

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

ESCOLA TÈCNICA SUPERIOR D'ENGINYERIA
AGRONÒMICA I DEL MEDI RURAL



Estabilidad física y funcional del pomelo en polvo obtenido por atomización

TRABAJO FIN DE GRADO EN INGENIERIA AGROALIMENTARIA Y
DEL MEDIO RURAL

AUTOR: ROBERTO PALLÁS LODEIRO

TUTORA: NÚRIA MARTÍNEZ NAVARRETE Y M^a DEL MAR CAMACHO VIDAL

DIRECTOR EXPERIMENTAL: FREDDY GONZÁLEZ ZAMORA

Curso académico: 2016/2017

VALENCIA, JUNIO 2017

Licencia Creative Commons "Reconocimiento no Comercial- Sin Obra derivada"



Estabilidad física y funcional del pomelo en polvo obtenido por atomización

RESUMEN

La atomización permite la obtención de alimentos en polvo de muy alta calidad. Las frutas son alimentos de alto valor funcional, principalmente debido a la capacidad antioxidante que presentan algunos de sus compuestos como las vitaminas y fitoquímicos. No obstante, se trata de alimentos muy perecederos debido a su alto contenido en agua, lo que limita su consumo. El formato de fruta deshidratada en polvo aumenta la vida útil del producto, además de ofrecer otras ventajas relacionadas con el menor espacio necesario para su transporte y almacenamiento. En la medida en que el proceso utilizado para la obtención del polvo mantenga estable la calidad de la fruta, incluido su valor funcional, ésta podría ser otra forma de ofrecer fruta al consumidor. En este trabajo se ha estudiado la estabilidad del pomelo en polvo obtenido por atomización en cuanto a su fluidez, color y capacidad antioxidante. Para ello se ha analizado la evolución de estas propiedades en función de la humedad relativa del ambiente al que está expuesto el producto y de la presencia o ausencia de luz y oxígeno. El color se ha medido a través de las coordenadas CIE L*a*b*, las propiedades mecánicas mediante un ensayo de compresión y la capacidad antioxidante por el método del DPPH. Los resultados obtenidos permiten establecer que para asegurar la estabilidad del pomelo en polvo durante su almacenamiento conviene envasarlo a vacío o en envases que aseguren una humedad relativa en su interior inferior al 20 %, sin necesidad de que el envase sea opaco. En estas condiciones, en seis meses, el producto se mantiene suelto y su color es aceptable, siendo la pérdida de su capacidad antioxidante en torno al 26 %.

Palabras clave: atomización, actividad antioxidante, propiedades mecánicas, color, almacenamiento

Autor: Roberto Pallás Lodeiro

Tutor: Nuria Martínez Navarrete; María del Mar Camacho Vidal; Freddy González Zamora

Valencia, 16 Junio de 2017

ABSTRACT:

Spray drying allows obtaining powdered foods of very high quality. Fruits are foods of high functional value, mainly due to the antioxidant capacity of some of their compounds such as vitamins and phytochemicals. However, they are very perishable foods because of their high water content, which limits their consumption. The format of powdered fruit increases the shelf life of the product, besides offering other advantages related to the smaller space necessary for its transport and storage. To the extent that the process used to obtain the powder maintains a stable fruit quality, including its functional value, this could be another way of offering fruit to the consumer. In this work, the stability of powdered grapefruit obtained by atomization in terms of its color, flowability and antioxidant capacity have been studied. For this purpose, the evolution of these properties was analysed as a function of the relative humidity of the environment to which the product is exposed and of the presence or absence of light and oxygen. The color was measured through the CIE L*a*b* coordinates, the mechanical properties by a compression test and the antioxidant capacity by the DPPH method. The obtained results allow us to establish that in order to ensure the stability of the powdered grapefruit during its storage, it is advisable to pack it at vacuum or in packages that ensure a relative humidity of less than 20% inside it, without the need for the package to be opaque. Under these conditions, in six months, the product remains as a free flowing powder and its color is acceptable, with a loss of its antioxidant capacity at around 26%.

KEY WORDS: Spray drying, antioxidant activity, mechanical properties, color, storage.

Author: Roberto Pallás Lodeiro

Tutor: Nuria Martínez Navarrete; María del Mar Camacho Vidal; Freddy González Zamora

Valencia, 16 Junio de 2017

En primer lugar me gustaría agradecer a mis tutoras Núria Martínez Navarrete y María del Mar Camacho Vidal por darme la oportunidad de realizar esta grata experiencia. También mostrar un gran aprecio y agradecimiento a Freddy González Zamora por todo su tiempo y dedicación hacia mi persona. Gracias por vuestras ideas, consejos y conocimientos para poder llevar a cabo este trabajo.

Cabe nombrar del mismo modo a mi familia y amigos, gracias por vuestro apoyo y por ser una perfecta fuente de motivación. Habéis sido el impulso principal para poder recorrer este camino hacia el inicio de la madurez intelectual y personal.

INDICE

1. INTRODUCCIÓN.....	1
2. OBJETIVOS	6
3. MATERIALES Y MÉTODOS.....	7
3.1. Materias primas	7
3.2. Caracterización de la materia prima y obtención del producto en polvo.....	7
3.3. Acondicionamiento del pomelo atomizado en diferentes ambientes.....	8
3.4. Capacidad antioxidante.....	9
3.5. Propiedades mecánicas.....	10
3.6. Color.....	10
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	12
4.1 Efecto de la atomización y de las condiciones de almacenamiento en la capacidad antioxidante del polvo	12
4.2 Efecto de las condiciones de almacenamiento en el color del polvo	13
4.3. Efecto de las condiciones de almacenamiento en las propiedades mecánicas del polvo	19
5. CONCLUSIONES.....	22
6. BIBLIOGRAFÍA.....	23
7. ANEXOS	26

INICE DE FIGURAS

Figura 1. Esquema del proceso de atomización (Euthorem, 2017).....	4
Figura 2 Valores medios y desviación estándar de la capacidad antioxidante (mmol Trolox equivalente/100 g solutos de pomelo) del licuado de pomelo (L), del licuado con los solutos añadidos (LS), de la muestra LS después de congelar y descongelar (LSD) y del polvo de pomelo recién atomizado (P ₀).....	12
Figura 3. Valores de la capacidad antioxidante (mmol Trolox equivalente/100 g solutos de pomelo) del polvo almacenado con luz (superior) y en oscuridad (inferior) a diferente humedad relativa (entre 11.3 y 52 %) y a vacío (V) durante 30, 90 y 180 días. La línea discontinua indica el valor del polvo recién atomizado.....	14
Figura 4. Valores de la luminosidad (L*) del polvo almacenado con luz (superior) y en oscuridad (inferior) a diferente humedad relativa (entre 11.3 y 52 %) y a vacío (V) durante 30, 90 y 180 días. La línea discontinua indica el valor del polvo recién atomizado.....	15
Figura 5. Valores del ángulo de tono (h _{ab} *) del polvo almacenado con luz (superior) y en oscuridad (inferior) a diferente humedad relativa (entre 11.3 y 52 %) y a vacío (V) durante 30, 90 y 180 días. La línea discontinua indica el valor del polvo recién atomizado.....	16
Figura 6. Valores del croma (C _{ab} *) del polvo almacenado con luz (superior) y en oscuridad (inferior) a diferente humedad relativa (entre 11.3 y 52 %) y a vacío (V) durante 30, 90 y 180 días. La línea discontinua indica el valor del polvo recién atomizado.....	17
Figura 7. . Valores de la diferencia de color, con respecto al polvo recién atomizado (ΔE), del polvo almacenado con luz (superior) y en oscuridad (inferior) a diferente humedad relativa (entre 11.3 y 52 %) y a vacío (V) durante 30, 90 y 180 días.....	18
Figura 8. Ejemplo de una curva fuerza-distancia obtenida del ensayo de compresión de una muestra almacenada durante 180 días, con luz y a una HR del 11,3%.....	20
Figura 9. Valores de la fuerza máxima de compresión del polvo almacenado con luz (superior) y en oscuridad (inferior) a diferente humedad relativa (entre 11.3 y 52 %) y a vacío (V) durante 30, 90 y 180 días. La línea discontinua indica el valor del polvo recién atomizado.....	21

1. INTRODUCCIÓN

La tendencia alimentaria actual indica que el consumo diario de frutas y verduras es parte fundamental de una dieta saludable. La Organización Mundial de la Salud recomienda una ingesta diaria aproximada, como norma general, de unos 200-250g/día para niños y 300-400g/día para adolescentes y adultos. Esta ingesta garantiza el suficiente consumo de micronutrientes, fibra dietética y compuestos antioxidantes que se requieren diariamente para evitar una malnutrición y satisfacer las necesidades nutricionales diarias. Se ha estimado que un consumo diario de esta cantidad aproximada podría salvar hasta 1,7 millones de vidas al año, ya que su ingesta está relacionada con la reducción del riesgo de enfermedades crónicas tales como las cardiovasculares y cancerígenas (OMS, 2017).

Dentro del abanico de posibles frutas destaca la presencia de los cítricos, que se encuentran entre las especies más cultivadas a nivel mundial debido a sus beneficios nutricionales y sus efectos beneficiosos para la salud (FAO, 2015). Los cítricos no sólo se cultivan por su alto contenido en vitamina C y/o nutrientes tales como carbohidratos, fibra, calcio, potasio, fosforo o vitamina B6, sino también por su alto contenido de múltiples metabolitos secundarios como flavonoides, alcaloides, limonoides, carotenoides, ácidos fenólicos y aceites esenciales, que poseen una gran variedad de efectos fisiológicos antioxidantes, antiinflamatorios, antitumorales, disminución de la obesidad, etc. Existe una gran cantidad de documentación en la bibliografía que pone de manifiesto que muchos de estos compuestos están asociados con una importante reducción en el riesgo de contraer enfermedades cardiovasculares, cáncer de colón, de pecho, pulmón, párkinson y esclerosis (Heiss et al., 2001).

Las diferentes especies del género citrus se cultivan en más de 140 países de clima tropical, subtropical y mediterráneo alcanzando alrededor de 8,7 millones de hectáreas con una producción total estimada en 2012 de 130 millones de toneladas. El 60% de esta producción corresponde a las naranjas, seguido de un 20% por las mandarinas, entre un 11-12% por el grupo de los limones y limas y el 5-6% por los pomelos. China, Brasil, EEUU, India, México y España, son los países que destacan sobre el resto, produciendo las dos terceras partes de la producción total (Lv et al., 2015).

No sólo los cítricos comúnmente conocidos como la naranja y la mandarina son de importancia económica. El pomelo (*C. paradisi*) ha experimentado un incremento en su producción del 1,6% desde el año 2010 al 2011, aumentando considerablemente su importancia económica entre los cítricos. Los mayores productores mundiales son los Estados Unidos, Israel, Cuba y países situados a lo largo de la línea del Ecuador con una producción de unos 5,5 millones de toneladas al año. Entre las principales variedades de cítricos, sólo el pomelo se procesa a un nivel comparable al de la naranja. En países desarrollados la producción se ha estabilizado, pero en los países en desarrollo se espera un significativo incremento. Estas expectativas justifican la consideración de este cultivo en términos económicos (Spren, 2001).

