2006). Sin embargo, la presencia en esta fruta del flavonoide naringenina, le aporta un sabor amargo que limita su consumo en fresco.

Por otra parte, el principal inconveniente para el consumo en fresco de frutas y verduras es su corta vida útil, sobre todo por su alto contenido en agua. Es por ello que se lleva a cabo el procesado de estos alimentos para la obtención de productos deshidratados menos perecederos. En este sentido, los productos de fruta en polvo constituyen una buena alternativa como productos alimenticios saludables o ingredientes para alimentos formulados, dado que ofrecen beneficios como la reducción del volumen o peso, el fácil manejo y transporte y la mayor vida útil durante el almacenamiento (Telis y Martínez-Navarrete, 2010).

En la actualidad, técnicas como el secado por atomización y liofilización han abierto nuevas alternativas para el procesado de frutas. La liofilización es un método en el que el alimento congelado se introduce en una cámara de vacío para que se separe el agua por sublimación, es decir, que pase desde el estado sólido en el alimento al gaseoso en el ambiente, sin pasar por el estado líquido. Los productos que se obtienen, en general, presentan buenas características en cuanto a textura y aroma, debido a las condiciones de baja temperatura y presión del proceso (Mosquera et al., 2010). No obstante, debido a los largos periodos de tiempo que se requieren para obtener un producto en condiciones óptimas, en comparación con el secado por atomización, la liofilización resulta ser una técnica costosa. El secado por atomización, o secado en spray, es una operación de transferencia simultánea de calor y masa, e involucra la transformación de un alimento desde un estado líquido a un estado seco en forma de partícula (Sousa et al., 2008). Las altas temperaturas utilizadas en esta técnica podrían ejercer un efecto negativo en diversos compuestos termolábiles y volátiles, de alto valor funcional y sensorial. Sin embargo, los tiempos de proceso son muy cortos, lo que contribuye a que estas pérdidas sean mínimas.

Los bajos valores en contenido de agua de los polvos de frutas, pueden originar algunos problemas en sus propiedades, tales como una alta higroscopicidad, que da lugar a fenómenos de pegajosidad y apelmazamiento, que finalmente pueden llegar al colapso, caracterizado por una pérdida de estructura y, en particular, una disminución drástica de la porosidad, que afecta a la retención de aromas, la capacidad de rehidratación, entre otros (Levi y Karel, 1995). El desarrollo de estos fenómenos en productos de fruta en polvo, se asocia a su composición, ya que la mayoría de sus sólidos solubles son azúcares de bajo peso molecular, tales como la sacarosa, la glucosa y la fructosa, y ácidos orgánicos, como el cítrico, el málico y el ácido

tartárico (Adhikari et al., 2004), los cuales presentan una baja temperatura de transición vítrea.

Parte de estos problemas se puede resolver mediante la adición de algunos solutos. Tales agentes pueden proteger a los componentes alimenticios sensibles contra condiciones ambientales desfavorables, enmascarar o conservar los sabores y aromas, reducir la volatilidad y reactividad y proporcionar el atractivo adicional para la comercialización de los productos alimenticios (Ré, 1998). Asimismo, teniendo en cuenta que generalmente suelen ser compuestos de alto peso molecular, contribuyen a elevar la temperatura de transición vítrea en el producto mejorando sus condiciones de estabilidad, reduciendo los problemas de pegajosidad o apelmazamiento (Mosquera *et al.*, 2010). Algunos ejemplos de estos solutos son la goma arábica, las maltodextrinas, los almidones, la gelatina, la metilcelulosa, los alginatos, las pectinas, el dióxido de silicio, el fosfato tricálcico y las mezclas de algunos de ellos (Igual et al., 2014). Las proteínas también pueden minimizar el problema de la pegajosidad mediante la modificación de las propiedades superficiales de las gotas/partículas atomizadas (Bhusari et al., 2014).

Las propiedades de un producto en polvo van a afectar al grado de instantaneidad, es decir, a su capacidad de reconstituirse casi de inmediato en un medio líquido. Para que un polvo exhiba buenas características de reconstitución, es necesario un equilibrio apropiado entre las mismas. Este proceso se puede dividir en cuatro etapas, que incluyen la humectación, la inmersión, la dispersión y la disolución, cuando el producto es soluble (Freudig et al., 1999). Las propiedades físicas del producto asociadas a estas fases, conforman el concepto de propiedades instantáneas. Así, la capacidad de un polvo para ser penetrado por un líquido debido a las fuerzas capilares se denomina humectabilidad (Hogekamp y Schubert, 2003), y depende en gran parte del tamaño de los poros. La solubilidad es la velocidad y grado en que los componentes de las partículas de polvo se disuelven en el agua, en tanto que la dispersabilidad es la facilidad con la que los polvos se distribuyen como partículas individuales en la fase líquida (Shittu y Lawal, 2007). Algunos factores que influyen en estas propiedades son el tamaño y densidad de las partículas y de sus poros, así como las propiedades de superficie, entre otras.

Shittu y Lawal (2007) encontraron que las propiedades instantáneas de bebidas de cacao en polvo dependen principalmente de ciertos factores físicos y químicos, cuya influencia se ve afectada además por la distribución del tamaño de partícula. Por otra parte, algunos solutos pueden ejercer una importante influencia en estas propiedades, reduciendo la solubilidad y la humectabilidad de polvos de frutas, tal y como estudiaron Abdalla et al. (2010) en cuanto al baobab obtenido por atomización (*Adansonia digitata L.*).

El objetivo del presente trabajo ha sido la medida de las propiedades físicas relacionadas con la estabilidad de productos en polvo y con su instantaneidad. Se ha trabajado con pomelo en polvo obtenido por liofilización y atomización, al que se han incorporado diferentes solutos con capacidad estabilizante, que también han sido caracterizados. Como propiedades relacionadas con la estabilidad, se ha evaluado el tamaño de partícula, la higroscopicidad, el grado de apelmazamiento y las propiedades mecánicas.

Además, se ha medido la humectabilidad, la dispersabilidad y la solubilidad, como indicadores de la instantaneidad.

## 2. MATERIALES Y MÉTODOS

### 2.1. Materia prima

Se empleó pomelo (*Citrus paradisi*, var. Star Ruby), adquirido en la misma cadena de supermercados de la ciudad de Valencia, España. Las piezas de fruta fueron seleccionadas en base a una evaluación visual, de acuerdo a su tamaño, color, firmeza y ausencia de daños físicos superficiales, para que fueran lo más homogéneas posible. Los solutos en principio caracterizados y luego utilizados como aditivos para la obtención de pomelo en polvo, fueron: goma arábiga (GA) (Scharlab, S.L., España), octenil succinato de almidón (OSA) (ROQUETTE, Francia), aislado de proteína de suero de leche (WPI) (Arla Foods Ingredients Group, Dinamarca), fibra de bambú (FB) (JRS, Alemania), maltodextrina dextrosa equivalente 16.5-19.5 (MD) (Sigma Aldrich, USA) y carboximetilcelulosa sódica (CMC) (Alfa Aesar, Alemania).

