



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA



INSTITUTO DE INGENIERÍA DE
ALIMENTOS PARA EL DESARROLLO

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Influencia de la liofilización a presión atmosférica asistida por ultrasonidos en el contenido de carotenoides de pimiento

TRABAJO FIN DE MÁSTER UNIVERSITARIO EN GESTIÓN DE LA CALIDAD
Y SEGURIDAD ALIMENTARIA

ALUMNA: Ana Teresa Santiago Martínez

TUTOR ACADÉMICO: Juan Andrés Cárcel Carrión

Curso Académico: 2016-2017

VALENCIA, 14 de septiembre de 2017

INFLUENCIA DE LA LIOFILIZACIÓN A PRESIÓN ATMOSFÉRICA ASISTIDA POR ULTRASONIDOS EN EL CONTENIDO DE CAROTENOIDES DE PIMIENTO

Ana Teresa Santiago Martínez; Juan Andrés Cárcel Carrión¹

1. Grupo ASPA (Análisis y Simulación de Procesos Agroalimentarios). Departamento de Tecnología de Alimentos. Universitat Politècnica de València. C/ Camino de Vera s/n, 46022 Valencia (España)

RESUMEN

El principal objetivo de este trabajo fue evaluar la influencia del secado a baja temperatura asistido por ultrasonidos sobre la cinética y la calidad del pimiento rojo. Para ello, muestras laminares (30 x 30 mm de lado, grosor medio 5.9 mm) de pimiento rojo (*Capsicum annuum* var. *Lamuyo*), se liofilizaron a presión atmosférica (LAP) en 3 condiciones diferentes: temperatura constante de -10°C (LAP-10), temperatura de -10 °C con aumento a 10°C en la última fase del secado (LAP+10) y temperatura constante de -10 °C con un pretratamiento de las muestras en una disolución (9 g/L) de hidróxido sódico (LAP NaOH). Estas 3 series de experiencias se realizaron sin y con (20.8 kW/m³; 21.7 kHz) aplicación de ultrasonidos de potencia. Las cinéticas de secado se modelizaron utilizando un modelo difusivo. La calidad de las muestras se estimó a partir de la determinación de la cantidad de compuestos fenólicos totales (CFT), la capacidad antioxidante (CA), el contenido de carotenoides totales (CT) y de ácido ascórbico (CAA). Como referencia de calidad, se utilizaron muestras liofilizadas a vacío (LAV; 10⁻³ bares y -45°C).

El tiempo necesario para el secado de pimiento en las experiencias LAP-10 fue de 196 ± 7 horas. La aplicación de ultrasonidos redujo dicho tiempo en un 78%. En cuanto a las experiencias LAP+10 y LAP NaOH, presentaron reducciones de tiempo de proceso de 4% y 16% respectivamente.

En general, la LAP produjo una degradación de todos los parámetros de calidad. La aplicación de ultrasonidos disminuyó el porcentaje de degradación de CFT y CT, logrando para CT valores similares a los obtenidos en muestras LAV. En cuanto a CA y CAA, no se vieron afectados por las diferentes experiencias llevadas a cabo.

PALABRAS CLAVE: Ultrasonidos, carotenoides, vitamina C, deshidratación

RESUM

El principal objectiu d'aquest treball va ser avaluar la influència de l'assecatge a baixa temperatura assistit per ultrasons sobre la cinètica i la qualitat del pebrot vermell. Per a això, mostres laminars (30 x 30 mm de costat, gruix mitjà 5.9 mm) de pebrot vermell (*Capsicum annuum* var. *Lamuyo*), es liofilitzaren a pressió atmosfèrica (LAP) en 3 condicions diferents: temperatura constant de -10°C (LAP- 10), temperatura de -10 °C amb augment a 10°C en l'última fase de l'assecatge (LAP + 10) i temperatura constant de -10°C amb

un pretractament de les mostres en una dissolució (9 g / l) d'hidròxid sòdic (LAP NaOH). Aquestes 3 sèries d'experiències es van realitzar sense i amb (20.8 kW / m³; 21.7 kHz) aplicació d'ultrasons de potència. Les cinètiques d'assecatge es modelizaren utilitzant un model difusiu. La qualitat de les mostres es va estimar a partir de la determinació de la quantitat de compostos fenòlics totals (CFT), la capacitat antioxidant (CA), el contingut de carotenoides totals (CT) i d'àcid ascòrbic (CAA). Com a referència de qualitat, es van utilitzar mostres liofilitzades a buit (LAV; 10⁻³ bars i -45°C). El temps necessari per a l'assecatge de pebrot en les experiències LAP-10 va ser de 196 ± 7 hores. L'aplicació d'ultrasons va reduir aquest temps en un 78%. Pel que fa a les experiències LAP + 10 i LAP NaOH van obtenir reduccions de temps de procés de 4% i 16% respectivament.

En general, la LAP va produir una degradació de tots els paràmetres de qualitat. L'aplicació d'ultrasons va disminuir el percentatge de degradació de CFT i CT, aconseguint per a CT valors similars als obtinguts en mostres LAV. Pel que fa a CA i CAA, no es van veure afectats per les diferents experiències dutes a terme.

PARAULES CLAU: Ultrasons, carotenoides, vitamina C, deshidratació

ABSTRACT

The main aim of this study was to evaluate the influence of low-temperature drying assisted by ultrasound on the kinetics and quality of dried red pepper. To this end, slab samples (30 x 30 mm side, medium thickness 5.9 mm) of red pepper (*Capsicum annuum* var. Lamuyo) were atmospheric freeze dried (LAP) under 3 different conditions: constant temperature of -10 ° C (LAP- 10);, temperature of -10 ° C with increase at 10 ° C in the last phase of drying (LAP + 10) and constant temperature of -10 ° C with a pretreatment of the samples in a solution (9 g / L) of sodium hydroxide (LAP NaOH).

These three series of experiments were carried out without and with (20.8 kW / m³; 21.7 kHz) ultrasound application. The drying kinetics were described using a diffusive model. The quality of the samples was estimated from the measurement of the total phenolic compounds content (CFT), antioxidant capacity (CA), total carotenoid content (CT) and ascorbic acid content (CAA). Vacuum freeze-dried samples (LAV, 10⁻³ bar and -45 ° C) were used as quality reference.

The time required for the drying of pepper in the LAP-10 experiments was 196 ± 7 hours. Ultrasound application reduced the drying time by 78%. As for the LAP+10 and LAP NaOH experiments, the processing time was shortened 4% and 16% respectively.