El origen del pomelo no se conoce con exactitud. Existen hipótesis que atribuyen su origen a Asia, mientras otras lo datan como un cruce natural producido entre el naranjo dulce y el pummelo en la isla Barbados (América Central) hace 300 años, extendiéndose por todo el Caribe y llevado a Florida (EEUU) por el conde francés Odette Philippe. En EEUU el investigador Richard Hensz obtuvo las dos variedades comerciales más importantes, Star Ruby y Rio Red (AILIMPO, 2017). Las variedades del pomelo se clasifican en función de la tonalidad del flavedo. Existen pues variedades blancas o comunes como el pomelo blanco (Marsh seedleels o White Marsh), con alto contenido en zumo, y variedades pigmentadas con el flavedo de color rosa o rojizo entre las que cabe destacar la Star Ruby y Rio Red (Infoagro, 2017). Star Ruby es la variedad por excelencia dentro de las pigmentadas, de sabor más dulce y menos amargo. Es un hesperidio globoso de color rojizo en su flavedo también con un alto contenido en zumo, superior al de otras variedades. Aparte de su elevado contenido en zumo, la variedad Star Ruby posee un alto contenido en componentes bioactivos y una alta capacidad antioxidante, siendo una importante fuente de compuestos fitoquímicos, mayor que las especies blancas (Gorinstein et al., 2005; Vanamala et al., 2006).

Nutricionalmente aporta vitamina A, que ayuda a mantener el buen estado de la visión, y hasta 40 mg de vitamina C por 100g, que ayuda a la formación de colágeno, huesos, dientes y glóbulos rojos, cumpliendo la ingesta mínima recomendada por la Organización Mundial de la Salud. Estas dos vitaminas son además necesarias para ayudar a un buen funcionamiento del sistema inmunitario (EFSA, 2011).

Debido a los innumerables beneficios que proporcionan tanto las frutas como los vegetales y al incremento de la conciencia mundial sobre la salud humana, no es de extrañar que la industria alimentaria desarrolle nuevos productos que puedan satisfacer las necesidades e inquietudes del consumidor. Uno de los procesos que más se emplean en la industria alimentaria es la deshidratación, con el objetivo de reducir la cantidad de agua del producto, y por lo tanto su actividad del agua, lo que le confiere mayor estabilidad. Además, al disminuir considerablemente la relación volumen/peso, el producto deshidratado final es de más fácil de manejo, con mayor facilidad para el transporte y almacenamiento, lo que le confiere un valor añadido fundamental en la cadena de distribución. Los productos deshidratados permiten ofrecer diferentes formatos de presentación para su consumo en forma de snack o en polvo, entre otros.

En la industria alimentaria existen diferentes métodos de deshidratación. Uno de ellos es el método de secado por medio de energía solar, comúnmente empleado para secar frutas y verduras, que ofrece un escaso control en el proceso de secado y un elevado riesgo de degradación del producto debido a reacciones bioquímicas que limitan significativamente su uso en el sector (Jiang et al., 2013). Así mismo uno de los procesos que está ganando popularidad es la deshidratación asistida por microondas, debido a una reducción en los tiempos de proceso y a la obtención de alimentos deshidratados de alta calidad nutricional (Ozkan, 2007). Este sistema, que emplea energía electromagnética en un rango de frecuencia determinado, muestra el inconveniente de que requiere un control preciso del sistema de aplicación para evitar un sobrecalentamiento del producto que pudiera afectar a su calidad (Ghanem et al., 2012). Además de este último proceso, la deshidratación por ultrasonidos es también una tecnología emergente que presenta la capacidad de inactivar microorganismos y enzimas sin la necesidad de aplicar alta temperatura ni presión al proceso, resultando muy apropiado pues para alimentos con constituyentes termolábiles como los vegetales (Cárcel et al., 2012). Dentro de los procesos de deshidratación cabe especial mención a la liofilización, un método de secado que elimina el agua del producto mediante un proceso de sublimación. Este cambio de estado del agua de sólido a gas, sin pasar por el estado líquido, asegura una alta calidad del producto seco, manteniendo al máximo sus propiedades organolépticas y con mínimas pérdidas en el valor nutricional en comparación con el producto en fresco. No obstante este proceso presenta el gran inconveniente de ser un proceso de larga duración, con exceso de empleo de energía, que se traduce en un elevado gasto económico (Ratti, 2001).

Otro método de secado muy empleado en la industria alimentaria es el de la atomización (*spray drying*), con ventajas económicas frente a la liofilización (Knorr, 1998). La atomización es un procedimiento de referencia que no sólo tiene aplicación en la industria alimentaria sino también en industrias farmacéuticas y agroquímicas. Este método de secado, esquematizado en la Fig. 1, consiste en pulverizar un fluido en una corriente de aire muy caliente, provocando la evaporación del agua en un tiempo muy corto, con un efecto negativo mínimo en las propiedades organolépticas y funcionales.

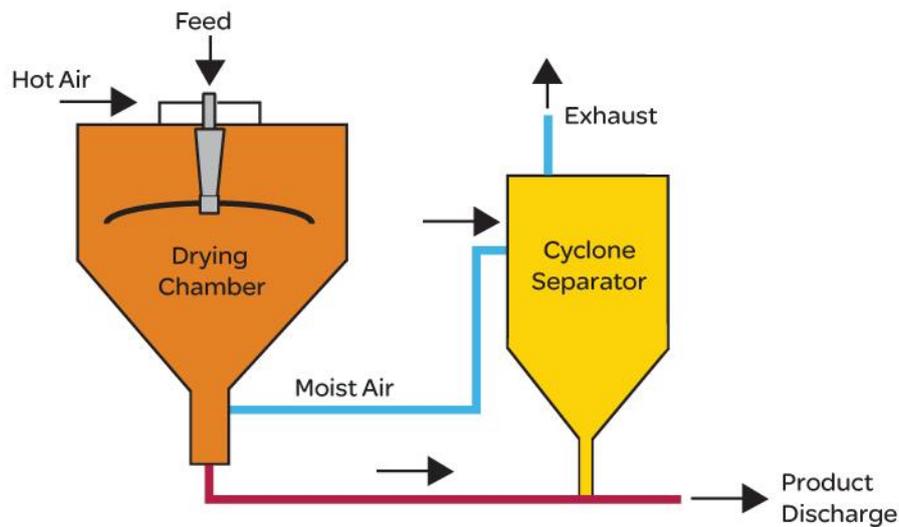


Figura1: Esquema del proceso de atomización (Euthorem, 2017)

En el caso de los zumos de frutas, la presencia de azúcares y ácidos orgánicos en su composición hace que se presenten problemas de pegajosidad durante y después de su deshidratación (Adhikansideri et al., 2004). Este aspecto es especialmente importante en el caso de la atomización, pues supone la adherencia de las partículas del polvo que se obtiene a las distintas partes del equipo, lo que resulta en un bajo rendimiento del proceso en este caso. Además el producto obtenido es altamente higroscópico, lo que lo hace altamente inestable especialmente desde el punto de vista de sus propiedades físicas, como el color y la textura. Para solventar estos problemas, la industria alimentaria ha recurrido al uso de diferentes biopolímeros, carbohidratos y proteínas, fundamentalmente.

Uno de los carbohidratos más eficiente en el proceso de atomización es la goma arábica (GA), una sustancia natural procedente de la resina de plantas de la familia Acacia (Burnside, 2014), con una gran capacidad para encapsular los componentes volátiles y proteger el aroma. Otro carbohidrato a destacar es la maltodextrina (MD), muy valorado por su relación precio/rendimiento. Contribuye a la retención de propiedades como el sabor, el color y los nutrientes mediante la formación de una película protectora (Ozdikicierler et al., 2014). La proteína de suero de leche se emplea también en modo de encapsulante de componentes bioactivos y prevención de daño oxidativo (Wang et al., 2013). A su vez se utiliza como emulsionante y estabilizante, que mejora la estructura del producto final (Wagoner et al., 2016).

2. OBJETIVOS

Considerando los diferentes aspectos antes mencionados, el objetivo del presente trabajo ha sido estudiar la estabilidad del pomelo en polvo obtenido por atomización. En el estudio se ha considerado la estabilidad de su capacidad antioxidante, de sus propiedades mecánicas, en relación con su fluidez, y de su color, todo ello en función del tiempo, humedad relativa y presencia o ausencia de luz y oxígeno.

3. MATERIALES Y MÉTODOS.

3.1. Materias primas

Para poder realizar este estudio, la fruta empleada fue pomelo (*Citrus paradisi*, variedad Star Ruby), adquirido en un supermercado de Valencia. La selección de las piezas de fruta se realizó mediante apreciación visual en función de su tamaño, color y ausencia de daños físicos en la superficie. Como ingredientes para ayudar durante el proceso y para estabilizar al producto obtenido se utilizaron GA, MD (Alfa Aesar®, Alemania) y un aislado proteico funcional de suero de leche (WPI, LACPRODAN® DI-9212 de Arla Foods Ingredients, Dinamarca).

3.2. Caracterización de la materia prima y obtención del producto en polvo

El pomelo fue lavado, pelado manualmente eliminando al máximo el albedo, cortado en cuadrantes, licuado y colado. Al licuado de pomelo se añadió GA, WPI y MD en proporción 87,87:9,44:1,44:1,25, según una formulación optimizada en estudios anteriores (Egas et al., 2015). La incorporación de estos solutos se materializó lentamente utilizando un homogeneizador (Heidolph, RZR2020, Alemania), trabajando entre 800-1200 rpm, hasta conseguir su completa homogenización. Al licuado de pomelo (L) y a la mezcla con los solutos (LS) se les determinó su contenido en agua (x_w) a través del método gravimétrico de secado en estufa a vacío 60°C (Vaciotem-T, J.P. Selecta, España), haciendo uso de la Ec. (1), y los °Brix a 20°C (refractómetro Refracto 30px, Mettler Toledo, España).

$$x_w = \frac{m_i - m_f}{m_i} \quad (1)$$

Donde x_w son los gramos de agua por gramo de muestra, m_i es la masa de muestra que se introduce en la estufa (g) y m_f es la masa seca de la muestra (g).

El licuado con solutos fue guardado en bolsas zip de cierre hermético y congelado a -20°C hasta su atomización. Para ello las muestras se retiraron del congelador 24 horas antes y se conservaron en nevera. A las muestras descongeladas (LSD) se les determinó la cantidad de agua según el método descrito anteriormente.

Para la obtención del producto en polvo se empleó el atomizador Büchi-mini (B-290, Suiza). Se trabajó con una velocidad de aspiración de $35\text{m}^3/\text{h}$, flujo del alimento de $9\text{mL}/\text{min}$ y un flujo de atomizador de $473\text{L}/\text{h}$ a una temperatura de 148°C y una presión de 5 bares. El pomelo en polvo obtenido fue recogido, pesado, analizado y almacenado según se describe a continuación. Al producto en polvo recién atomizado (P_0) y a diferentes tiempos de almacenamiento se le analizó la humedad, como se ha descrito anteriormente para los licuados, y su capacidad antioxidante, propiedades mecánicas y color según se describe en los apartados 3.4 a 3.6.

3.3. Acondicionamiento del pomelo atomizado en diferentes ambientes.

Para el acondicionamiento de las muestras en diferentes ambientes se utilizaron recipientes herméticos de plástico (EMSA, Alemania), con una capacidad de 3,7 L, adquiridos en un Gran Almacén de la ciudad de Valencia. En cada recipiente se dispuso una disolución saturada de una sal a fin de asegurar una humedad relativa (HR) controlada y constante. Las sales utilizadas (Scharlab S.L., España) y las HR conseguidas, a 20°C , fueron: cloruro de litio (HR=11,3%), acetato potásico (HR=22,1%), cloruro de magnesio (HR=33,0%), carbonato potásico (HR=43,0%) y nitrato de magnesio (HR=52,0%) (Greenspan, 1976). Una serie con cada uno de estos 5 recipientes se dispuso en una cámara Binder (KBF720, Alemania) a fin de asegurar oscuridad de forma continuada (serie L-) y otra serie en una cámara Nüve Test Gabinet (TK120, Turquía) bajo luz artificial de 6000 Lx (serie L+), ambas a 20°C .