### 2.2. Preparación de las muestras y condiciones de liofilización y atomización

Primeramente, se caracterizaron los solutos GA, OSA, WPI, FB, MD y CMC en cuanto a la distribución del tamaño de partícula, la humedad, la higroscopicidad, el grado de apelmazamiento, la humectabilidad, la solubilidad, la dispersabilidad y la textura. Previamente, los solutos se almacenaron a 10°C y 20% HR (Nüve Test Cabinet TK 120, Turquía).

Una vez caracterizados los solutos, se prepararon las muestras de pomelo con diferente composición y una muestra sin solutos añadidos, tal y como se detalla en la Tabla 1. Se partió de la fruta previamente lavada, pelada y cortada.

**TABLA 1.** Formulación de las muestras antes de liofilizar y atomizar.

Tratamiento	Código	Solutos (g/100 g pomelo triturado o licuado).					
		GA	OSA	WPI	FB	MD	CMC
Liofilización	LPT	-	-	-	-	-	-
	LGA	4,6	-	-	-	-	-
	LOSA	-	4,6	-	-	-	-
	LWPI	-	-	1	-	-	-
	LFB	-	-	-	1	-	-
	LMD	-	-	-	-	4,6	-
	LCMC	-	-	-	-	-	1
Atomización	AGA	4,6	-	-	-	-	-

GA: goma arábiga, OSA: octenil succinato de almidón, WPI: aislado de proteína de suero de leche, FB: fibra de bambú, MD: maltodextrina dextrosa equivalente 16.5-19.5, CMC: carboximetilcelulosa sódica.

En el caso de las muestras a liofilizar, la fruta se trituró mediante un robot de cocina (Thermomix TM 21, Vorwerk, España) durante 40 segundos a máxima velocidad, se añadieron los diferentes solutos (GA, OSA, WPI, FB, MD y CMC) a la concentración indicada en la Tabla 1 y se procedió a su mezclado hasta obtener un puré homogéneo (Thermomix TM 21, Vorwerk, España). A una de las muestras a liofilizar no se le añadieron solutos. Las muestras obtenidas se dispusieron en bandejas de aluminio formando una capa de 0,5 cm de espesor y se congelaron a  $-40^{\circ}\text{C}$  (Liebherr MediLine 7083 207-00, Austria), durante 48 h, hasta su liofilización, la cual se llevó a cabo en un liofilizador (Telstar LYOQUEST-55, España), a 0,015 mBar y  $-55^{\circ}\text{C}$ , durante 48 h. Las muestras recién liofilizadas se trituraron (Thermomix TM 21, Vorwerk, España), y se tamizaron para obtener un polvo homogéneo de tamaño de partícula menor a 0,7 mm en una cámara acondicionada a humedad relativa (HR) del 35%, a través de una malla de 0,7mm para obtener un polvo homogéneo.

Por otra parte, para el proceso de atomización, el pomelo fue licuado con una licuadora (DeLonghi, Italia) y mezclado con la goma arábica preparada previamente en una disolución en agua a la concentración indicada en la Tabla 1. La disolución de goma arábica se preparó con un agitador magnético (OVAN, BasicMagMix, España) a 700 rpm. Posteriormente, 500 g de la misma se mezclaron con 500 g de licuado de pomelo. La atomización se realizó en un atomizador (Büchi-mini B-290, Suiza). Los parámetros se fijaron según experiencias previas, con un flujo de aspiración del aire de 90% y un flujo de alimentación de la bomba peristáltica de 30 mL/min. La temperatura de atomización fue de  $148^{\circ}\text{C}$ .

Una vez obtenidos los productos en polvo de los diferentes tratamientos, éstos se envasaron a vacío y se almacenaron a  $4^{\circ}\text{C}$  (Liebherr ProfiLine, Austria), en un desecador con silicagel, hasta la realización de los análisis.

Al polvo de pomelo obtenido por liofilización y atomización se le midió la distribución del tamaño de partícula, la humedad, la higroscopicidad, la humectabilidad, la solubilidad y la textura (Apartado 2.3).

Todos los análisis, tanto para los solutos como para el polvo de pomelo liofilizado y atomizado, se llevaron a cabo por triplicado en cada muestra.

### **2.3. Determinaciones analíticas**

#### **DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA**

Para determinar la distribución del tamaño de partícula, se utilizó un juego de 7 tamices (CISA, España) apilados de mayor a menor abertura, entre 1,6 y 0,15 mm. Los resultados del análisis se indicaron como material retenido entre dos tamaños de malla consecutivos referido a 100 g de muestra tamizada. El tamaño de las partículas se calculó como el promedio aritmético de las aberturas de los dos tamices. Al material retenido en el tamiz de mayor luz de malla se le asignó un tamaño de partícula  $>1,6$  y al material que pasó por el tamiz de menor luz de malla, se le asignó un tamaño  $<0,15$  mm.

Para ello, 10 g de muestra fueron colocados en los tamices y sometidos a agitación en una tamizadora (CISA, España) durante 5 minutos a 50Hz. El ensayo se realizó en un recinto cerrado a HR entre 35-40%.

## HIGROSCOPICIDAD

Se siguió la metodología de Cai y Corke (2000), colocando 1,5 g de muestra en un ambiente creado por una disolución saturada de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (81% de humedad relativa), a 25°C durante 7 días, en un desecador cerrado herméticamente. La diferencia de peso en ese tiempo delimitó la cantidad de agua ganada por la muestra. Los resultados se expresaron como g de agua ganada/100 g de sólidos secos, según la ecuación (1).

El contenido en agua del polvo obtenido después de la liofilización y la atomización ( $X_w$ , g de agua/g de muestra) se determinó por el método gravimétrico en estufa a vacío (A.O.A.C., 1990) a 60°C a una presión <100 mm Hg hasta peso constante (Vaciotem, J.P. Selecta, España). En este método se asume que la pérdida de peso de la muestra en cuestión, se corresponde con el agua presente. Por el mismo método se determinó el contenido en agua de los solutos estabilizantes.

$$\%HG = \frac{\frac{m_1 - m_2}{m_3}}{1 - X_w} \times 100 \quad (1)$$

donde:  $m_1$  = masa de la placa más la muestra hidratada (g);  $m_2$  = masa de la placa más la muestra inicial (g);  $m_3$  = masa de muestra inicial (g);  $X_w$  = humedad de la muestra inicial (g de agua/g de muestra).

## GRADO DE APELMAZAMIENTO

Esta propiedad se determinó siguiendo la metodología descrita por Jaya y Das (2004), con algunas modificaciones. Luego de la determinación de la higroscopicidad, las placas con la muestra hidratada se colocaron en estufa (J.P. Selecta, España) a 102±2°C durante 1 hora. Una vez enfriadas en un desecador, se pesaron y se transfirieron a un tamiz de 0,5 mm (CISA, España). El tamiz se sometió a agitación constante (mediante una tamizadora CISA, España) durante 5 minutos a 50 Hz. Se registró la masa de polvo retenida en la malla del tamiz. El grado de apelmazamiento se calculó según la ecuación (2).

$$\%DC = \frac{c}{d} \times 100 \quad (2)$$

donde:  $c$  = masa de muestra retenida en el tamiz (g);  $d$  = masa de muestra tamizada (g).