In general, the LAP produced a degradation of all quality parameters. The ultrasonic application decreased the percentage of degradation of CFT and CT, achieving for CT values similar than those observed in LAV samples. As for CA and CAA, they were not affected by the different experiences carried out.

KEYWORDS: Ultrasound, carotenoids, vitamin C, dehydration

1. INTRODUCCIÓN

Tradicionalmente, el secado industrial de pimiento se realiza mediante sistemas de secado convectivo por aire caliente. Estos sistemas son fáciles de implementar y permiten realizar un secado rápido de una gran cantidad de producto (Rufián-Henares, Guerra-Hernández y García-Villanova, 2013). Las altas temperaturas que se aplican durante el secado hacen que el producto sufra una serie de cambios físicos, estructurales, químicos, organolépticos y nutricionales que pueden producir una importante degradación de la calidad (Di Scala y Crapiste, 2008).

El pimiento contiene una amplia gama de sustancias fitoquímicas, entre las que destacan vitaminas C, A y E, compuestos fenólicos y carotenoides. Estos componentes presentan propiedades antioxidantes bien conocidas (Deepa et al., 2007) que confieren protección contra agentes cancerígenos y retrasan el proceso de envejecimiento (Simonne et al., 1997).

Actualmente existe una alta demanda por parte de los consumidores de productos procesados que conserven la mayoría de las propiedades nutricionales y organolépticas del producto fresco y que, por tanto, se vean mínimamente alteradas por el proceso. (Mayor y Sereno, 2004). El proceso de liofilización a vacío permite la obtención de productos deshidratados de elevada calidad mediante el secado a muy baja temperatura en condiciones de presión subatmosférica (Arévalo-Pinedo y Murr, 2006). Sin embargo, el elevado coste del proceso hace que éste se emplee únicamente en productos de alto valor añadido. (Ratti, 2001).

Una alternativa para el secado de productos sensibles al calor más asequible a nivel económico y energético es la liofilización a presión atmosférica. En este proceso, al igual que en la liofilización a vacío, la eliminación del agua del producto se produce por sublimación a presión atmosférica. El gradiente de presiones de vapor se consigue mediante el uso de un aire de secado con una humedad relativa muy baja. El uso de temperaturas bajas hace que se reduzcan los efectos negativos producidos por el uso de sistemas de aire caliente. Sin embargo, es un proceso que conlleva largos tiempos de procesado (Gallego-Juárez et al., 2007; Santacatalina et al., 2016a).

La aplicación de ultrasonidos de alta potencia puede resultar una interesante opción para la reducción del tiempo de secado. Cuando una onda ultrasónica atraviesa un material, induce una serie de compresiones y descompresiones en el interior del material que pueden afectar a la transferencia de masa reduciendo la resistencia al transporte (Cárcel et al., 2012) facilitando la salida del agua del producto. La intensificación de los procesos de secado mediante el uso de ultrasonidos de alta potencia se ha estudiado, tanto a alta como a baja temperatura de secado, en diversos productos como por ejemplo manzana (Rodríguez et al., 2014; Santacatalina et al., 2015), bacalao desalado (Santacatalina et al., 2016b), zanahoria (García-Pérez et al., 2012a), guisantes (Bantle y Eikevik, 2011), fresa (Gamboa-Santos et al. 2014), piel de maracuyá (Do Nascimento et al., 2016) o tomates cherry (Fernandes et al., 2016) entre otros.

El principal objetivo de este trabajo fue evaluar la influencia de las condiciones de realización de liofilización a presión atmosférica sin (SUS) y

con (CUS) aplicación de ultrasonidos de potencia en la cinética de secado y en la calidad del pimiento rojo deshidratado.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materia prima

El presente estudio se realizó con pimientos rojos (*Capsicum annuum* var. Lamuyo) obtenidos de un mercado local de Valencia. Las muestras se escogieron considerando tamaño y coloración homogéneos y se almacenaron en refrigeración ($5\pm 1^{\circ}\text{C}$) hasta su uso. Para ello, los pimientos se lavaron y secaron con papel absorbente, se desechó el pedúnculo, cáliz, placenta, semillas y el ápice. De la parte central del pimiento se obtuvieron muestras laminares de 30 x 30 mm de lado. El grosor de las muestras osciló entre 4,7 y 7 mm. Las muestras se congelaron en un abatidor de temperatura (Hiber, mod. RDM051S, Italia) a -35°C durante 2 horas.

El contenido de humedad se determinó por diferencia de peso entre muestras frescas y totalmente secas. Para ello, las muestras trituradas de pimiento se introdujeron en una estufa a 70°C y 200 mmHg hasta que se logró un peso constante (AOAC, 1997)

2.2. Experiencias de liofilización a presión atmosférica

Las experiencias de secado se realizaron en un secadero convectivo a presión atmosférica descrito previamente por García-Pérez et al. (2012). El equipo está formado por una cámara de secado constituida por un cilindro vibrante acoplado a un transductor piezoeléctrico (21,8 kHz). Dentro de la cámara de secado se genera un campo ultrasónico de alta frecuencia que se propaga desde las paredes del cilindro al interior. Allí, se sitúa las muestras colocadas en un portamuestras, especialmente diseñado para asegurar un tratamiento homogéneo de las mismas.

El sistema realiza un control automático de la temperatura y de la velocidad del aire de secado. El control de la temperatura es de tipo PID y se logra mediante la acción combinada de una resistencia eléctrica y de un sistema enfriador. Para mantener baja la humedad relativa en la cámara de secado, se fuerza el paso del aire a través de un material desecante, el cual es regenerado periódicamente en una estufa a 250°C . El seguimiento de la cinética de secado se realiza mediante pesadas automáticas de las muestras a tiempos establecidos.