El polvo se pesó en placas de aluminio (10 g aproximadamente) y se dispusieron 9 de estas placas en cada recipiente hermético de los preparados con las sales saturadas. Al mismo tiempo, en cada recipiente se colocaron otros 10 g de muestra envasados a vacío. El producto en polvo almacenado en cada recipiente de cada una de las 2 series preparadas fue analizado a los 30 días, 90 días y 180 días en su capacidad antioxidante, propiedades mecánicas y color según se describe en los apartados 3.4 a 3.6.

3.4. Capacidad antioxidante

El potencial antioxidante de las muestras se evaluó a partir del método de DPPH, basado en la capacidad de las sustancias antioxidantes para captar radicales libres. El método, introducido por Marsden Blois en 1958, utiliza el radical libre estable 2,2-difenil-1-picrilhidracilo (DPPH). La disolución metanólica de DPPH, de tonalidad violeta, al captar los radicales libres da lugar a la forma reducida ocasionando la pérdida de dicho color, lo que provoca una disminución de la absorbancia (Molyneux, P. 2004).

En este análisis se siguió la metodología propuesta por Igual et al. (2014), que consiste en pesar 1 g de la muestra en polvo y mezclarla con 9 mL del disolvente de extracción (metanol: agua, 70:30), homogenizando para luego centrifugar durante 10 min a 10000 rpm y a 4°C. Una alícuota de 0.1 mL del sobrenadante fue añadida en 3.9 mL de DPPH diluido en metanol (0.03g/L, Sigma-Aldrich, Alemania). A los 5 minutos, tiempo en que la reacción alcanza su estado estacionario, se midió la absorbancia a 515 nm en un espectrofotómetro UV-visible (UV-1200, VWR). Como muestra control se utilizó disolvente de extracción en lugar del sobrenadante. Los análisis se realizaron por triplicado para cada muestra. Los resultados se expresaron en % de DPPH según la Ec. (2).

$$\%DPPH = \frac{A_{\text{control}} - A_{\text{muestra}}}{A_{\text{control}}} \cdot 100 \quad (2)$$

Donde A_{control} es la absorbancia de la muestra control y A_{muestra} es la absorbancia de la muestra a los 5 min.

Puesto que L, LS y P₀ poseen una composición distinta en agua y/o solutos añadidos, para poder comparar los resultados todos los valores fueron referidos a los solutos propios del pomelo (Ec.3 y Ec.4).

$$m_i = \frac{m_i^p}{(1 - x_w^p) \cdot x_{SP/ST}} \quad (3)$$

$$x_{SP/ST} = \frac{m_L^*(1-x_w^L)}{m_{GA} + m_{MD} + m_{WPI} + m_L^*(1-x_w^L)} \quad (4)$$

Donde m_i es la capacidad antioxidante del polvo referida a solutos de pomelo (mmoles equivalente trolox/g SP), m_i^p es la capacidad antioxidante obtenida experimentalmente en el polvo (mmoles equivalentes trolox/g polvo), x_w^p es la humedad del polvo (g agua/g polvo obtenido), $x_{SP/ST}$ es la fracción másica de solutos propios del pomelo (SP) respecto a los solutos totales (ST), m_L , m_{GA} , m_{MD} y m_{WPI} son la masa del licuado de pomelo, goma arábica, matodextrina y proteína, respectivamente, mezclados para obtener el licuado con solutos que se introduce en el atomizador y x_w^L es la humedad inicial del licuado de pomelo (g agua/g licuado).

3.5. Propiedades mecánicas

A cada una de las muestras acondicionadas según se ha descrito (apartado 3.3) se le midió la fuerza de compresión a los tiempos establecidos. Se realizó un ensayo de compresión utilizando un analizador universal de textura TA.TXT2 (Stable Micro Systems, Reino Unido) y un punzón cilíndrico de 10mm de diámetro, a una velocidad de ensayo de 0,1mm/s. Para la compresión, las muestras de polvo se colocaron en capsulas de aluminio, de 11mm de diámetro y 5mm de altura. A partir de las curvas fuerza-distancia obtenidas se seleccionó la fuerza máxima registrada en el ensayo como parámetro característico. Este ensayo se realizó por quintuplicado.

3.6. Color

Una vez realizado el ensayo mecánico descrito (apartado 3.5) se midió el color de las muestras comprimidas en las mismas cápsulas de aluminio. Para ello se utilizó un espectrocolorímetro (Minolta, CM 3600-D, España) con una ventana de medida de 5 mm de diámetro (SAV), iluminante de referencia D65 y observador 10°. Se obtuvieron las coordenadas CIE $L^*a^*b^*$, donde L^* indica la luminosidad y a^* y b^* son las coordenadas cromáticas.

Dichas coordenadas permitieron calcular los atributos de color ángulo de tono (h_{ab}^* , Ec. 5) y pureza de color o croma (C_{ab}^* , Ec. 6), así como cuantificar diferencias de color, respecto a la muestra de polvo recién atomizada (ΔE , Ec. 7). Esta medida se realizó por triplicado para cada una de las muestras.

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

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

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

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

4.1 Efecto de la atomización y de las condiciones de almacenamiento en la capacidad antioxidante del polvo.

Hay descrita una relación entre la actividad antioxidante de algunos compuestos de las frutas y su papel en la prevención de algunas enfermedades de origen cancerígeno, cardiovascular o neurogenerativo, entre otras (Mäkynen et al., 2013). Es por ello que resulta de gran importancia conocer la estabilidad de la capacidad antioxidante de la fruta, en este caso del polvo de pomelo, durante su procesado y almacenamiento.

La materia prima presentó unos valores en humedad de 90.58%, 79.40%, 79.10% y 1.53% correspondientes a L, LS, LSD, P₀ respectivamente, los °Brix para L fue de 9.5% y 19.6% para LS y LSD. La Fig. 2 muestra el valor de capacidad antioxidante de las diferentes muestras antes y después de su procesado. El resultado del ANOVA simple realizado entre ellas pone de manifiesto diferencias significativas ($p < 0,05$) entre la muestra L y el resto, sin que se observe un efecto significativo ($p > 0,05$) de la congelación ni de la atomización en la capacidad antioxidante del producto. Estos resultados indican que los solutos añadidos parecen interferir en la extracción de los compuestos responsables de la capacidad antioxidante de la muestra. Esto podría asociarse al papel encapsulante que se ha atribuido a la goma arábiga (Williams y Phillips, 2009). Por otra parte, se observa la bondad del proceso de atomización en cuanto a su capacidad de mantener inalterada la capacidad antioxidante del producto que entra en el atomizador.

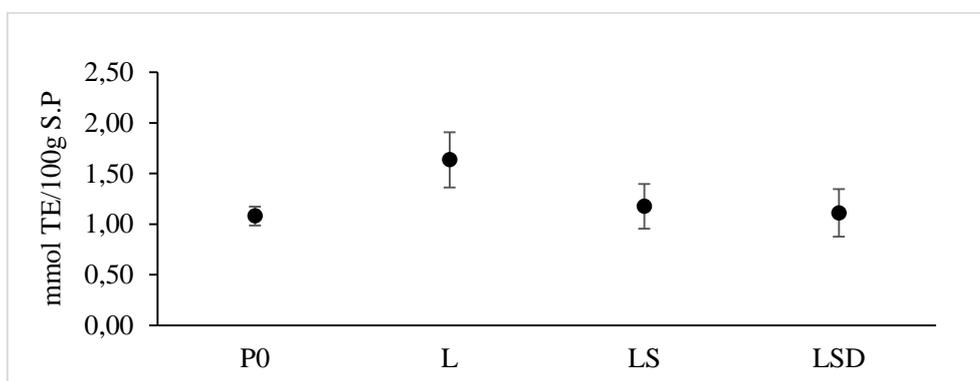


Figura 2. Valores medios y desviación estándar de la capacidad antioxidante (mmol Trolox equivalente/100 g solutos de pomelo) del licuado de pomelo (L), del licuado con los solutos añadidos (LS), de la muestra LS después de congelar y descongelar (LSD) y del polvo de pomelo recién atomizado (P₀).

La muestra recién atomizada presentó una capacidad antioxidante media de 0,431 mmol TE/100g polvo, equivalentes a 1,08 mmol TE/100g SP, similar al intervalo 0.42-1.84 mmol TE/100g SP, descrito en otros trabajos de investigación (Agudelo et al., 2017). Con respecto a la estabilidad de esta propiedad, en la Figura 3 se muestran los valores de las muestras almacenadas en los diferentes ambientes en función del tiempo. Al realizar un ANOVA multifactorial con los factores HR, luz y tiempo, se observaron diferencias significativas ($p < 0.05$) entre los 3 factores y sus interacciones (Anexo).

En todas las HR, las muestras mostraron mayor capacidad antioxidante a 30 y 90 días que a 180. Además a 30 y 90 días las muestras almacenadas sin luz mostraron mayor capacidad antioxidante que las almacenadas con luz, sin observarse diferencias significativas por efecto de la luz después de 180 días. En general se observó una estabilidad de la capacidad antioxidante de las muestras almacenadas a HR < 33 %, para disminuir a mayor HR. Las muestras almacenadas a vacío se comportan como las almacenadas a HR 11,3 %. Por lo tanto, para asegurar que la capacidad antioxidante del pomelo atomizado en polvo se mantenga se recomienda almacenar a vacío o a una HR $\leq 22,1$ %, sin que en estas condiciones afecte la luz.

4.2 Efecto de las condiciones de almacenamiento en el color del polvo.

El análisis de color es de suma importancia ya que es uno de los primeros atributos por el que se juzga la calidad de un producto alimenticio. Por lo general si el color cambia, aún sin haber cambiado otros atributos físicos, suele haber una respuesta de rechazo por parte del consumidor (Mathias-retting y Ah-Hen, 2014). El color está relacionado con la calidad nutricional, estado sanitario, defectos físicos, etc., por lo que hace necesario su control al evaluar la calidad comercial del producto (Chiralt, et al. 2012). Para llevar a cabo este control del color del polvo, se han medido las coordenadas L^* (Fig. 4), a^* y b^* y se ha calculado el tono (Fig. 5), pureza o croma (Fig. 6) y la diferencia de color (Fig. 7)