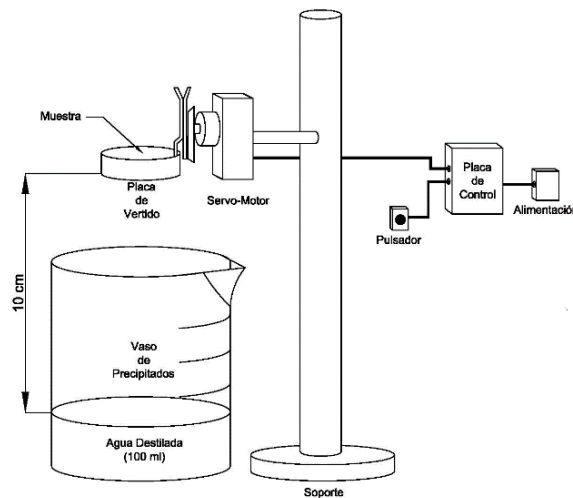
## HUMECTABILIDAD

Se siguió el procedimiento descrito por Jinapong et al. (2008) con algunas modificaciones. Con el objeto de contar con un método que permitiera condiciones similares de caída del polvo, se optó por utilizar un dispositivo de vertido, de fabricación propia, compuesto por una placa controladora, con un voltaje de operación 5 V y una velocidad del oscilador de 16MHz, en la que

un microcontrolador (ATmega328, China) se encargó de controlar un servo-motor (con un par motor máximo a 4,8 V de 1,6 kg/cm y una velocidad de operación a 4,8 V sin carga, con giro de 60°/0,12 s). Una placa de vidrio de 30x10 mm, adherida al eje del servo-motor, sirvió de contenedor para las muestras (Figura 1).

Para el análisis, se vertieron 100 mL de agua destilada a aproximadamente 25°C, en un vaso de precipitados de 250 mL. Sobre el vaso de precipitados, se colocó un soporte que sujetaba al servo-motor con la placa adherida al eje. La altura entre la placa con la muestra y la superficie del agua fue de 10 cm. El experimento se inició presionando un botón que propiciaba el giro de la placa para provocar la caída del polvo de manera uniforme sobre la superficie del agua.

Puesto que generalmente es difícil determinar con exactitud el tiempo de humectación, es decir, el tiempo necesario para que todas las partículas de polvo desaparezcan de la superficie del agua, el experimento fue registrado con una cámara (Nikkon D3200, Tailandia) de 24,2 millones de píxeles reales y capacidad de video de HD 1,280x720/60 cps, cuya alta resolución y capacidad de ajuste manual del foco, entre otros, permitieron analizar nítidamente las imágenes de video a través de un software. Para determinar la humectabilidad, el parámetro utilizado fue el tiempo de humectación (s), por lo que un mayor tiempo de humectación, indica que el producto es menos humectable.



**FIGURA 1.** Diagrama esquemático del dispositivo utilizado para la determinación de la humectabilidad.

## DISPERSABILIDAD

Se determinó según la metodología descrita por Abdalla et al. (2010), con algunas modificaciones. Se añadió 1 g de polvo a 10 mL de agua destilada a aproximadamente 25°C en un vaso de precipitados de 50 mL y se mantuvo bajo agitación magnética a 1050 rpm (OVAN, BasicMagMix, España), durante 5 minutos. La muestra obtenida se centrifugó (1000 rpm) (GYROZEN 123GR, Korea) durante 5 minutos. Se midió la densidad óptica del sobrenadante a 760



nm de longitud de onda utilizando un espectrofotómetro UV–visible (VWR V-1200 Spectrophotometer, China). La dispersabilidad se expresó en términos de unidades de densidad óptica (DO).

## SOLUBILIDAD

La solubilidad (SD) o fracción másica de sólidos solubles respecto a los totales (Mimouni *et al.*, 2009), se calculó a partir de la ecuación (3). Se cuantificó, por una parte, el contenido en sólidos totales (ST) y, por otra, los sólidos solubles (SS) de cada muestra rehidratada. Para ello se adicionó 1 g de muestra a 9 mL agua destilada en un vaso de precipitados, a 20°C y bajo agitación magnética constante a 750 rpm (OVAN, BasicMagMix, España) durante 5 min. En ese momento, para la determinación de los ST, una parte del rehidratado ( $m_{Rh}^1$ ) se secó en estufa de vacío (Vacioterm, J.P. Selecta) a 60°C y con presión <100mm Hg durante 24 h, para obtener el peso seco ( $m_{Rh}^{1s}$ ). Para la determinación de los SS, otra parte de la muestra rehidratada ( $m_{Rh}^2$ ) fue centrifugada (GYROZEN 123GR, Korea) a 10.000 rpm durante 10 minutos a 4°C. Todo el sobrenadante obtenido se filtró con filtro de jeringa con papel Whatman n°1, y todo el filtrado obtenido se secó ( $m_{Rh}^{2fs}$ ) en las mismas condiciones descritas para los ST.

$$SD = \frac{SS}{ST} = \frac{(m_{Rh}^{1s}/m_{Rh}^1)}{(m_{Rh}^{2fs}/m_{Rh}^2)} \quad (3)$$

donde cada término de la ecuación se explica en el párrafo inmediatamente superior a ella.

## PROPIEDADES MECÁNICAS

Se realizaron pruebas de compresión mecánica, empleando un texturómetro TA-XT Plus (Stable Micro Systems, UK), con una sonda cilíndrica de 10 mm de diámetro. Para ello se fijó una deformación de 3 mm a 2 mm/s. Este ensayo se realizó a todas las muestras previamente acondicionadas a la misma humedad relativa (HR). Para ello se prepararon cámaras herméticamente cerradas, en las cuales se dispusieron disoluciones saturadas de LiCl, que permitieron obtener un ambiente con una HR de 11,3%. Entre 1 y 1,5 g de muestra se colocaron en recipientes plásticos cilíndricos (18 mm de diámetro y 23 mm de alto) y se mantuvieron en las cámaras. En el caso de los solutos estabilizantes, se colocaron las muestras a diferentes temperaturas (4, 15 y 60°C) y durante diferentes tiempos ( $t_1= 24$  h;  $t_2= 72$  h y  $t_3=$  hasta alcanzar  $a_w=0,113$ ). Para las muestras de producto en polvo tanto liofilizado como atomizado, se empleó únicamente una temperatura (15°C) y un tiempo (24 h). Para identificar el tercer tiempo ( $t_3$ ), periódicamente se controló el peso de las muestras y, en el momento en que alcanzaron peso constante, se asumió el equilibrio termodinámico entre la muestra y el ambiente, lo que supone que la  $a_w$  de las muestras es igual a la HR de la