Se llevaron a cabo tres series experimentales con diferentes condiciones de secado para evaluar su influencia tanto en la cinética de secado como en los parámetros de calidad de las muestras de pimiento. En primer lugar, se realizó el secado de las muestras de pimiento, sin y con aplicación de ultrasonidos (20.8 kW/m^3 ; 21.7 kHz) a una temperatura constante durante todo el proceso de -10°C . Una segunda serie de experiencias, también con y sin la aplicación de ultrasonidos, consistió en realizar el secado con dos rangos de temperatura. En una primera fase, se utilizó una temperatura de -10°C . Cuando se alcanzó una humedad en el producto de aproximadamente 1 kg de agua/kg de materia seca, se incrementó la temperatura de secado a 10°C . Por último, con objeto de evaluar la posible influencia de la piel externa

del pimiento (epicarpio) en la velocidad de secado, se aplicó un tratamiento previo a las muestras en una disolución (9 g/L) de hidróxido sódico (9 g NaOH por litro de agua destilada). Para ello, se introdujeron los pimientos enteros en un baño con la disolución a una temperatura de 100°C. Pasados 20 s, se extrajeron las muestras y se lavaron con agua destilada. Posteriormente, se obtuvieron las muestras laminares y se procedió a su secado en condiciones similares a las de la primera serie de experiencias, es decir, temperatura constante de -10°C.

En todas las series experimentales, se mantuvo constante la velocidad de aire en $2 \pm 0,1$ m/s mientras que la humedad relativa fue siempre inferior a $15 \pm 5\%$.

2.3. Experiencias de liofilización a vacío

Como referencia para comparar los resultados obtenidos, se utilizó un proceso convencional de liofilización a vacío. Al igual que en las experiencias de liofilización a presión atmosférica, muestras laminares se congelaron en abatidor de temperatura en las mismas condiciones mencionadas anteriormente. Una vez congeladas, se introdujeron en bandejas en un liofilizador (Telstar, Lioalfa-6, Alemania). Las condiciones de trabajo fueron 10^{-3} bares y -45°C. Las muestras se mantuvieron en el liofilizador durante cuatro días.

En este caso, debido a que este equipo trabaja a vacío y de manera discontinua, no se obtuvieron las cinéticas de secado. Por el contrario, tanto estas muestras como las obtenidas por liofilización a presión atmosférica se utilizaron para determinar diferentes parámetros de calidad.

2.4. Modelización

El epicarpio del pimiento ejerce una acción impermeable, y por lo tanto protectora, frente a la deshidratación natural de los frutos. Por tanto, se podría considerar que, durante el secado, las muestras laminares de pimiento utilizadas en el presente trabajo únicamente perderían humedad por la cara opuesta a la situación del epicarpio. En esas condiciones, se podría asumir que el transporte de humedad se produciría de manera unidimensional y el comportamiento de las muestras se podría asimilar al de una lámina infinita de espesor el doble del que presentan las muestras (do Nascimento et al., 2016). Bajo estas consideraciones, se utilizó un modelo difusivo basado en la ley de Fick para la descripción de las cinéticas de secado (Ecuación 1).

$$\frac{\partial W(x,t)}{\partial t} = D_e \frac{\partial^2 W(x,t)}{\partial x^2} \quad (1)$$

Dónde, $W(x,t)$ es el contenido de humedad puntual de la muestra (kg agua/kg materia seca) para un tiempo t (s) de secado; D_e es la difusividad efectiva (m^2/s) y x es la dirección de transporte del agua (m).

Para la resolución de dicho modelo, se consideró que la distribución la humedad en la muestra es homogénea al principio del secado. Además, se asumió que la resistencia externa al transporte de agua resultó despreciable

frente a la interna y, por tanto, que la cinética está gobernada fundamentalmente por el transporte del interior del sólido (Ecuación 2).

$$W(L, t) = W_{eq} \quad (2)$$

Dónde, L es el espesor de la muestra (m) y W_{eq} es el contenido de humedad en equilibrio (kg de agua/kg de ms). Este se obtuvo a partir de la humedad relativa del aire de secado y de la isoterma de pimienta publicada por Di Scala et al. (2008).

A partir de estas suposiciones, se obtuvo la solución analítica del modelo que describe la evolución del contenido puntual de agua del pimienta durante el secado. Su integración a todo el volumen de la muestra permite obtener el contenido medio de humedad de la muestra para cualquier tiempo de secado (Ecuación 3).

$$W(t) = W_e + (W_0 - W_e) \left[2 \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{\lambda_n^2 L^2} e^{-D_e \lambda_n^2 t} \right] \quad (3)$$

La identificación de la D_e se realizó a partir del planteamiento de un problema de optimización en el que se minimizó la suma de las diferencias cuadráticas entre humedad experimental y la calculada con el modelo. Para ello se utilizó el método del Gradiente Reducido Generalizado, disponible en la herramienta SOLVER de Microsoft Excel™.

Además, se determinó el porcentaje de varianza explicada por el modelo (% VAR) para evaluar la precisión del ajuste del modelo a los datos experimentales (Ecuación 4).

$$VAR = \left[1 - \frac{S_{calc}^2}{S_{ex}^2} \right] \cdot 100 \quad (4)$$

Dónde S_{ex}^2 y S_{calc}^2 son la varianza experimental y calculada, respectivamente.

2.5. Determinación de parámetros de calidad

La influencia de las condiciones de secado en la calidad del pimienta deshidratado se estimó a partir de la determinación del contenido de fenoles totales (CFT), la capacidad antioxidante (CA), el contenido de carotenoides totales (CT) y el contenido de ácido ascórbico (CAA).

2.5.1 PREPARACIÓN DEL EXTRACTO

El primer paso para la determinación de los parámetros de calidad considerados consistió en la obtención de un extracto a partir de las muestras deshidratadas. En este sentido, dependiendo del tipo de determinación, se realizaron dos tipos de extracciones con dos tipos de solventes. En el caso de la determinación del contenido de carotenoides se utilizó como agente extractante cloroformo, mientras que para el resto de determinaciones se utilizó etanol (96% v/v). Para ello, se introdujo 1 gramo de muestra de pimienta triturado en un matraz aforado. A continuación, se añadieron 50 mL del solvente apropiado y la mezcla se sonicó en un baño de ultrasonidos (Ultrasonic Cleaner USC-T, VWR) durante 20 minutos. Tanto a mitad como al final del tiempo de sonicación se realizó una agitación manual de las muestras.

2.5.2 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN FENOLES TOTALES (CFT)

Para la determinación del contenido en compuestos fenólicos totales se utilizó el método propuesto por Singleton et al. (1999) con ligeras modificaciones. En una cubeta de 4,5 mL se introducen: 100 µL del extracto de muestra, 200 µL de reactivo Folin- Ciocalteu y 2 mL de agua destilada y se incuba durante 3 minutos a temperatura ambiente. Una vez pasado este tiempo, se añade 1 mL de carbonato de sodio al 20%. La mezcla se incuba en condiciones de oscuridad durante 1 hora e inmediatamente después se mide su absorbancia a 765 nm en un espectrofotómetro (Helios Gamma, Thermo Spectronic, Cambridge, UK). La cuantificación de los compuestos fenólicos se realiza por comparación con una curva estándar de ácido gálico realizada previamente. El resultado se expresa como mg de ácido gálico por g de materia seca (ms).