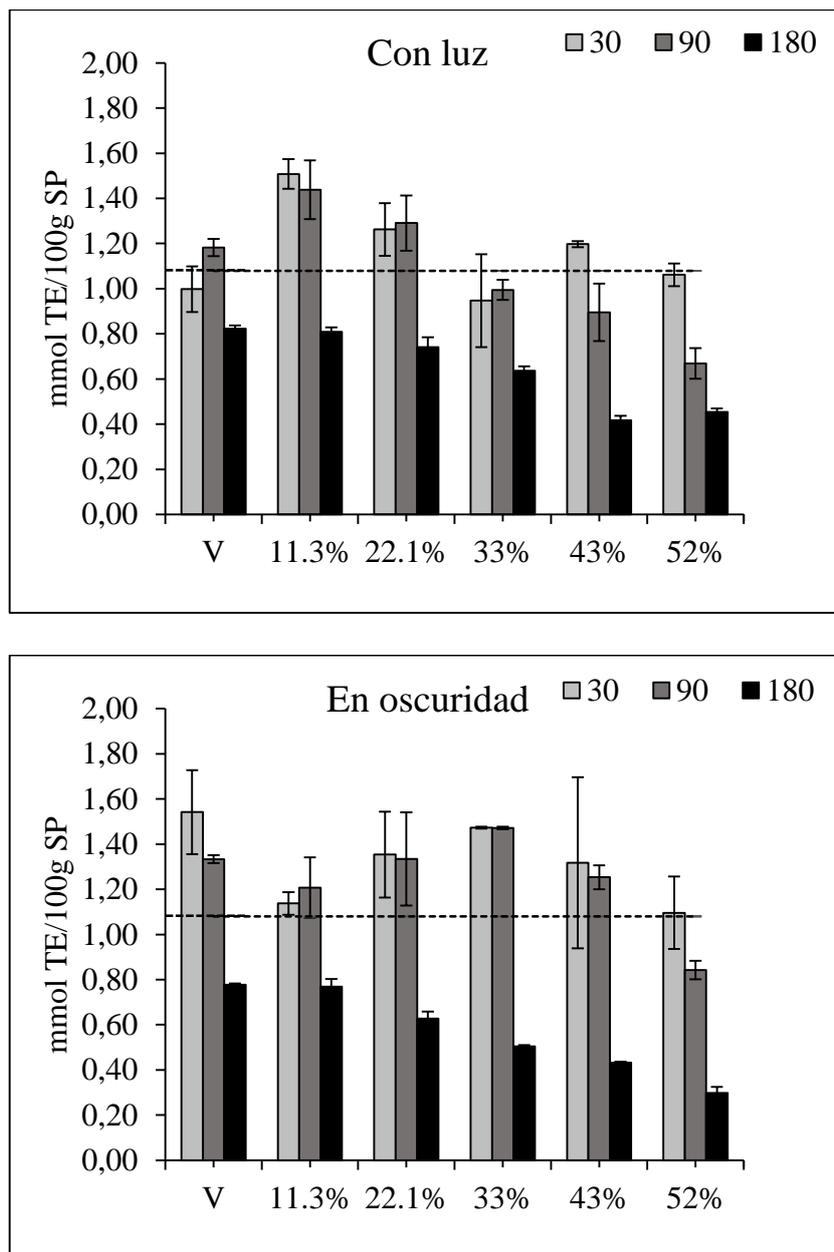


Figura 3. Valores de la capacidad antioxidante (mmol Trolox equivalente/100 g solutos de pomelo) del polvo almacenado con luz (superior) y en oscuridad (inferior) a diferente humedad relativa (entre 11.3 y 52 %) y a vacío (V) durante 30, 90 y 180 días. La línea discontinua indica el valor del polvo recién atomizado

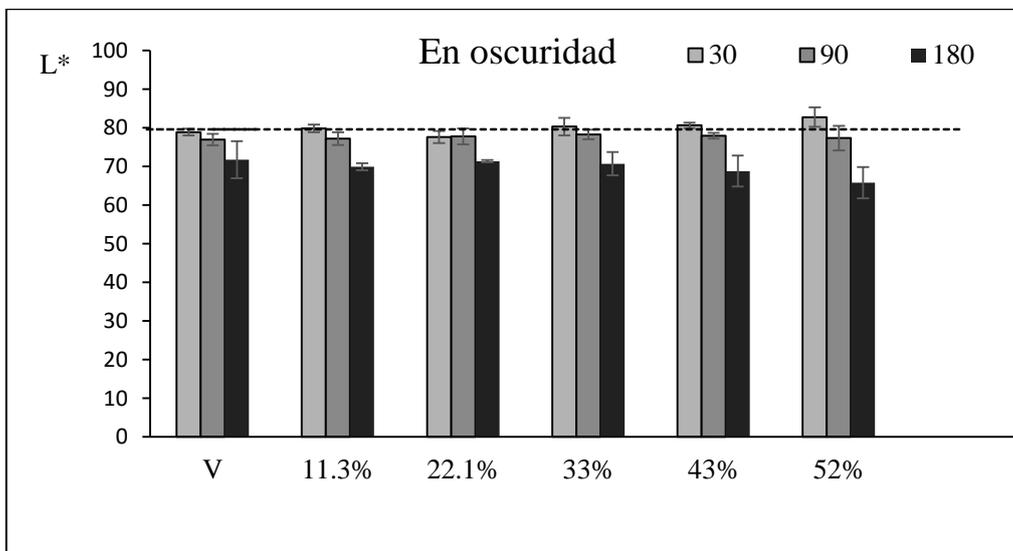
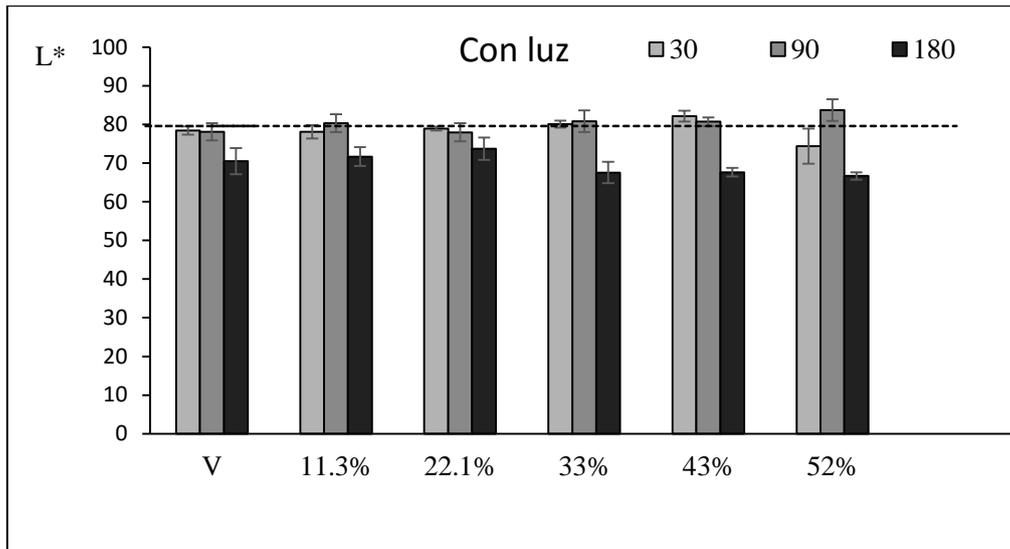


Figura 4. Valores de la luminosidad (L^*) del polvo almacenado con luz (superior) y en oscuridad (inferior) a diferente humedad relativa (entre 11.3 y 52 %) y a vacío (V) durante 30, 90 y 180 días. La línea discontinua indica el valor del polvo recién atomizado.

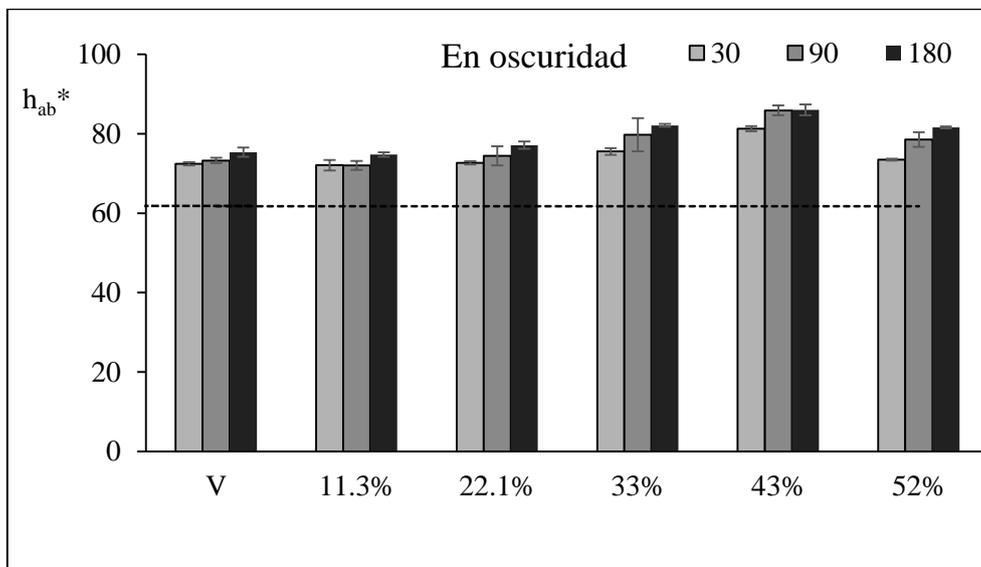
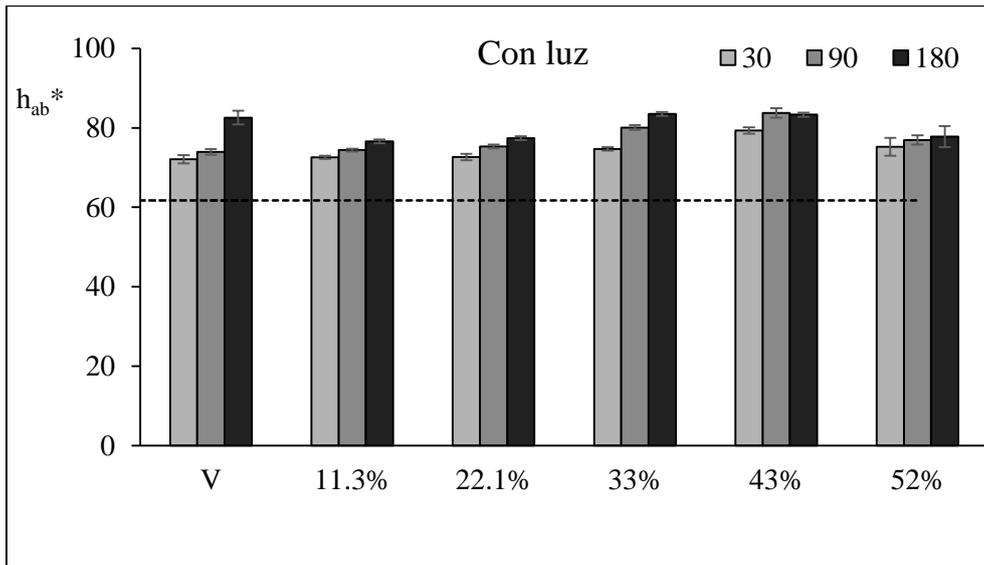


Figura 5. Valores del ángulo de tono (h_{ab}^*) del polvo almacenado con luz (superior) y en oscuridad (inferior) a diferente humedad relativa (entre 11.3 y 52 %) y a vacío (V) durante 30, 90 y 180 días. La línea discontinua indica el valor del polvo recién atomizado.