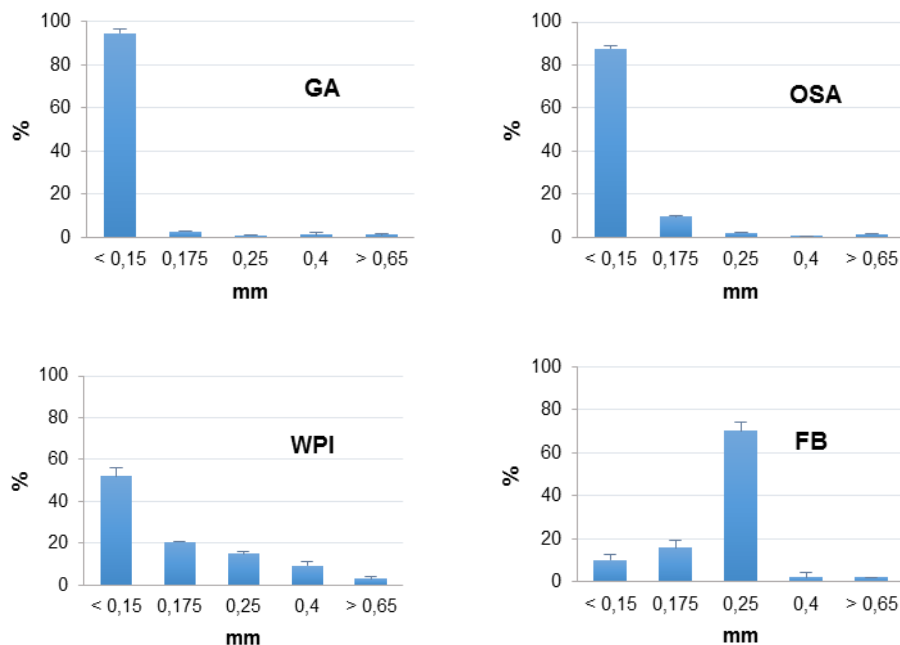
cámara/100. Se registró la fuerza máxima ( $F_{max}$ ) alcanzada durante la compresión de las diferentes muestras.

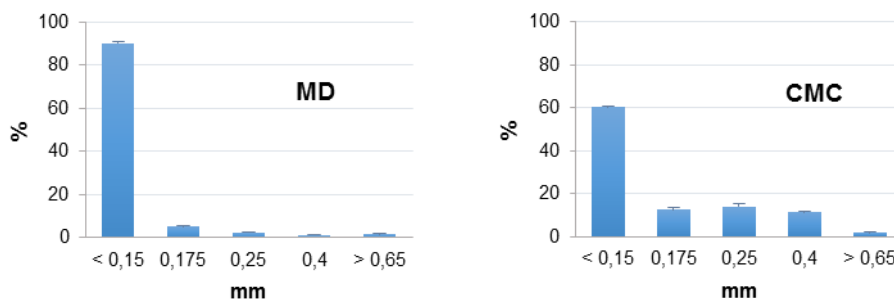
### 2.3. Análisis estadístico

Se realizaron análisis de la varianza (ANOVA) con un nivel de significación del 95% ( $p < 0.05$ ), empleando el programa Statgraphics Centurion XVI.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

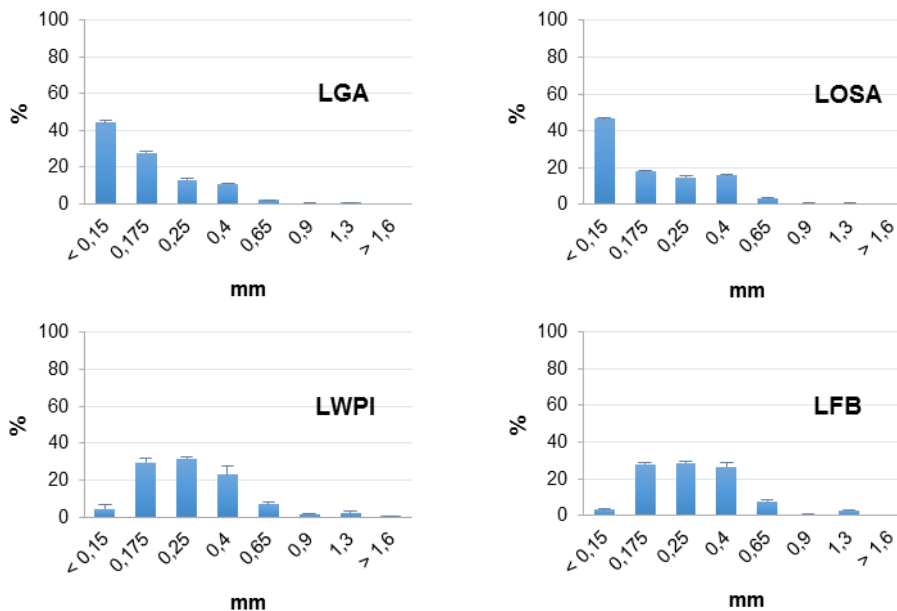
Entre las propiedades de estabilidad de los polvos estudiadas, se encuentra la distribución del tamaño de partícula. Ésta es una de las propiedades más importantes de los productos en polvo y está directamente relacionada con el comportamiento del material y/o las propiedades físicas del producto (Ortega Rivas *et al.*, 2006). En la Figura 2 se presenta distribución del tamaño de partícula de los solutos. A excepción de la FB, el tamaño de partícula de los solutos puede considerarse inferior a 0,65 mm. Córdoba *et al.* (2012) reportan la presencia de estructuras fibrosas en suspensiones de fibra, que pueden estar asociadas a la presencia de celulosa y hemicelulosa insolubles. Teniendo en cuenta que el tamaño de los tamices utilizados en este estudio está comprendido entre 0,15 y 1,6 mm, los resultados demuestran que los tamices de abertura menor a 0,5 mm serían más indicados para este tipo de productos, dado el pequeño tamaño de sus partículas.