2.5.3 DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD ANTIOXIDANTE (CA)

La capacidad antioxidante se determinó por el método FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power) con ligeras modificaciones (Pulido et al., 2000). Para la preparación del reactivo FRAP, se añaden 2,5 mL de tampón de acetato sódico anhidro 0,3 M con pH 3,6, 2,5 mL del reactivo FeCl₃·6H₂O milimolar y 2,5 mL del reactivo TPTZ (2,4,6-tri(2-piridil)-s-triazina) 10mM en HCl 40 mM. Posteriormente, en una celda espectrofotométrica de 1,5 mL, se introducen 30 µL de agua destilada, 30 µL del extracto etanólico de la muestra y 900 µL del reactivo FRAP preparado. Acto seguido, la muestra se introduce en un baño termostático (Tecton 200, P-Selecta, España) a 37°C durante 30 min. Una vez pasado el tiempo, se mide la absorbancia a 595 nm y se obtienen los resultados por comparación con una curva de calibrado de disoluciones de Trolox de concentración conocida. Los resultados se expresan como µmol trolox / g ms.

2.5.4 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN CAROTENOIDES TOTALES (CT)

La determinación del contenido en carotenoides se realizó siguiendo el método propuesto por Carvalho et al. (2012) con ciertas modificaciones. Así, el extracto de la muestra obtenido mediante extracción con cloroformo es filtrado y posteriormente diluido en un matraz aforado de 5 mL enrasando con cloroformo. Posteriormente, en cubetas de cuarzo de 10 mm de capacidad, se procede a la lectura de la absorbancia a 461 nm (Rodríguez-Amaya, 2001). El contenido en carotenoides totales, expresado como µg por g de muestra seca se calcula utilizando la siguiente ecuación (Carvalho et al., 2012):

$$\text{Contenido en carotenoides} = \frac{A \times V \times 10^4}{A_{1\text{cm}}^{1\%} \times P} \quad (5)$$

Donde: A en la absorbancia; V es el volumen total del extracto (mL); P es el peso de la muestra (g) y $A_{1\text{cm}}^{1\%}$ es el coeficiente de extinción molar en cloroformo (2396) (Rodríguez-Amaya, 2001).

2.5.5 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ACIDO ASCÓRBICO (CAA)

La estimación del contenido de vitamina C se realizó mediante la determinación del contenido de ácido ascórbico propuesto por Jagota y Dani (1982) con algunas modificaciones. En primer lugar, 2 mL del extracto de pimiento obtenido con etanol se mezclan con 2 mL de una solución de ácido tricloroacético al 7,5%. La mezcla se mantiene a 4°C durante 5 minutos. Una vez pasado ese tiempo, se filtra.

Posteriormente, en una celda espectrofotométrica de 4,5 mL se introducen: 0,2 mL del extracto preparado, 2 mL de agua destilada y 0,2 mL de una solución del reactivo Folin-Ciocalteu diluida (1:10 v/v). El conjunto se deja reposar durante 10 minutos a temperatura ambiente y se mide la absorbancia a 760 nm. Los resultados se obtienen a partir de una curva de calibración determinada previamente con disoluciones de ácido ascórbico de concentración conocida. Los resultados se expresan como mg de ácido ascórbico / g ms.

5.6 DEGRADACIÓN

Con el objetivo de establecer la influencia de la aplicación de ultrasonidos durante el secado y de la temperatura de secado en la muestra, se calculó el porcentaje de degradación de los distintos parámetros de calidad considerados a partir de los valores obtenidos en la muestra fresca y en la muestra tras finalizar el secado (Ecuación 6).

$$\% \text{ Degradación} = \frac{C_0 - C_f}{C_0} \times 100 \quad (6)$$

Dónde C_0 es el valor del parámetro de calidad correspondiente (CT, CFT, CVC y CA) determinado en la muestra fresca y C_f es el valor obtenido en la muestra deshidratada.

5.7 ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Los resultados fueron analizados estadísticamente mediante la estimación del análisis de varianza (ANOVA, $p < 0.05$) y de las diferencias mínimas significativas (LSD, Least Significant Difference) utilizando el programa Statgraphics Centurion XVI, con el objetivo de evaluar la influencia de las diferentes condiciones de procesado sobre los parámetros de calidad.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Cinéticas de secado

3.1.1. EXPERIENCIAS DE LIOFILIZACIÓN A PRESIÓN ATMOSFÉRICA (LAP-10)

La liofilización a presión atmosférica a -10 °C (LAP-10) de pimiento resultó un proceso muy lento que requirió largos tiempos de procesado. Así, el tiempo de secado medio que se necesitó para alcanzar una humedad de 1 kg agua/kg ms fue de 196 ± 7 horas (8 días). En la bibliografía se pueden encontrar diversos estudios en los que se realiza el secado de alimentos utilizando el mismo equipo experimental y condiciones similares a las utilizadas en el presente estudio. En estos trabajos para procesos a -10 °C se citan tiempos de secado de 42 ± 3 h en manzana (Santacatalina et al., 2016a) y 58 ± 6 h en

bacalao desalado (Santacatalina et al., 2016b). Utilizando una temperatura de -14°C se necesitaron más de 100 horas para zanahoria y entre 25 y 30 h para berenjena (García-Pérez et al., 2012). Esto pone de manifiesto la gran cantidad de tiempo que necesitó el secado de pimiento ya que supone un incremento de entre un 70 y un 553 % del tiempo de secado en comparación con otros alimentos. Dicha prolongación del tiempo se podría deber a que durante el secado, se produjo un plegamiento de las muestras sobre sí mismas. Esto hizo que el epicarpio del pimiento se convirtiera prácticamente en la cara exterior de la muestra lo que dificultaría más la salida del agua.