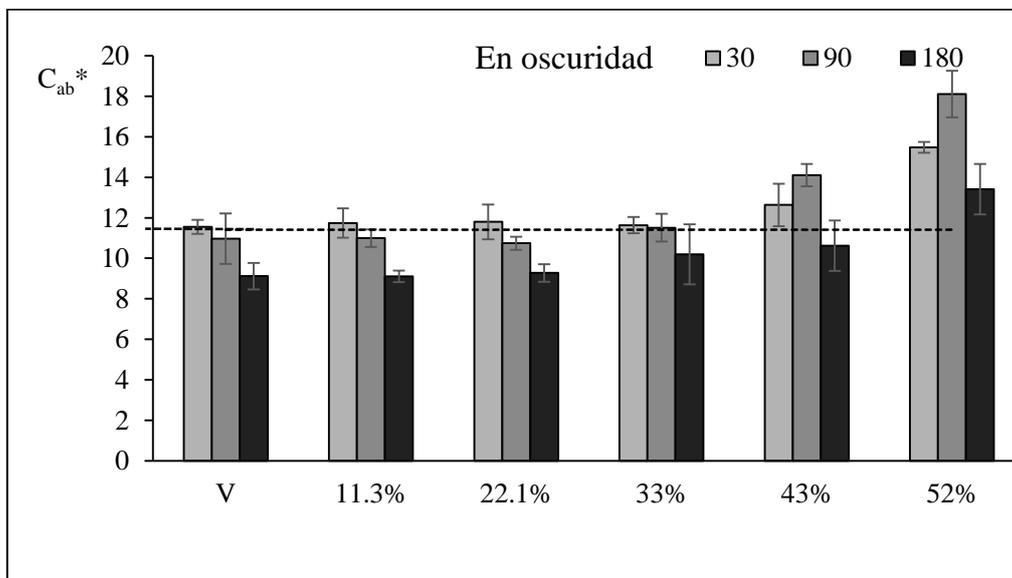
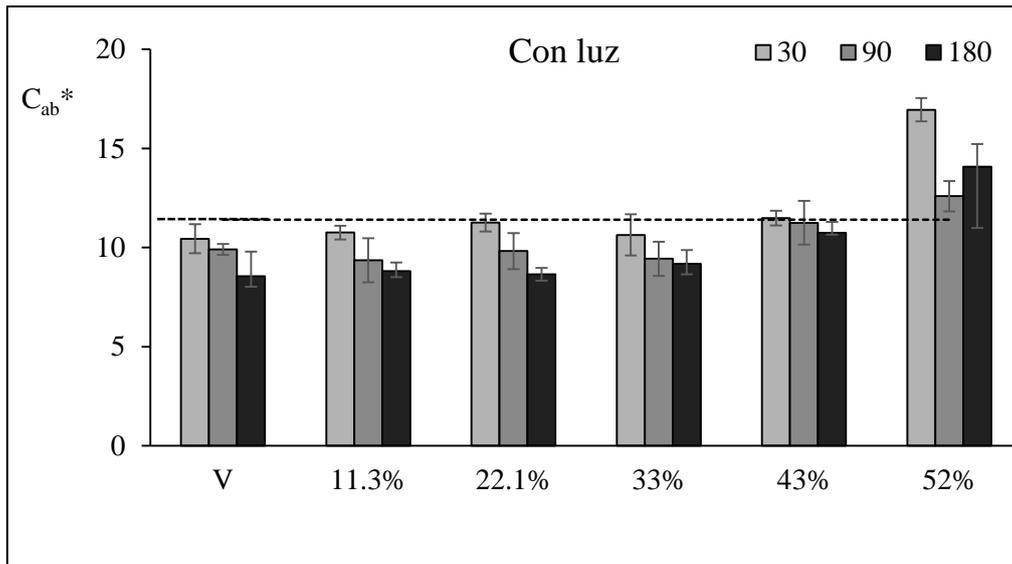


Figura 6. Valores del croma (C_{ab}^*) del polvo almacenado con luz (superior) y en oscuridad (inferior) a diferente humedad relativa (entre 11.3 y 52 %) y a vacío (V) durante 30, 90 y 180 días. La línea discontinua indica el valor del polvo recién atomizado.

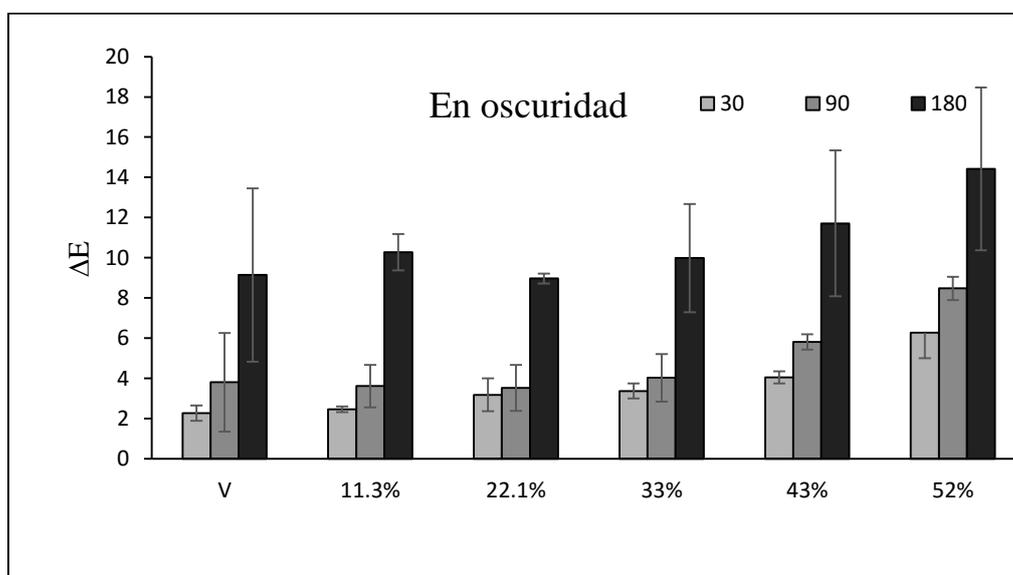
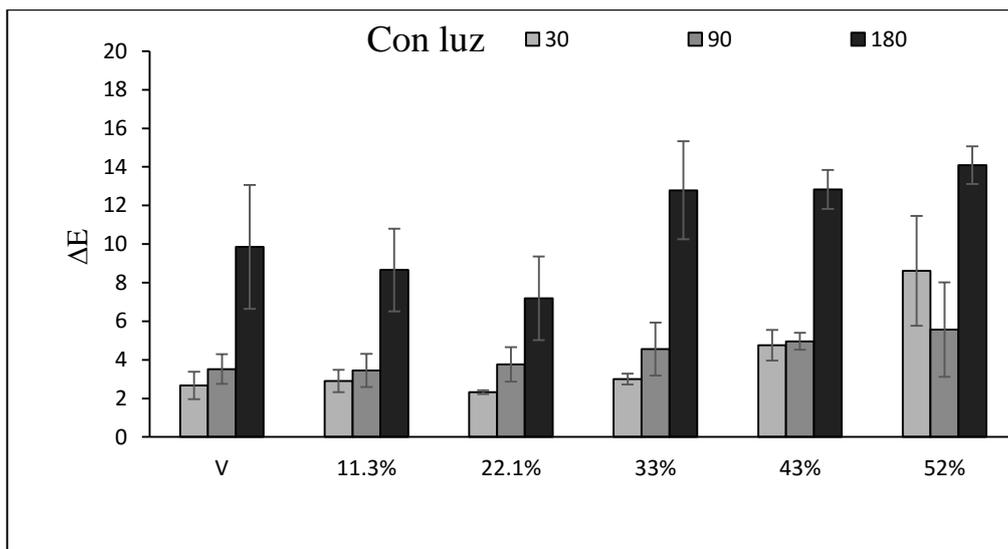


Figura 7. Valores de la diferencia de color, con respecto al polvo recién atomizado (ΔE), del polvo almacenado con luz (superior) y en oscuridad (inferior) a diferente humedad relativa (entre 11.3 y 52 %) y a vacío (V) durante 30, 90 y 180 días.

Para los tres atributos de color se ha hecho un ANOVA multifactorial con los factores HR, tiempo y presencia de luz. Tanto la HR como el tiempo mostraron un efecto significativo ($p < 0,05$) en L^* , h_{ab}^* y C_{ab}^* , observándose también alguna interacción significativa ($p < 0,05$) (Anexo). La luz sólo afectó de forma significativa ($p < 0,05$) al croma. A todas las HR se observa una disminución de L^* y C^* con el tiempo, especialmente a los 180 días, y un aumento del ángulo de tono. También aumenta el croma o pureza de color al aumentar HR por encima del 33 %, especialmente en las muestras almacenadas sin luz. Estos cambios, que son evidentes ($\Delta E > 3$, Bodart et al., 2008) ya al mes de almacenamiento si HR es del orden del 50 % o a partir de los 6 meses de haber obtenido el polvo si se almacena a HR menores, se traducen en una evolución del color hacia tonos más amarillos y menos naranjas, menos puros y menos luminosos, lo que conlleva las diferencias globales de color con respecto al polvo recién atomizado que se muestran en la Figura 7.

4.3. Efecto de las condiciones de almacenamiento en las propiedades mecánicas del polvo

Las propiedades mecánicas de los alimentos son de gran relevancia en el comportamiento de los mismos a lo largo de todas las fases de elaboración del producto, desde el procesado hasta el consumo (Chiralt et al., 2012). Estas propiedades dependen de la composición y estructura del producto y, por tanto, pueden cambiar durante su almacenamiento. Para un alimento de baja humedad es especialmente importante el control de su contenido en agua para el control de sus propiedades mecánicas. Este contenido en agua va a verse muy influido por la humedad relativa del ambiente que le rodee. En un producto en polvo, las propiedades mecánicas determinan su capacidad de fluir con facilidad, lo que constituye una de sus características de calidad más importante. La Fig. 8 muestra un ejemplo de las curvas fuerza-distancia obtenidas del ensayo de compresión, a partir de las cuales se obtuvieron los valores la fuerza máxima de las distintas muestras. El pequeño aumento inicial de la fuerza se corresponde con el momento en que el producto va ocupando los huecos disponibles entre las partículas del polvo. Cuando ya no quedan huecos es cuando realmente el producto empieza a compactarse y se observa un aumento muy acusado de la fuerza. La caída final de ésta se

corresponde con el final del ensayo, momento en que el émbolo de compresión empieza a subir en el equipo.

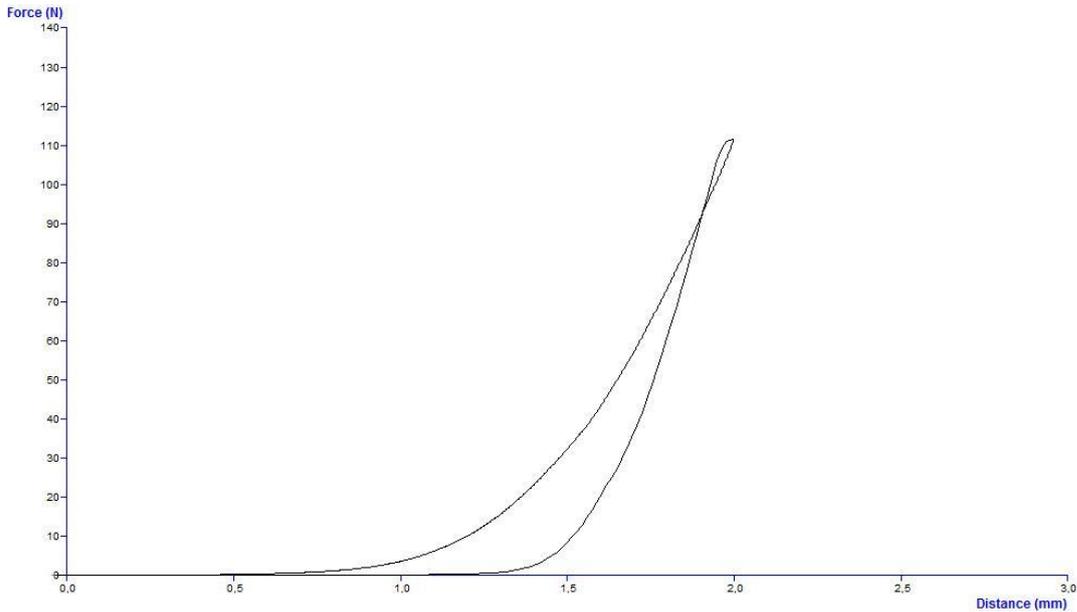


Figura 8. Ejemplo de una curva fuerza-distancia obtenida del ensayo de compresión de una muestra almacenada durante 180 días, con luz y a una HR del 11,3%.