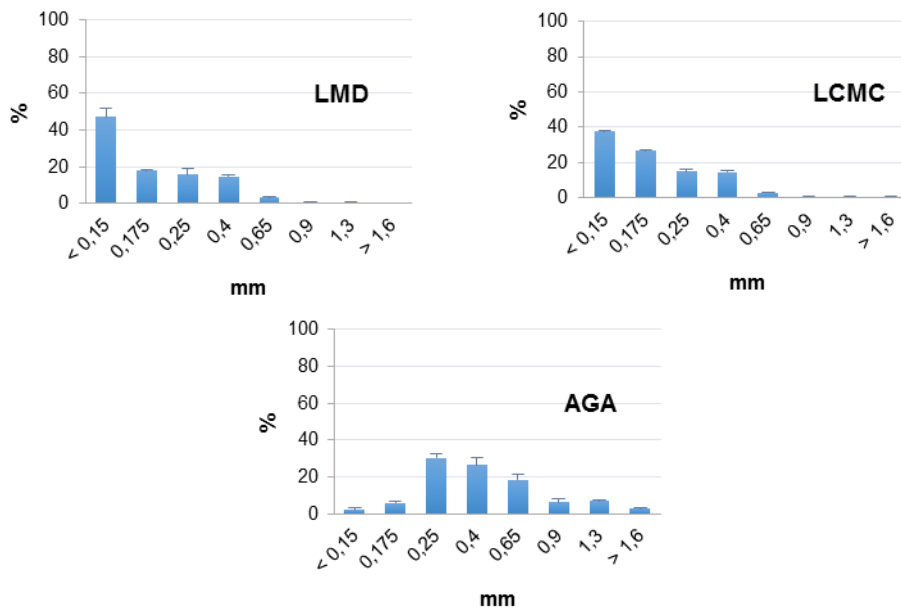




**FIGURA 2.** Distribución del tamaño de partícula de los diferentes solutos estudiados.

Por otra parte, las formulaciones presentaron tamaños medios de las partículas en todo el intervalo estudiado (<0,15 - >1,6 mm) (Figura 3). Se observa un leve aumento del porcentaje de partículas de mayor tamaño, en relación a los resultados de los solutos. Destaca nuevamente la distribución de tamaños del polvo liofilizado con FB (LFB). Teniendo en cuenta que durante la preparación de las muestras, antes de su análisis, la torta liofilizada es pulverizada y sometida a un tamizado a través de una malla de 0,70 mm, este resultado llama la atención y podría estar relacionado con las condiciones en las cuales se realizó el ensayo, ya que no fue posible controlar totalmente las condiciones ambientales del recinto en donde se trabajó. Cualquier aumento en la HR y temperatura del ambiente afecta a las características del polvo, favoreciendo su pegado a las paredes y malla del tamiz, y su aglomeración, factores que pudieron influir en los resultados obtenidos.

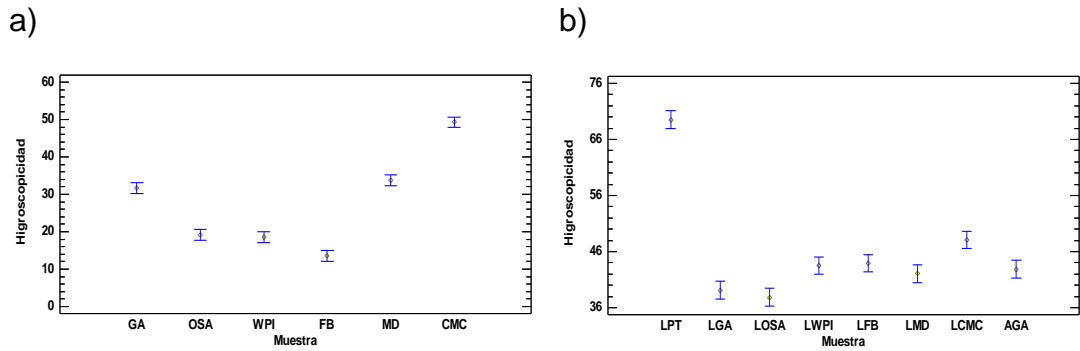




**FIGURA 3.** Distribución del tamaño de partícula de las diferentes formulaciones estudiadas.

La higroscopicidad se define como la habilidad de un material de absorber la humedad en un ambiente de alta humedad relativa. Generalmente, un polvo con baja higroscopicidad, bajo contenido en agua y grado de apelmazamiento, y alta solubilidad, se considera un buen polvo (Bhusari et al., 2014).

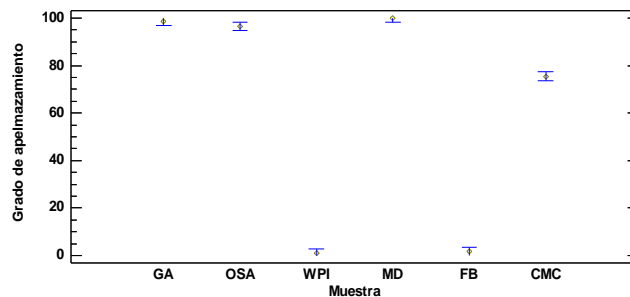
En la Figura 4 se muestran los valores medios de la higroscopicidad de los solutos y de las formulaciones, observándose diferencias significativas ( $p < 0.05$ ). Comparando ambas gráficas, se observa que la tendencia de este parámetro tanto para las formulaciones como para los solutos solos es prácticamente la misma, presentando la CMC y la formulación LCMC una mayor higroscopicidad. Por otra parte, los valores de higroscopicidad son más altos en las formulaciones, lo cual podría asociarse a la presencia de azúcares en el producto. Si observamos la Figura 4b, es evidente que la incorporación de solutos contribuye a la reducción de la higroscopicidad en las muestras. Una de las maneras en que los solutos actúan es compitiendo por las moléculas de agua, formando una barrera protectora frente a la humedad en la superficie de las partículas. Además, la higroscopicidad de polvos de alimentos con un alto contenido en azúcares está relacionada con la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ). Cuanto mayor es la  $T_g$  del producto, menor es su higroscopicidad. Los solutos de alto peso molecular son menos higroscópicos, y ayudan a disminuir la higroscopicidad del polvo final. Cai y Corke (2000) y Bhusari et al. (2014), reportaron resultados similares en muestras atomizadas de betacianina de *Amaranthus* y pulpa de tamarindo, respectivamente.



**FIGURA 4.** Valores medios e intervalos Tukey HSD de la higroscopicidad (g de agua ganada/100 g de muestra), de las muestras de solutos (a) y de las formulaciones (b).

La Figura 5 muestra el comportamiento de las medias del grado de apelmazamiento e intervalos de Tukey HSD del 95% para cada soluto. El grado de apelmazamiento puede definirse como la cantidad de polvo retenido en un tamiz de 0,5 mm, después de volver a secar y tamizar la torta formada durante la determinación de la higroscopicidad. El apelmazamiento del polvo es una reacción indeseable, que consiste inicialmente en la transformación del polvo en un material aglomerado y pegajoso, y cuyo resultado provoca una disminución de la funcionalidad y la fluidez del polvo y por tanto, la pérdida de la calidad (Aguilera et al., 1995).