La aplicación de ultrasonidos durante la liofilización a presión atmosférica redujo significativamente el tiempo de secado (Figura 1). El tiempo de proceso para alcanzar una humedad de 1 kg agua/kg ms. fue de 43 ± 6 horas, lo que supone una reducción del tiempo de secado de un 78% en comparación con las experiencias realizadas sin aplicación de ultrasonidos. Las ondas ultrasónicas generan ciclos de expansión y compresión en la materia que producen un efecto similar al observado cuando una esponja se aprieta y se libera repetidamente (Rodríguez et al., 2014; Santacatalina et al., 2015). Esto puede contribuir a mejorar el transporte de vapor de agua a través de la capa deshidratada que se genera entre la parte interna de la muestra, que permanece con agua congelada, y su superficie. Además, la atenuación de la onda acústica puede proporcionar la energía necesaria para que el agua cambie de estado, contribuyendo a la sublimación del agua (Gallego-Juárez, 2010).

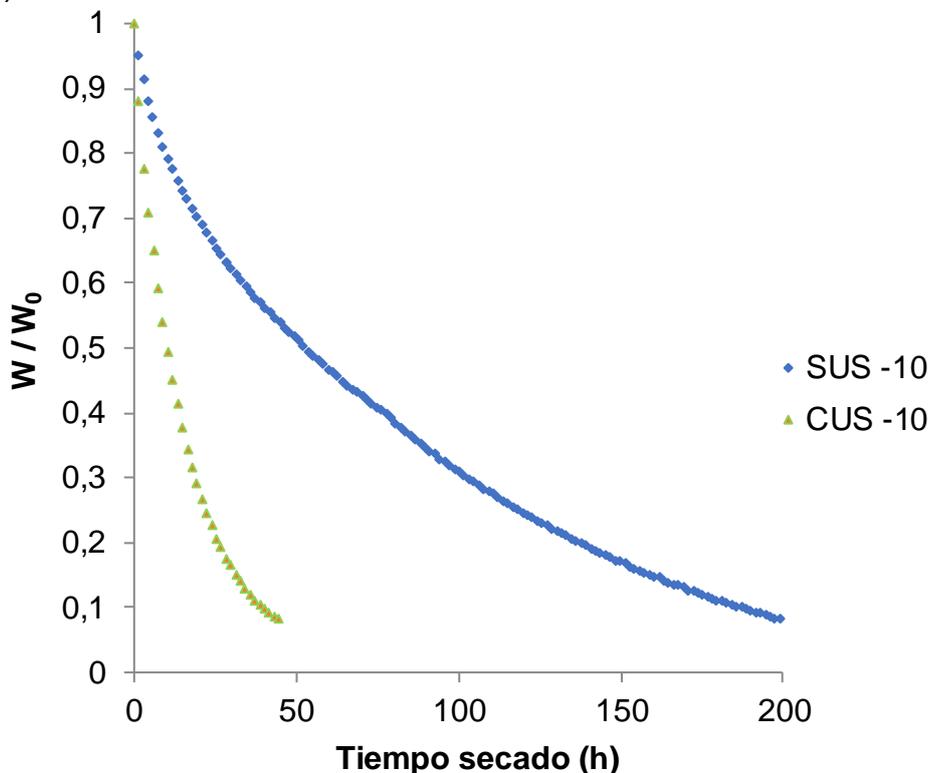


FIGURA 1. Evolución del contenido de la humedad (W/W_0 , contenido medio de humedad/contenido inicial de humedad) de muestras de pimiento durante el secado de las mismas a -10°C (2 m/s) sin y con (20.8 kW/m^3 ; 21.7 kHz) la aplicación de ultrasonidos de potencia.

3.1.2. EXPERIENCIAS DE LIOFILIZACIÓN A PRESIÓN ATMOSFÉRICA CON AUMENTO DE TEMPERATURA. (LAP+10)

Con el objeto de intentar acelerar el proceso de secado, se realizó otra serie de experiencias en las que se varió la temperatura durante el secado. Así se realizó una primera fase de secado a una temperatura de $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta que la muestra alcanzó una humedad aproximada de $1\text{ kg de agua/ kg de materia seca}$. En ese momento, se incrementó la temperatura de secado a $10\text{ }^{\circ}\text{C}$. De esta manera, en una primera fase, la muestra se seca en condiciones de liofilización a presión atmosférica. En una segunda fase, cuando el secado se ralentiza mucho debido que el contenido de humedad de las muestras es muy bajo, el incremento de temperatura podría contribuir a acelerar el proceso. La influencia de la temperatura en la cinética de secado es conocida, tanto en secados realizados a baja como a alta temperatura. Así, por ejemplo, Santacatalina et al. (2014) estudiando el secado convectivo de manzana asistido por ultrasonidos a bajas temperaturas ($-10, -5, 0, 5$ y $10\text{ }^{\circ}\text{C}$) observaron que el incremento de temperatura redujo significativamente el tiempo de proceso obteniendo la mayor reducción de tiempo a la temperatura de $10\text{ }^{\circ}\text{C}$. Otro ejemplo sería el resultado obtenido por Gamboa-Santos et al. (2014) estudiando el secado de fresas. En este caso, el aumento de temperatura en el secado de 40 a $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ dio lugar tanto a una reducción de tiempo del 38% y a un aumento de la difusividad efectiva del 132% . El aumento de temperatura activa las moléculas de agua provocando que el transporte de agua sea más rápido.

Por otra parte, es necesario señalar que durante el secado a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ el agua se elimina de la matriz vegetal por sublimación, mientras que en el caso de utilizar una temperatura de $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ el agua se elimina mediante evaporación (Claussen et al., 2007)

Los resultados experimentales obtenidos (Figura 2) mostraron que el aumento de temperatura en la segunda parte del secado produjo una reducción significativa del tiempo de secado de las muestras. Este efecto fue mayor en las experiencias realizadas con aplicación de ultrasonidos. Así, el tiempo necesario para alcanzar un contenido de humedad de $0,6\text{ kg agua/kg ms.}$ se redujo en 8 ± 2 horas ($3,7\%$) en el caso de las muestras LAP-SUS+10 comparadas con las LAP-SUS-10, mientras que para LAP-CUS+10, el tiempo de secado se redujo 23 ± 1 horas (62%).