En este caso el ANOVA multifactor hecho con el parámetro fuerza máxima de compresión puso de manifiesto un efecto significativo ($p < 0.05$) de la HR y el tiempo, con alguna interacción, pero no de la luz (Anexo). En general esta fuerza se mantiene a vacío y a $HR \leq 22.1\%$ y disminuye a HR mayores, siendo los cambios más acusados a mayor tiempo de almacenamiento. Esta disminución de la fuerza de compresión está relacionada con el cambio de estado de la matriz amorfa del producto de vítrea a gomosa y la consecuente disminución de su viscosidad (Telis y Martínez-Navarrete, 2010)

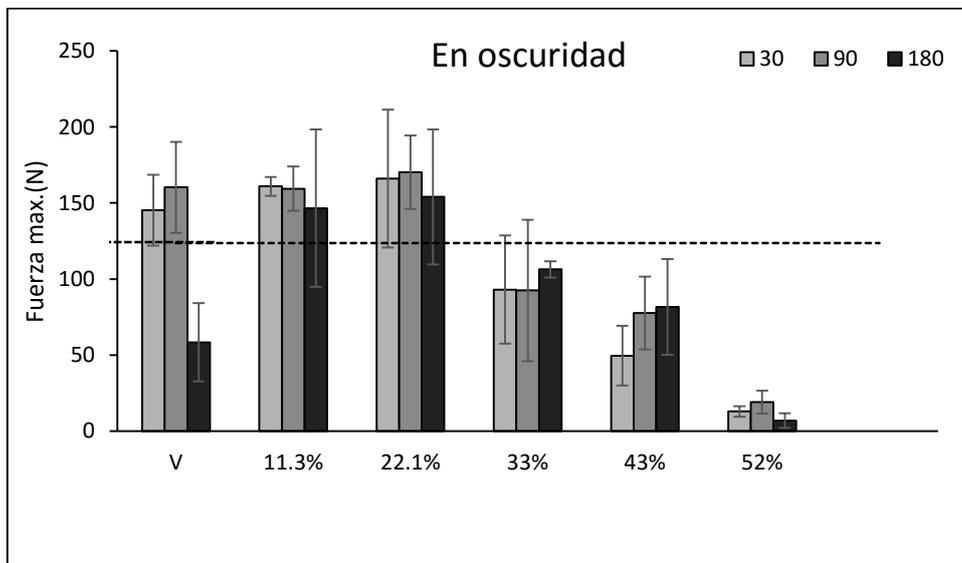
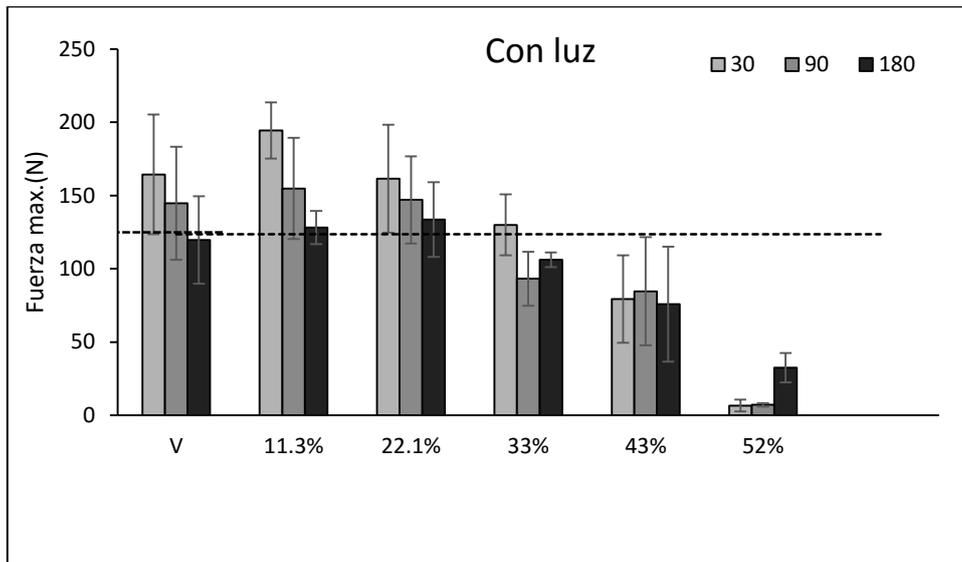


Figura 9. Valores de la fuerza máxima de compresión del polvo almacenado con luz (superior) y en oscuridad (inferior) a diferente humedad relativa (entre 11.3 y 52 %) y a vacío (V) durante 30, 90 y 180 días. La línea discontinua indica el valor del polvo recién atomizado.

5. CONCLUSIONES

El pomelo en polvo obtenido por atomización almacenado a 20 °C es un producto inestable en cuanto a su fluidez, color y capacidad antioxidante si no se controla su humedad. Para asegurar la estabilidad durante su almacenamiento se recomienda envasarlo a vacío o con materiales que aseguren una humedad relativa en su interior inferior al 20 %, sin necesidad de que el envase sea opaco. En estas condiciones, en seis meses, el producto se mantiene suelto y su color es aceptable, siendo la pérdida de su capacidad antioxidante en torno al 26 %.

6. BIBLIOGRAFÍA

Adhikari, B., Howes, T., Bhandari, B.R., Troung, V., 2004. Effect of addition of maltodextrin on drying kinetics and stickiness of sugar and acidic rich foods during convective drying: experiments and modelling. *Journal of Food Engineering*, 62(1): 53-69.

AILIMPO, 2017. Asociación Interprofesional del limón y Pomelo. Memoria actual de actividades 2017, Visto el 25 de mayo de 2017, Dirección URL: <http://www.ailimpo.com/>

Agudelo, C., Igual, M., Camacho, M. M., Martínez-Navarrete, N. 2017. Effect of process technology on the nutritional, functional, and physical quality of grapefruit powder. *Food Science and Technology International*, 23(1), 61–74.

Burnside, E., 2014. *Hydrocolloids and Gums as Encapsulating Agents. Microencapsulation in the Food Industry*. Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-404568-2.00021-2>.

Boart, M.; de Peñaranda, R.; Deneyer, A., & Flamant, G. 2008. Photometry and colorimetry characterisation of material in daylighting evaluation tools. *Building and Environment*, 43:2064-2058.

Cárcel J.A., García-Pérez J.V., Benedito, J., Mulet, A. 2012. Food process innovation through new technologies: Use of ultrasound. *Journal of Food Engineering*, 110(2), 200-207.

Chiralt, A.; Martínez-Navarrete, N.; Martínez-Gonzalez, C.; Talens, P.; Moraga, G., 2012. *Propiedades físicas de los alimentos*. Ed. Universidad Politécnica de Valencia. Valencia, Spain. 203 pp.

EFSA, 2011. European Food safety authority. Scientific Opinion on the substantiation of health claims related to a combination of lycopene, proanthocyanidins, vitamin C, vitamin E, selenium and beta-carotene and contribution to normal collagen formation (ID 1669) and protection of the skin from UV-induced damage (ID 1669) pursuant to Article 13 (1) of Regulation (EC) No 1924 / 2006 1, 9(1924), 1–15. <https://doi.org/10.2903/j.efsa.2011.2239>.

Egas, L., Gonzalez, F., Camacho, MM. 2015. Optimización del proceso de atomización de pomelo. Influencia de la temperatura y de la adición de diferentes solutos de alto peso molecular. Trabajo Fin de Máster. Departamento de Tecnología de alimentos. Universidad Politécnica de Valencia.

Euthorem, 2017. Visto el 8 de junio de 2017 Dirección URL: <http://www.eurotherm.com/spray-drying>.

FAO, 2015. Food and Agriculture Organization of the United Nations, *Citrus Fruits Statistics 2015*. Visto en 25 mayo 2017. Dirección URL: <http://www.fao.org/3/a-i5558e.pdf>.

Greenspan, L. 1976. Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions. *Journal of Research of the National Bureau of Standards- A. Physics and Chemistry* Vol. 81 A, No.1.

Ghanem, N., Mihoubi, D., Kechaou, N., & Boudhrioua, N. 2012. Microwave dehydration of three citrus peel cultivars: effect on water and oil retention capacities, color, shrinkage and total phenols content. *Industrial Crops & Products*, 40, 167–177. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.03.009>

González Zamora, F., Igual, M., Martínez-Navarrete, N. 2014. Efecto de la goma arábica y de la carboximetilcelulosa en las propiedades fisicoquímicas del licuado de pomelo atomizado. Trabajo Fin de Máster. Departamento de Tecnología de Alimentos. Universidad Politécnica de Valencia.

Gorinstein, S., Leontowicz, H., Leontowicz, M., & Drzewiecki, J. 2005. Red Star Ruby (Sunrise) and blond qualities of Jaffa grapefruits and their influence on plasma lipid levels and plasma antioxidant activity in rats fed with cholesterol-containing and cholesterol-free diets, *Life Science*, 77, 2384–2397. <https://doi.org/10.1016/j.lfs.2004.12.049>

Heiss, E., Herhaus, C., Klimo, K., Bartsch, H., Gerhauser, C. 2001. Nuclear factor kappa B is a molecular target for sulforaphane-mediated inflammatory mechanisms. *The Journal Biological Chemistry* 276:320008-32015.

Igual, M., Ramires, S., Mosquera, L. H., Martínez-Navarrete, N. 2014. Optimization of spray drying conditions for lulo (*Solanum quitoense* L.) pulp. *Powder Technology*, 256, 233–238. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.02.003>

InfoAgro (Portal de Información agrícola). 2017. El cultivo del pomelo. Visto el 25 mayo de 2017, <http://www.infoagro.com/citricos/pomelo.htm>.

Jiang, H., Zhang, M., Adhikari, B., 2013. Fruit and vegetable powders. en *Handbook of food powders : processes and properties*. Ed, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, United Kingdom, 532-552 ,<https://doi.org/10.1533/9780857098672.3.532>

Knorr, D., 1998. Technology aspects related to microorganisms in functional foods. *Trends in Food Science and Technology*, 9, 295–306.

Lv, X., Zhao, S., Ning, Z., Zeng, H., Shu, Y., Tao, O., Lu, C. 2015. Citrus fruits as a treasure trove of active natural metabolites that potentially provide benefits for human health. *Chemistry Central Journal*, 1–14. <https://doi.org/10.1186/s13065-015-0145-9>.

Mathias-Rettig, K, Ah-hen, K. 2014. El color en los alimentos un criterio de calidad medible. *Agro Sur* 42(2), 2014. <https://doi.org/10.4206/agrosur.2014.v42n2-07>.

Mäkynen, K., Jitsaardkul, S., Tachasamran, P., & Sakai, N. 2013. Cultivar variations in antioxidant and antihyperlipidemic properties of pomelo pulp (*Citrus grandis* [L] Osbeck. In *Thailand Food Chemistry* 139 (2013) 735–743 Contents <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.02.017>

Molyneux, P. 2004. The use of the stable free radical diphenylpicryl- hydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity, *Songklanakarin Journal of Science and Technology*., 26(2), 211-219.

OMS, 2017. Organización Mundial de la Salud. Fomento del consumo mundial de frutas y verduras. Visto el 25 mayo de 2017 <http://www.who.int/dietphysicalactivity/fruit/es/>.