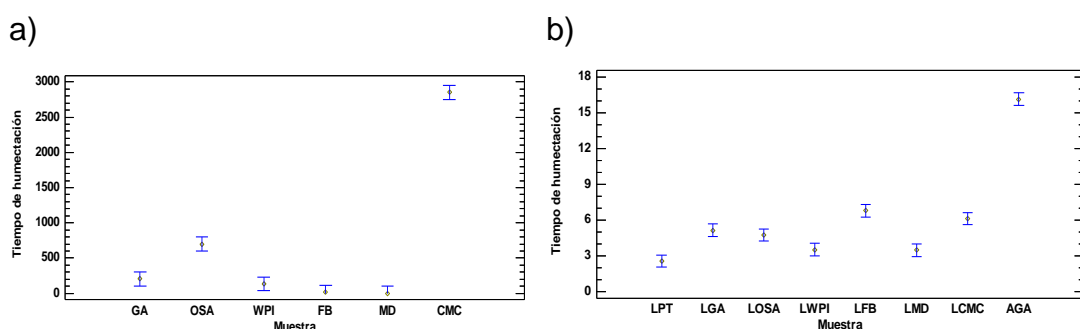
Para la caracterización del grado de apelmazamiento se utilizó una escala elaborada por A/S Niro Atomizer que permite clasificar a los polvos según su porcentaje (%) de apelmazamiento, desde no apelmazables hasta extremadamente apelmazables. En algunos casos, es imposible remover la torta formada luego del secado y, por ende, no es posible tamizar la muestra, por lo que el polvo es considerado como extremadamente apelmazable. Tal es el caso de la MD, cuyo grado de apelmazamiento fue del 100%. Los polvos de GA, OSA y CMC, pudieron ser tamizados, sin embargo, no perdieron la forma y presentaron valores entre 75,4 y 98,7%, por lo que son clasificados como muy apelmazables. En cambio la WPI y la FB, cuyos valores fueron menores al 10%, se consideran como no apelmazables. Por las características de composición del polvo liofilizado y atomizado, este parámetro no pudo ser medido en las formulaciones.



**FIGURA 5.** Valores medios e intervalos Tukey HSD del grado de apelmazamiento de los solutos (%).

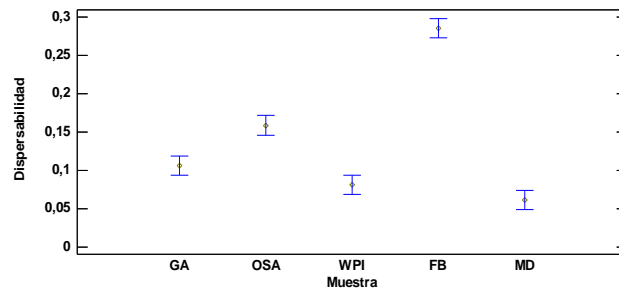
El grado de instantaneidad de un producto en polvo depende de ciertas propiedades físicas, entre ellas la humectabilidad, la dispersabilidad y la solubilidad. La humectabilidad, que se define como la capacidad de un polvo para ser penetrado por un líquido debido a las fuerzas capilares (Hogekamp y Schubert, 2003).

Según se muestra en la Figura 6, existen diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) en el tiempo de humectación (inversamente proporcional a la humectabilidad) respecto de los solutos estudiados. En la Figura 6a se observa que la CMC es el soluto menos humectable, ya que alcanzó un tiempo medio de  $2850,61 \pm 29$  s. Este elevado tiempo de humectación pudo deberse a la formación de un gel alrededor de la muestra en la superficie del agua, lo cual impidió el contacto del agua con las demás partículas del polvo. Respecto a las formulaciones, en la Figura 6b se muestra que las muestras liofilizadas requirieron tiempos similares para humectarse, por el contrario, se observó un aumento significativo ( $p < 0.05$ ) del tiempo de humectación en la muestra atomizada, es decir, fue la menos humectable, lo cual podría relacionarse con el tamaño de partícula. Las partículas pequeñas ofrecen una gran relación área/masa, por lo que no se humedecen individualmente, sino que forman grumos, quedando cubiertas por una capa superficial mojada, la cual reduce la velocidad con que el agua penetra hacia el interior de las partículas del grumo (Brennan *et al.*, 1998). Comparando ambas gráficas, es evidente que el tiempo necesario para humectar los solutos es mucho mayor al de las formulaciones.



**FIGURA 6.** Valores medios e intervalos Tukey HSD de la humectabilidad de las muestras de solutos (a), y de las formulaciones (b), expresada como el tiempo de humectación (s).

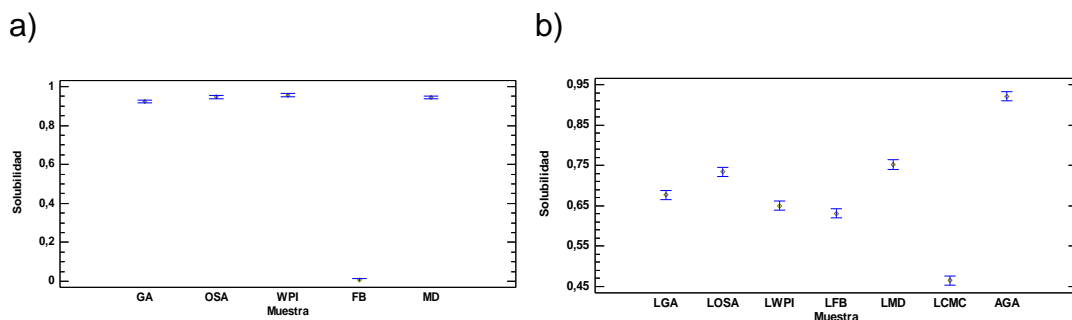
En la Figura 7 se representan los valores de dispersabilidad de los solutos. Dado que el método empleado es espectrofotométrico, se decidió no analizar las formulaciones, ya que se consideró que el color del polvo liofilizado podía interferir en la medición de la densidad óptica y, por lo tanto, dar valores erróneos de la dispersabilidad. Se observaron diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre las medidas de dispersabilidad de los solutos, siendo la FB, el soluto más dispersable. La alta dispersabilidad y baja solubilidad de la FB fue reportada en estudios realizados por Contreras *et al.* (2012).



**FIGURA 7.** Valores medios e intervalos Tukey HSD de la dispersabilidad de las muestras de solutos medida a 760 nm (Unidades de densidad óptica).

La solubilidad es la velocidad y grado en que los componentes de las partículas de polvo se disuelven en el agua. La literatura reporta trabajos que demuestran que la solubilidad de un polvo instantáneo está directamente relacionada con su microestructura (Cano-Chauca et al., 2005).

En la Figura 8 se presentan los valores medios de la solubilidad para los solutos y las formulaciones. Entre los solutos (Figura 8a), destaca la FB, que presenta los valores significativamente más bajos ( $p < 0.05$ ), lo cual es característico de la FB, según observaron Contreras et al. (2012). El resto de los solutos presentaron valores de solubilidad cercanos a 1. No fue posible medir la solubilidad de la CMC, ya que la concentración de muestra utilizada es muy alta para este soluto e impedía la preparación de la mezcla del soluto con agua. En cuanto a las formulaciones (Figura 8b), se observó una disminución de este parámetro, respecto de los solutos solos, en todos los casos a excepción de la formulación con fibra de bambú (LFB). La solubilidad de las muestras podría, por tanto, estar más influenciada por la composición de la fruta que por el propio soluto. La muestra LCMC presentó los valores de solubilidad más bajos y la muestra LMD valores más altos. La muestra atomizada fue la más soluble.