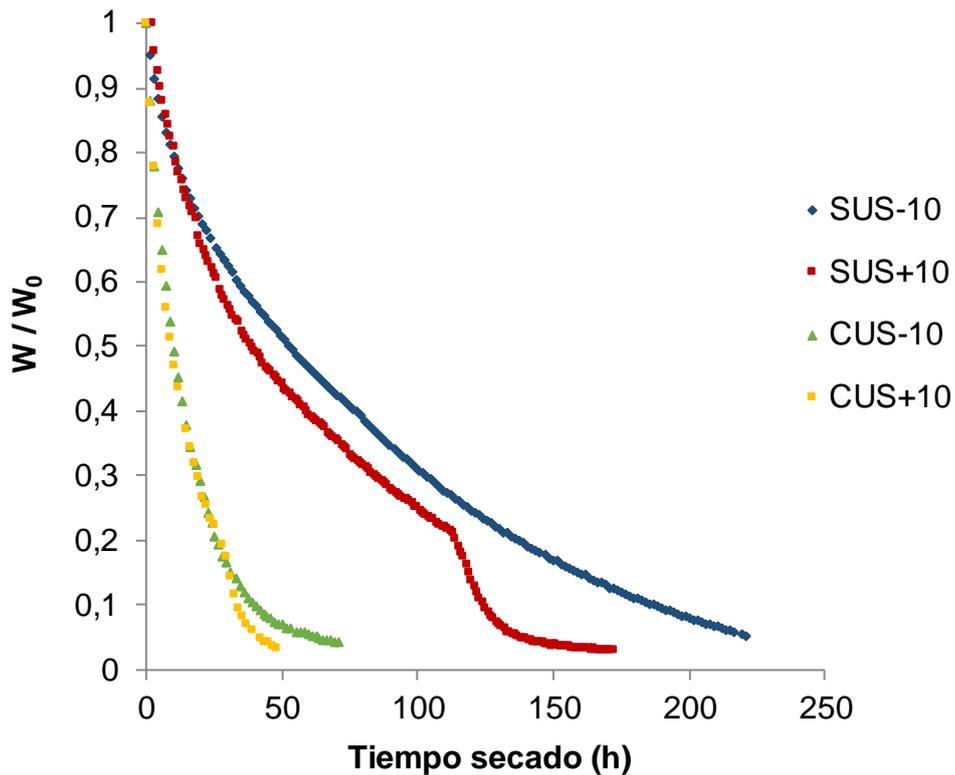


FIGURA 2. Evolución del contenido de humedad (W/W_0 , contenido medio de humedad/contenido inicial de humedad) de muestras de pimienta durante el secado de las mismas a temperatura constante $-10\text{ }^\circ\text{C}$ y con aumento de temperatura a $+10\text{ }^\circ\text{C}$ al final del proceso (2 m/s) sin y con (20.8 kW/m^3 ; 21.7 kHz) la aplicación de ultrasonidos de potencia.

3.1.3. EXPERIENCIAS DE LIOFILIZACIÓN A PRESIÓN ATMOSFÉRICA CON MUESTRAS PRE-TRATADAS CON HIDRÓXIDO SÓDICO. (LAP NAOH)

El largo tiempo de secado observado en las dos series experimentales anteriores podría estar relacionado con cierta protección que ejercería la piel del pimienta contra la deshidratación. El hecho de que la muestra se pliegue sobre sí misma durante el secado, ofreciendo sólo la parte del epicarpio al aire de secado, haría que la superficie efectiva de transporte fuera mucho menor. Por este motivo, se planteó realizar otra serie de experiencias de secado en las que la muestra tuviera un pretratamiento para afectar a la integridad del epicarpio. Este pretratamiento consistió en sumergir los pimientos enteros en una disolución de hidróxido sódico con el objetivo de cuartear la piel y hacerla más permeable. Esto debería facilitar la salida de agua y reducir los tiempos de secado.

En estas condiciones, el secado de pimienta sin aplicación de ultrasonidos a $-10\text{ }^\circ\text{C}$ se redujo de 196 ± 7 horas sin el pretratamiento hasta 162 ± 2 horas cuando se realizó un pretratamiento con sosa. Esto supone una reducción del tiempo de secado del 17%. La influencia del pretratamiento también se puede observar en una mayor pendiente en la evolución del contenido de humedad durante el proceso de secado en comparación con la muestra sin pretratamiento (Figura 3).

En el caso de las muestras liofilizadas con la aplicación de ultrasonidos, las pretratadas alcanzaron un tiempo de secado medio de 26 ± 3 horas, un 35% menos que la muestra sin pretratamiento.

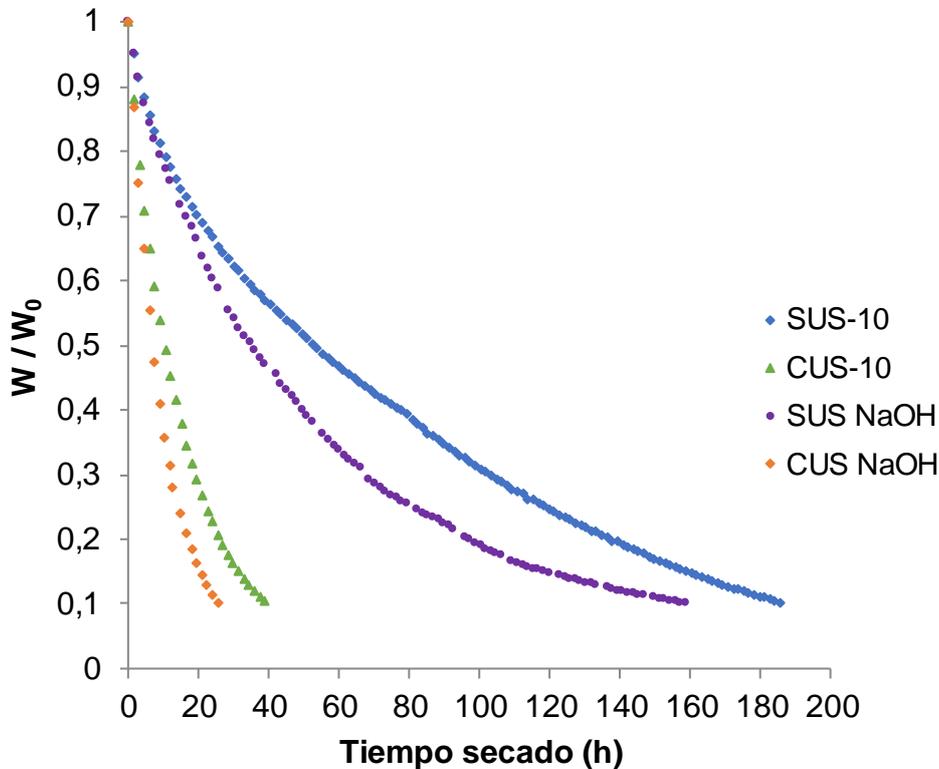


FIGURA 3. Evolución del contenido de humedad (W/W_0 , contenido medio de humedad/contenido inicial de humedad) de muestras de pimienta durante el secado de las mismas a $-10\text{ }^\circ\text{C}$ (2m/s) sin y con pre-tratamiento de hidróxido sódico, sin y con (20.8 kW/m^3 ; 21.7 kHz) la aplicación de ultrasonidos de potencia.