Ozdikicierler, O., & Pazir, F. 2014. The effects of spray drying process parameters on the characteristic process indices and rheological powder properties of microencapsulated plant (*Gypsophila*) extract powder. *Powder Technology*, 253, 474–480. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2013.12.004>.

Ozkan, I. A. 2007. Microwave drying characteristics of spinach. *Journal of Food Engineering* 78, 577–583. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.10.026>.

Ratti, C. 2001. Hot air and freeze-drying of high value foods. A review. *Journal of Food Engineering*, 49, 311-319.

Spreen, T. H. 2001. Proyecciones de la producción y consumo mundial de los cítricos, 2001 China/FAO Simposio Sobre Cítricos Proyecciones, visto el 29 de junio de 2017. Dirección URL: <http://www.fao.org/3/a-x6732s/x6732s03.pdf>.

Telis, V., Martínez-Navarrete, N. 2010. Application of compression test in analysis of mechanical and color changes in grapefruit juice powder as related to glass transition and water activity. *LWT - Food Science and Technology* 43, 744–751.

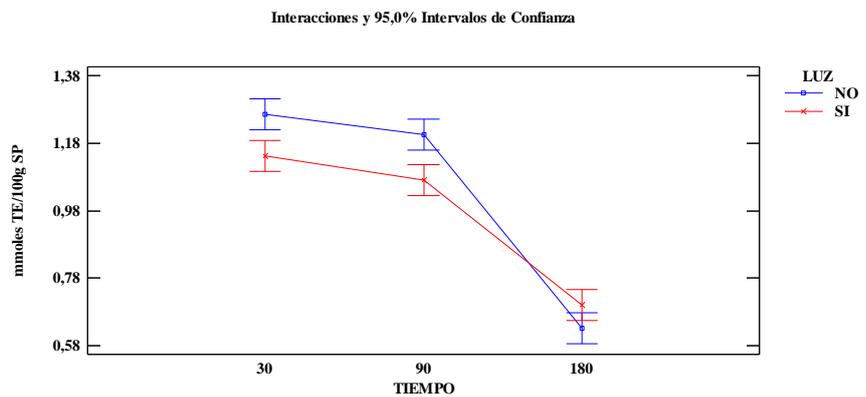
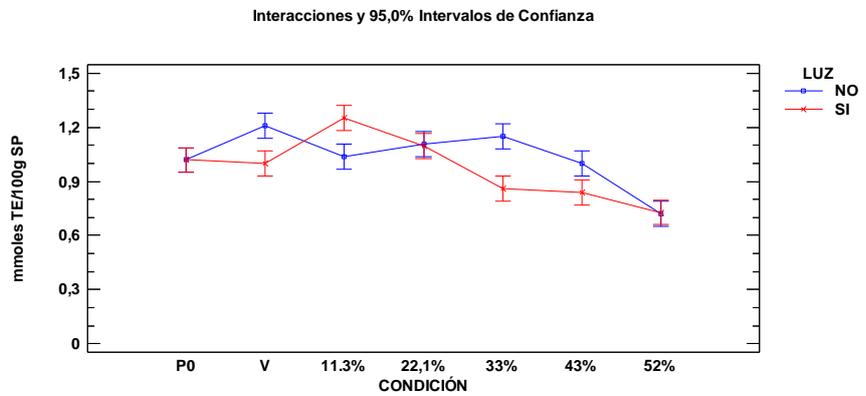
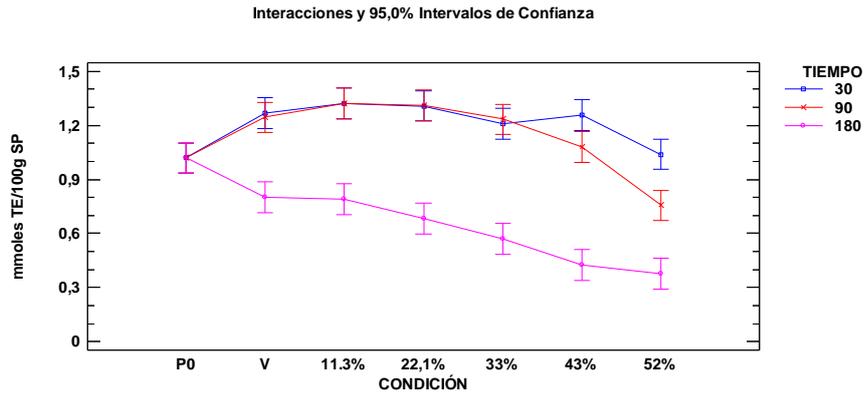
Vanamala, J., Reddivari, L., Yoo, K. S., Pike, L. 2006. Variation in the content of bioactive flavonoids in different brands of orange and grapefruit juices. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19, 157–166. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2005.06.002>.

Wagoner, T., Vardhanabhuti, B., & Foegeding, E.A. 2016. Designing whey protein – polysaccharide particles for colloidal stability. *Food Sci Technol.*, 7, 93-116 <https://doi.org/10.1146/annurev-food-041715-033315>

Wang, W., Jiang, Y., & Zhou, W., 2013. Characteristics of soy sauce powders spray-dried using dairy whey proteins and maltodextrins as drying aids. *Journal of Food Engineering*, 119(4), 724–730. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.06.047>.

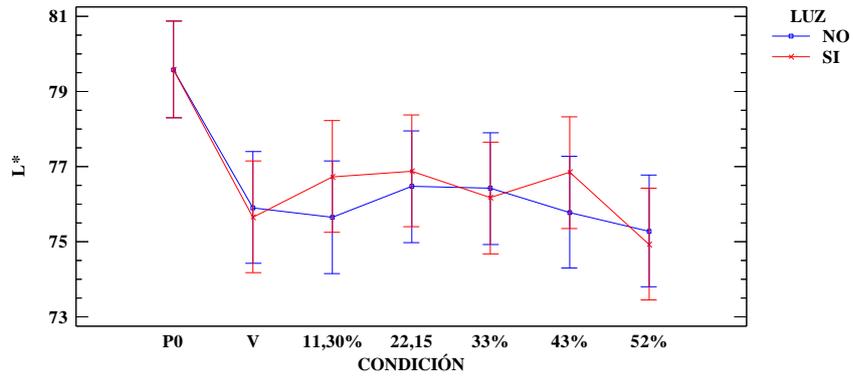
Williams, P.A., Phillips, G.O. 2009. Gum Arabic. In: *Handbook of Hydrocolloids*. Phillips, G.O, Williams, P.A. (Eds.), CRCPress, Boca Raton, 252-273.

7. ANEXOS

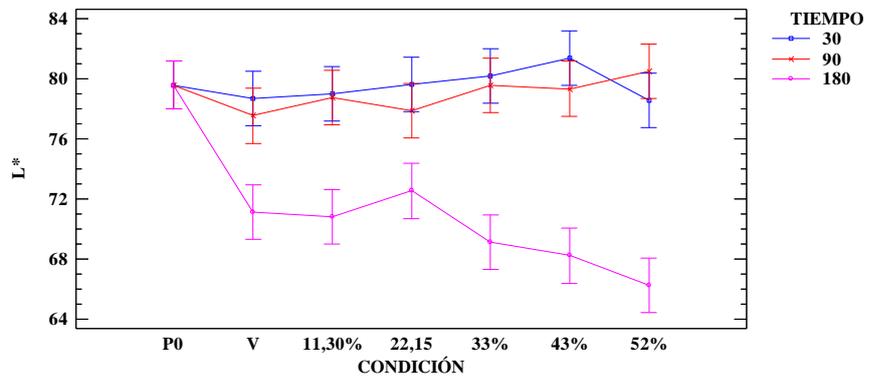


ANOVA multifactorial de la actividad antioxidante. Gráfico de interacción entre condición-tiempo (superior), condición-luz (medio), tiempo-luz (inferior).

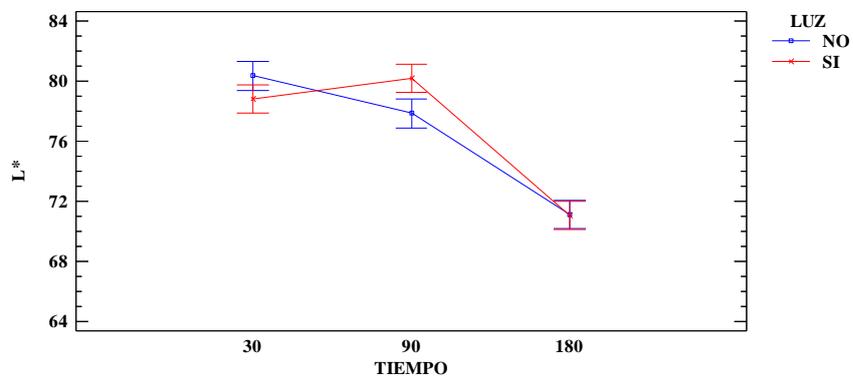
Interacciones y 95,0% Intervalos de Confianza



Interacciones y 95,0% Intervalos de Confianza

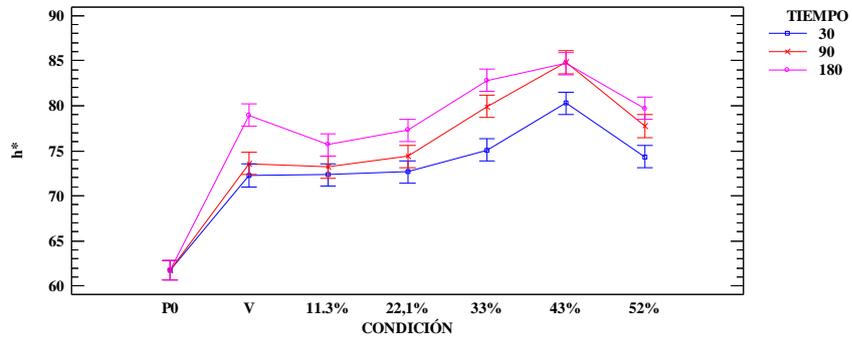


Interacciones y 95,0% Intervalos de Confianza

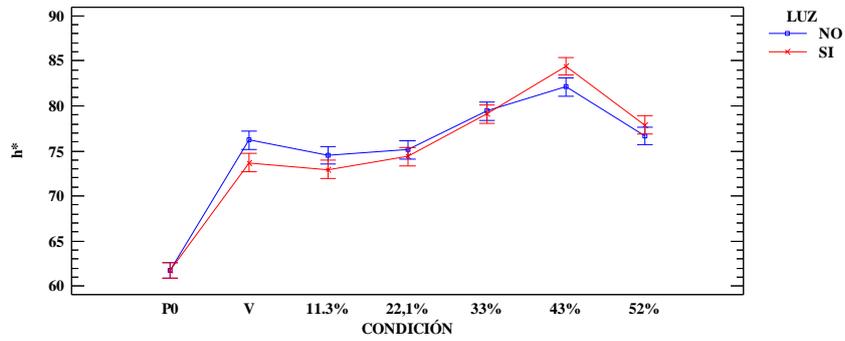


ANOVA multifactorial de la Luminosidad (L*). Gráfico de interacción entre condición-tiempo (superior), condición-luz (medio), tiempo-luz (inferior).