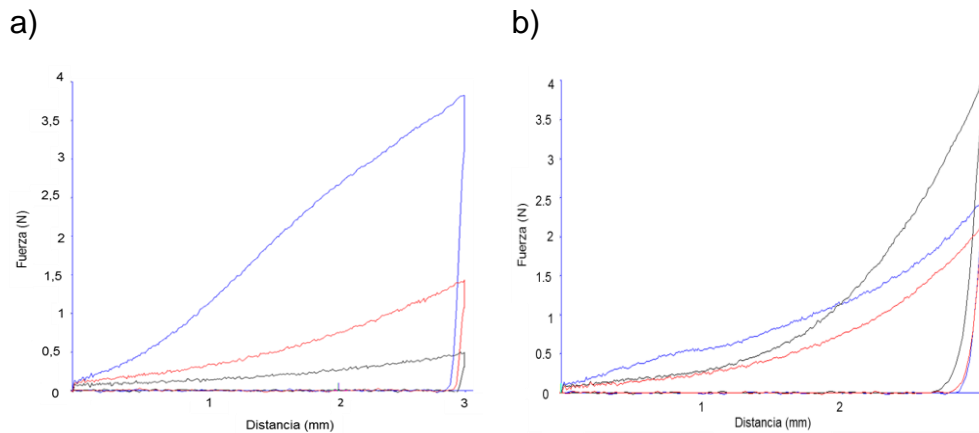


**FIGURA 8.** Valores medios e intervalos Tukey HSD de la solubilidad de las muestras de solutos (a), y de las formulaciones (b).

Las pruebas de compresión mecánica se llevaron a cabo con el fin de evaluar la influencia de la temperatura y el tiempo de almacenamiento de las muestras en ambiente controlado, en este estudio con disoluciones saturadas de LiCl ( $a_w = 0,113$ ).

En la Figura 9 se muestran como ejemplo las curvas fuerza-distancia de tres solutos (Figura 9a) y sus correspondientes formulaciones (Figura 9b). Se

evidencia un aumento de la fuerza en las formulaciones respecto a los solutos solos, lo cual podría estar relacionado a la composición, incluso la forma de las curvas es distinta, a excepción de la MD, que mantiene la misma forma.



**FIGURA 9.** Curvas de Fuerza (N) - Distancia (mm) de los solutos OSA (—), GA (—) y MD (—) (a), y de las formulaciones LOSA (—), LGA (—) y LMD (—) (b), almacenados a 15°C durante 24 h ( $a_w = 0,113$ ).

En la Tabla 2 se muestran los valores medios de la  $F_{max}$  registrada para cada uno de los solutos a diferentes tiempos y temperaturas. Se puede observar que la GA, la OSA y la FB presentan los valores más bajos, seguidos por la MD, la FB y la CMC, que es la muestra que presentó medias más altas de  $F_{max}$ . Se aprecia también, que el tiempo de almacenamiento a diferentes temperaturas y en condiciones de controladas de  $a_w$ , no ejerce una influencia mayor en la  $F_{max}$ . Únicamente la GA, la WPI y la CMC, presentaron diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) en el almacenamiento más prolongado, a 60°C en el caso de los dos primeros solutos, y a 15°C en el último soluto.

**TABLA 2.** Valores medios e intervalos Tukey HSD de la  $F_{max}$  (N) respecto a la temperatura (°C) y el tiempo de almacenamiento en cámaras.

Muestra	T (°C)	*t	$F_{max}$ (N)	Muestra	T (°C)	*t	$F_{max}$ (N)
GA	4	1	1,1 (0,4) <sup>a</sup>	OSA	4	1	0,6 (0,4) <sup>a</sup>
		2	1,6 (0,3) <sup>a</sup>			2	0,5 (0,2) <sup>a</sup>
		3	1,75 (0,14) <sup>a</sup>			3	1,0 (0,6) <sup>a</sup>
	15	1	1,2 (0,4) <sup>a</sup>		15	1	0,47 (0,08) <sup>a</sup>
		2	1,3 (0,6) <sup>a</sup>			2	0,7 (0,4) <sup>a</sup>
		3	2,0 (0,2) <sup>a</sup>			3	0,8 (0,2) <sup>a</sup>
	60	1	1,1 (0,2) <sup>a</sup>		60	1	0,49 (0,1) <sup>a</sup>
		2	1,1 (0,4) <sup>a</sup>			2	0,4 (0,2) <sup>a</sup>
		3	2,2 (0,3) <sup>b</sup>			3	0,71 (0,08) <sup>a</sup>
WPI	4	1	14,2 (1,8) <sup>a</sup>	FB	4	1	0,94 (0,02) <sup>a</sup>
		2	14 (3) <sup>a</sup>			2	0,94 (0,06) <sup>a</sup>
		3	19,0 (1,7) <sup>a</sup>			3	2,27 (1,03) <sup>a</sup>

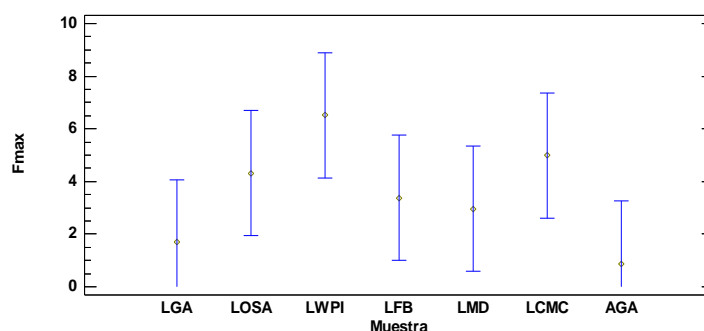


	15	1	8,3 (0,9) <sup>a</sup>		15	1	1,2 (0,8) <sup>a</sup>
		2	8,3 (0,7) <sup>a</sup>			2	0,8 (0,2) <sup>a</sup>
		3	16 (4) <sup>b</sup>			3	2,3 (0,9) <sup>a</sup>
	60	1	8,5 (1,5) <sup>a</sup>		60	1	1,16 (0,12) <sup>a</sup>
		2	9 (2) <sup>a</sup>			2	0,8 (0,4) <sup>a</sup>
		3	17 (2) <sup>b</sup>			3	1,4 (0,8) <sup>a</sup>
<b>MD</b>	4	1	4,8 (0,8) <sup>a</sup>	<b>CMC</b>	4	1	34 (12) <sup>a</sup>
		2	5,2 (1,2) <sup>a</sup>			2	61 (20) <sup>a</sup>
		3	4,4 (0,2) <sup>a</sup>			3	50 (5) <sup>a</sup>
	15	1	3,83 (0,05) <sup>a</sup>		15	1	26 (8) <sup>a</sup>
		2	3,1 (0,5) <sup>a</sup>			2	49 (21) <sup>a</sup>
		3	3,8 (0,6) <sup>a</sup>			3	83,8 (1,6) <sup>b</sup>
	60	1	3,4 (0,9) <sup>a</sup>		60	1	40 (17) <sup>a</sup>
		2	3 (0,5) <sup>a</sup>			2	51 (12) <sup>a</sup>
		3	2,5 (0,7) <sup>a</sup>			3	46 (18) <sup>a</sup>

a-b: superíndices diferentes dentro de la misma columna de cada soluto, indican diferencias significativas entre la  $F_{max}$  ( $p < 0.05$ ).

t\*: tiempo: 1= 24 h; 2= 72 h y 3= hasta peso constante.