La mayor velocidad de secado alcanzada por las muestras LAP NaOH se puede atribuir al daño producido en la epidermis del pimienta como consecuencia del tratamiento químico. Esto hace que la barrera de protección del pimienta se debilite y se facilite la salida del agua, logrando así un aumento en la velocidad de secado.

3.2 Modelización

Para la modelización de las cinéticas de secado se consideró un modelo difusivo que supone que el transporte de materia está controlado únicamente por la resistencia interna del material. Mediante el ajuste de este modelo se obtuvo el valor de difusividad efectiva (D_e) para cada serie experimental realizada. Este parámetro permitió cuantificar la influencia de las condiciones ensayadas en la velocidad de secado. También se determinó el porcentaje de varianza explicada (%VAR) con el objetivo de medir la bondad del ajuste al modelo a los datos experimentales.

3.2.1. EXPERIENCIAS DE LIOFILIZACIÓN A PRESIÓN ATMOSFÉRICA (LAP-10)

En la tabla 1 se muestran los resultados obtenidos de la modelización de las series experimentales realizadas a temperatura constante de -10°C . El porcentaje de varianza explicada por el modelo superó el 99% en todos los casos, lo que indica que el ajuste del mismo a los datos experimentales fue adecuado. Además, la tendencia de la evolución del contenido de humedad determinado experimentalmente y calculado con el modelo fue muy similar (Figura 4) lo que es otra muestra del buen ajuste conseguido por el modelo.

El valor de difusividad efectiva identificada para las muestras tratadas con ultrasonidos resultó un orden de magnitud superior en las experiencias realizadas con aplicación de ultrasonidos en comparación con los secados sin aplicación de ultrasonidos. Así, la difusividad efectiva identificada se incrementó un 512% al aplicar ultrasonidos. Este incremento es superior al encontrado en otros estudios. Por ejemplo, García-Pérez et al. (2012) obtuvieron un aumento en la difusividad efectiva del 182 y 244% para zanahoria y manzana, respectivamente, cuando se aplicó ultrasonidos durante su secado a -14°C .

Este aumento en la D_e con la aplicación de ultrasonidos puede estar relacionado con el aumento de porosidad del producto una vez congelado que se traduciría en una mayor impedancia acústica. Esto reduciría la diferencia de impedancias en la interfaz muestra-aire y supondría una mayor eficiencia en la transmisión de energía acústica, logrando una mayor disponibilidad de energía para realizar el transporte de masa (Ozuna et al., 2014; Santacatalina et al., 2016a).

TABLA 1. Difusividad efectiva de pimiento identificada a partir de la modelización de las cinéticas de liofilización a presión atmosférica a temperatura constante de -10°C (2 m/s) con (20,8 kW/m³; 21.7 kHz) y sin aplicación de ultrasonidos de potencia.

	$D_e(\text{m}^2/\text{s}) * 10^{-10}$	VAR (%)
SUS	$0,37 \pm 0,04$	99,69
CUS	$2,26 \pm 0,32$	99,08

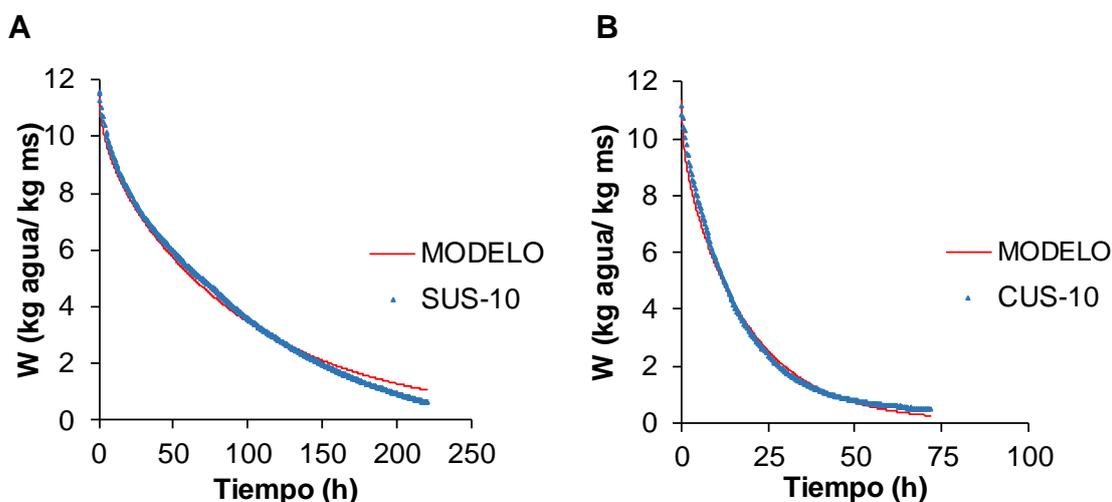


FIGURA 4. Cinéticas de secado experimentales y calculadas con el modelo difusivo de pimiento, sin (A) y con (B) aplicación de ultrasonidos a temperatura constante de -10°C .

3.2.2. EXPERIENCIAS DE LIOFILIZACIÓN A PRESIÓN ATMOSFÉRICA CON AUMENTO DE TEMPERATURA. (LAP+10)

Es un hecho demostrado que la difusividad efectiva de agua durante el secado depende de la temperatura del aire utilizado. De esta forma, Rodríguez et al. (2014) obtuvieron un aumento de la difusividad efectiva del 80% al aumentar la temperatura de secado de 30 a 70°C en el secado convectivo de manzana. Por esta razón, en esta serie de experiencias, el ajuste del modelo se realizó por etapas considerando la temperatura de secado utilizada. De esta manera, se obtuvo una difusividad efectiva para los datos de evolución de humedad de las muestras obtenidos durante el secado a -10°C y otra para los datos de secado de la última fase del secado, realizado a 10°C. En ambos tipos de modelización de estas cinéticas se consideró la humedad inicial de la muestra de pimiento al inicio del experimento.