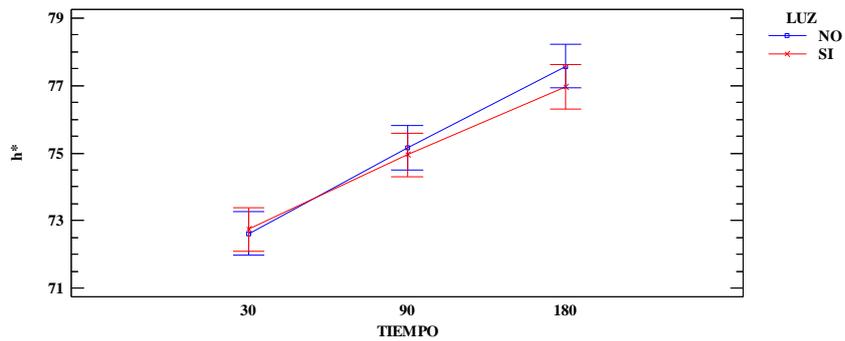
Interacciones y 95,0% Intervalos de Confianza



Interacciones y 95,0% Intervalos de Confianza

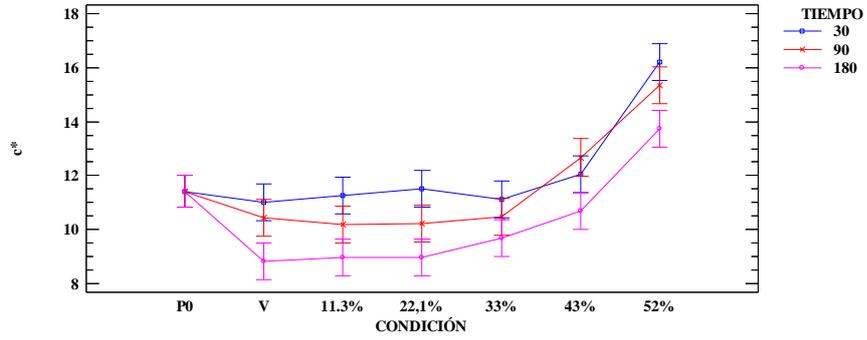


Interacciones y 95,0% Intervalos de Confianza

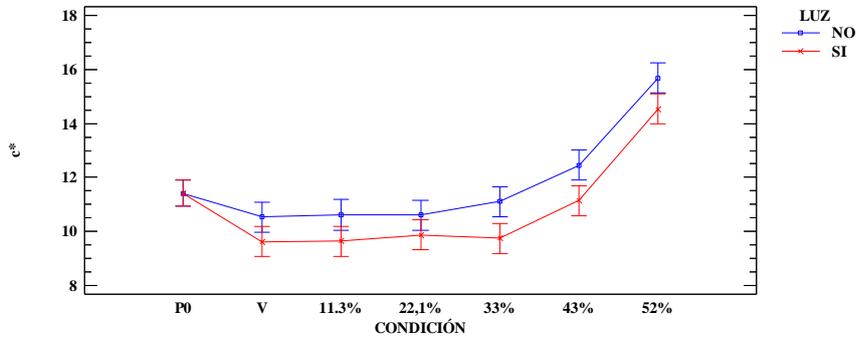


ANOVA multifactorial del tono (h^*) Gráfico de interacción entre condición-tiempo (superior), condición-luz (medio), tiempo-luz (inferior).

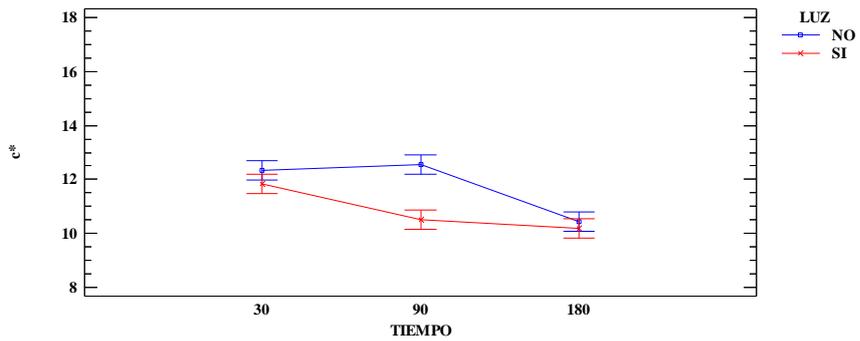
Interacciones y 95,0% Intervalos de Confianza



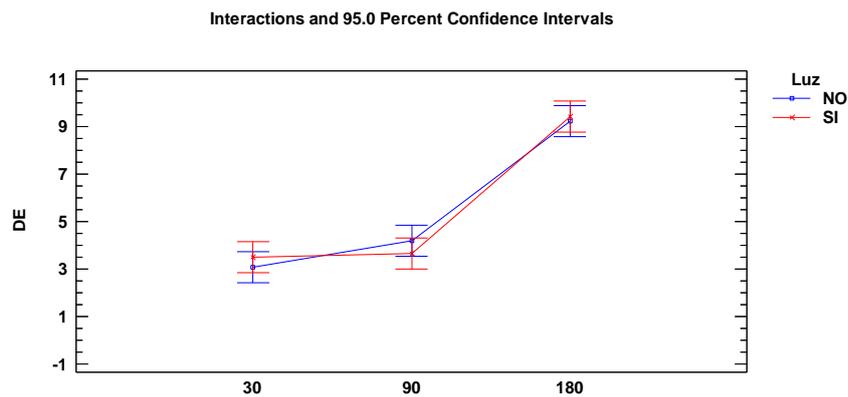
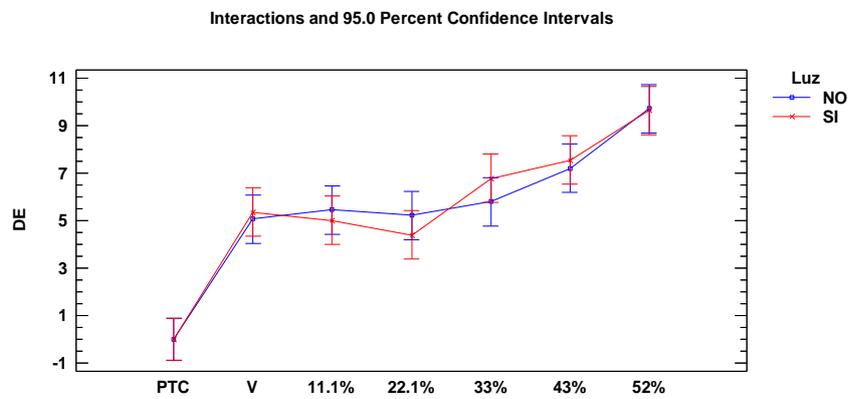
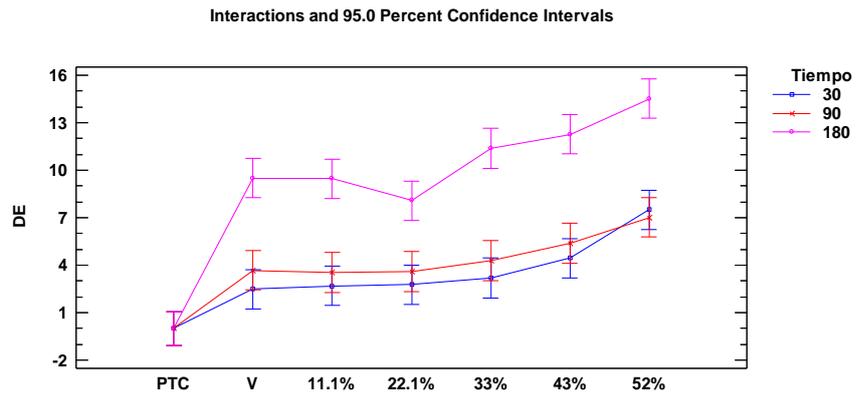
Interacciones y 95,0% Intervalos de Confianza



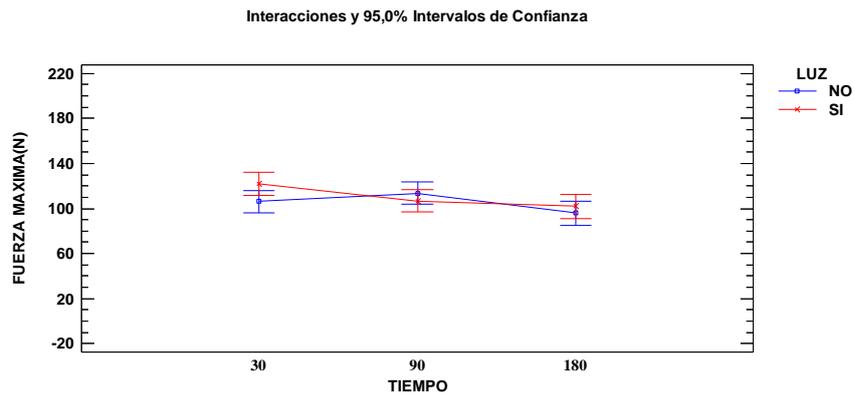
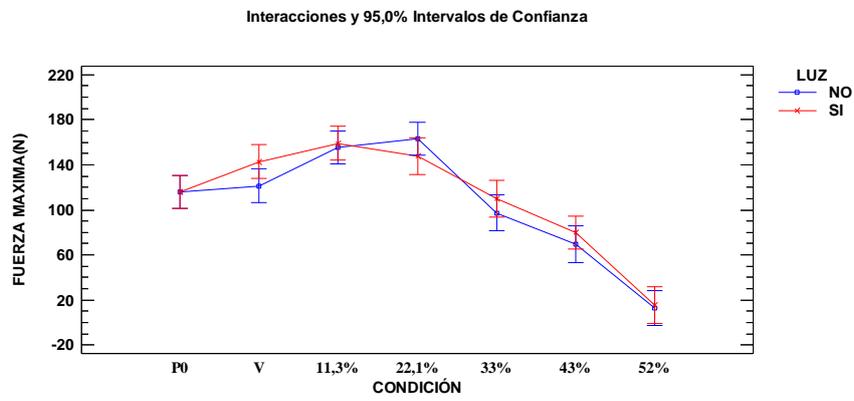
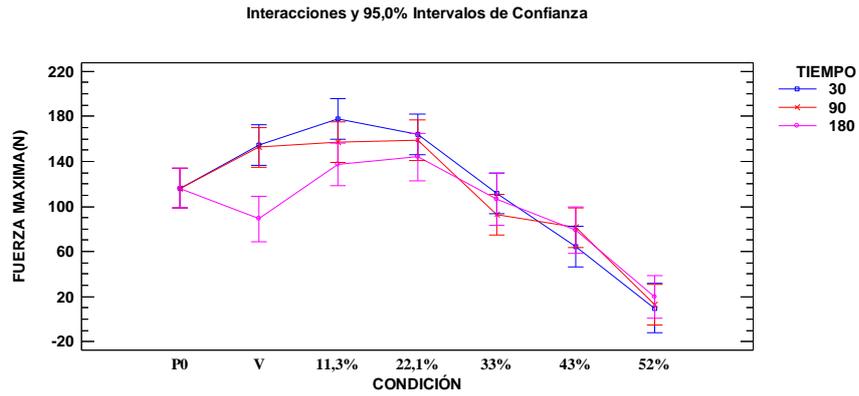
Interacciones y 95,0% Intervalos de Confianza



ANOVA multifactorial de la pureza de color (C*). Gráfico de interacción entre condición-tiempo (superior), condición-luz (medio), tiempo-luz (inferior).



ANOVA multifactorial de la diferencia de color (DE). Gráfico de interacción entre condición-tiempo (superior), condición-luz (medio), tiempo-luz (inferior).



ANOVA multifactorial de la fuerza máxima de compresión. Gráfico de interacción entre condición-tiempo (superior), condición-luz (medio), tiempo-luz (inferior).