Los valores medios de la  $F_{max}$  de las formulaciones obtenidos de los ensayos de compresión se encuentran representados en la Figura 10. Muestras como LOSA, LFB, LMD y LCMC presentan valores similares y superiores a las dos muestras con GA (LGA y AGA). Comparando estas medias con los valores de  $F_{max}$  obtenidos para los solutos, se puede ver que las formulaciones LWPI y LCMC presentan valores más altos respecto a las demás, tal y como ocurre con los solutos.



**FIGURA 10.** Valores medios e intervalos Tukey HSD de la Fuerza máxima (N) de las formulaciones almacenadas a 15°C durante 24 h ( $a_w = 0,113$ ).

## CONCLUSIONES

En la evaluación de la estabilidad, las variables estudiadas indican que el tamaño de partícula de los solutos estabilizantes es menor que el de las formulaciones tanto liofilizadas como atomizadas, aunque se ha visto que el

control de las condiciones ambientales es crítico en este tipo de ensayos. Por otra parte, la incorporación de los solutos contribuye a la reducción de la higroscopicidad en todas las muestras, y por tanto a su estabilidad. Globalmente, y teniendo en cuenta el mayor tamaño de partícula, la menor higroscopicidad y el menor grado de apelmazamiento, podríamos concluir que la fibra de bambú, y el aislado de proteína de suero de leche son los solutos que exhiben mejores características de estabilidad. En cuanto a las propiedades de instantaneidad, la adición de los solutos provocó en general una disminución del tiempo de humectación y de la solubilidad, aunque las diferencias en la humectabilidad parecen deberse más a la composición en azúcares de las muestras formuladas que a los solutos agregados. La fibra de bambú destaca por ser altamente dispersable, pero muy poco soluble. Los métodos de determinación del grado de apelmazamiento y de las dispersabilidad no son adecuados para las muestras de pomelo en polvo.

## REFERENCIAS

- Abdalla, A. A.; Mohammed, M. A.; Mudawi, H. A. 2010. Production and Quality of Instant Baobab (*Adansonia digitata* L.). *Advance Journal of Food Science and Technology*, **2(2)**: 125-133.
- Adhikari, B.; Howes, T.; Bhandari, B. R.; Troung, V. 2004. Effect of addition of maltodextrin on drying kinetics and stickiness of sugar and acid-rich foods during convective drying: Experiments and modelling. *Journal of Food Engineering*, **62(1)**:53-68.
- Aguilera, J.M.; Del Valle, J.M.; Karel, M. 1995 Caking phenomena in amorphous food powder. *Trends in Food Science and Technology*, **6**:149–155.
- 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.
- A/S Niro Atomizer. Determination of Degree of caking. GEA Niro analytical method A 15 a. Dirección URL:<<http://www.niro.com/methods>>. [Consulta: 23 Feb. 2015].
- Bhusari, S. N.; Muzaffar, K.; Kumar, P. 2014. Effect of carrier agents on physical and microstructural properties of spray dried tamarind pulp powder. *Powder Technology*, **266**: 354-364.
- Brennan, J. G.; Butters, J. R.; Cowell, N. D.; Lilley, A. E. V. 1998. Las operaciones de la Ingeniería de Alimentos (pp. 714).
- Cai, Y. Z.; Corke, H. 2000. Production and Properties of Spray-dried Amaranthus Betacyanin Pigments. *Journal of Food Science*, **65(6)**:1248-1252.
- Cano-Chauca, M.; Stringheta, P. C.; Ramos, A. M.; Cal-Vidal, J. 2005. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, **6(4)**:420-428.
- Contreras, C.; Igual, M.; Martínez-Navarrete, N. 2012. Physicochemical properties of bamboo fibre and jams added with bamboo fibre. *Advances in Chemistry Research*. Volume 15. J. C. Taylor (Ed.). Nova Science Publishers, Inc. (pp. 57-78)
- Córdoba, A.; Camacho, M. M.; Martínez-Navarrete, N. 2012. Rheological Behaviour of an Insoluble Lemon Fibre as Affected by Stirring, Temperature, Time and Storage. *Food and Bioprocess Technology*, **5(3)**:1083-1092.
- Freudig, B.; Hogekamp, S.; Schubert, H. 1999. Dispersion of powders in liquids in a stirred vessel. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, **38(4–6)**:525-532.
- Hogekamp, S.; Schubert, H. 2003. Rehydration of food powders. *Food Science and Technology International*, **9(3)**:223-235.
- Igual, M.; Ramírez, S.; Mosquera, L. H.; Martínez-Navarrete, N. 2014. Optimization of spray drying conditions for lulo (*Solanum quitoense* L.) pulp. *Powder Technology*, **256**:233-238.

- 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.
- Jinapong, N.; Supphantharika, M.; Jamnong, P. 2008. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, **84(2)**:194-205.
- Levi, G.; Karel, M. 1995. Volumetric shrinkage (collapse) in freeze-dried carbohydrates above their glass transition temperature. *Food Research International*, **28(2)**:145- 151.
- 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.
- Mosquera, L. H.; Martínez-Navarrete, N.; Moraga Ballesteros, G. 2010. Influencia de la humedad y de la adición de solutos (maltodextrina o goma arábica) en las propiedades fisicoquímicas de borjón y fresa en polvo. Tesis Doctoral. Universitat Politècnica de Valencia.
- OMS. 2015. Estrategia mundial sobre régimen alimentario, actividad física y salud. Fomento del consumo mundial de frutas y verduras. Dirección URL:< <http://www.who.int/dietphysicalactivity/fruit/es>>. [Consulta: 10 Mayo 2015].
- Ortega-Rivas, E.; Juliano, P.; Yan, H. 2006. Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality: Springer US. (pp. 374).
- Peiró, R.; Dias, V. M. C.; Camacho, M. M.; Martínez-Navarrete, N. 2006. Micronutrient flow to the osmotic solution during grapefruit osmotic dehydration. *Journal of Food Engineering*, **74(3)**:299-307.
- Ré, M. I. 1998. Microencapsulation of spray drying. *Drying Technology*, **16(6)**:1195-1236.
- Shittu, T. A.; Lawal, M. O. 2007. Factors affecting instant properties of powdered cocoa beverages. *Food Chemistry*, **100**:91-98.
- Sousa, A. S. d.; Borges, S. V.; Magalhães, N. F.; Ricardo, H. V.; Azevedo, A. D. 2008. Spray-dried tomato powder: reconstitution properties and colour. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, **51**:607-614.
- 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(5)**:744-751.