Como era de esperar, los valores de D_e obtenidos en la primera fase de secado, la realizada a -10 °C el primer tramo a una temperatura de -10°C fueron significativamente similares a los valores obtenidos en la modelización de las experiencias LAP-10 (Tabla 1) y el ajuste presentó valores de varianza explicada por encima del 99 %.

En cuanto al ajuste conseguido en la segunda fase del secado, la que tuvo lugar a 10°C (Tabla 2), la varianza explicada obtenida fue notablemente inferior a la obtenida en la primera fase. Esta disminución de la bondad del ajuste de los datos al modelo indica que las hipótesis formuladas para la modelización se alejaron de las condiciones reales. Entre otros aspectos, la humedad en interior de las muestras al inicio de esta etapa de secado no es homogénea. Además, el aumento de la temperatura de secado podría hacer que la resistencia externa a la transferencia de masa no fuera despreciable frente a la interna y, por lo tanto, debiera considerarse en el modelo. Aun así, el valor de la D_e identificada representa una medida de la velocidad del proceso y, por lo tanto, permite su uso para evaluar la influencia de las condiciones del secado.

TABLA 2. D_e identificada a partir de la modelización de las cinéticas de secado en la segunda fase del proceso realizada a +10°C, con y sin aplicación de ultrasonidos de potencia.

	D_e (m ² /s) *10 ⁻¹⁰	VAR (%)
SUS	0,64 ± 0,25	60,90
CUS	2,62 ± 0,27	84,12

Como se puede observar en la Tabla 2, la difusividad efectiva se vio significativamente afectada tanto por el aumento de la temperatura de secado como por la aplicación de ultrasonidos. Así, el aumento de temperatura de -10 a 10 °C supuso cuadruplicar el valor de D_e . En cuanto a la aplicación de ultrasonidos, la D_e obtenida en las experiencias LAP-CUS+10 fue un 309% superior que la identificada en las experiencias LAP-SUS+10. El aumento de la difusividad efectiva con la aplicación de ultrasonidos y el aumento de temperatura también se ha observado por otros autores (Santacatalina et al., 2015)

3.2.3 EXPERIENCIAS DE LIOFILIZACIÓN A PRESIÓN ATMOSFÉRICA CON PRE-TRATAMIENTO CON HIDRÓXIDO SÓDICO (LAP NaOH).

Los valores de D_e obtenidos a partir de la modelización de las cinéticas de secado con un tratamiento previo de hidróxido sódico (Tabla 3) resultaron del mismo orden que los obtenidos en la modelización de las experiencias LAP-10. Por tanto, el tratamiento con NaOH aunque afectó no degradó lo suficiente la superficie del pimiento como para aumentar la superficie efectiva de transporte.

Los valores de varianza fueron superiores al 98% tanto en las experiencias realizadas sin ultrasonidos como en las realizadas con ultrasonidos, lo que indica la bondad del ajuste de modelo. Esto también se puede observar en las tendencias muy similares de la evolución de la humedad experimental y calculada (Figura 5). Además, la aplicación de ultrasonidos logró un aumento en la D_e del 567%. Como en las series experimentales anteriores, la influencia de los ultrasonidos en la difusividad efectiva también podría atribuirse a la creación de microcanales internos que facilitan la salida del agua de la muestra sólida con mayor facilidad (Cárcel et al., 2012).

TABLA 3. D_e identificadas a partir de la modelización de las cinéticas de secado a -10°C de muestras de pimiento pre-tratadas en disolución de NaOH, con y sin aplicación de ultrasonidos de potencia.

	D_e (m^2/s) $\cdot 10^{-10}$	VAR (%)
SUS	$0,36 \pm 0,07$	99,28
CUS	$2,40 \pm 0,32$	98,58

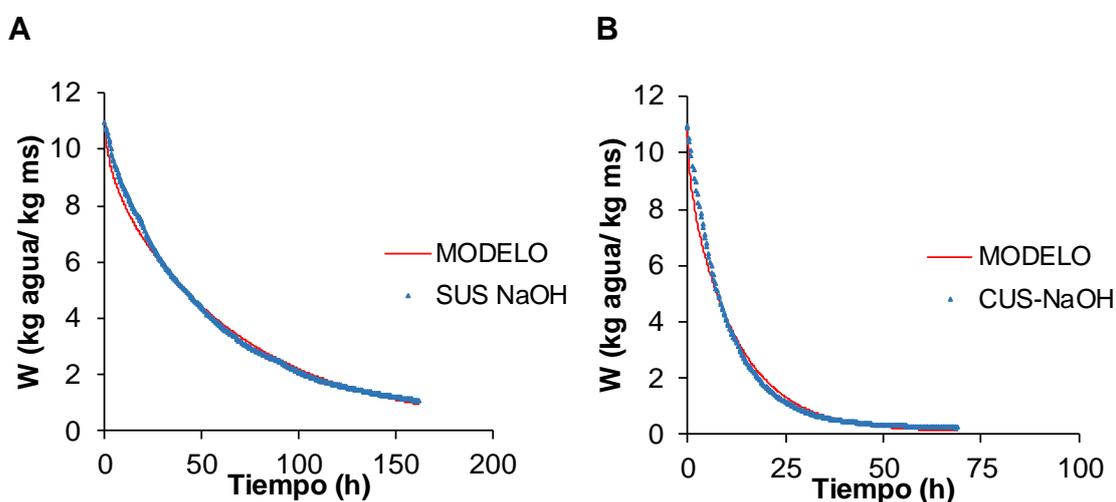


FIGURA 5. Cinéticas de secado experimentales y calculadas mediante el modelo difusivo de muestras de pimiento pre-tratadas en disolución de NaOH sin (A) y con (B) aplicación de ultrasonidos a -10°C .

3.3 Parámetros de calidad

3.3.1. CONTENIDO DE COMPUESTOS FENÓLICOS TOTALES (CFT)

El contenido de fenoles totales (CFT) en el pimiento rojo antes del secado fue de $25,28 \pm 4,55$ mg GAE/ g ms. Estos valores son similares a los publicados por otros autores. Así, por ejemplo, Gorinstein et al. (2009) obtuvieron valores de $19,23 \pm 1,8$ mg GAE/g ms.

El secado produjo una degradación muy importante del CFT (Figura 6). En general, en las experiencias de liofilización a presión atmosférica (LAP) realizadas, el porcentaje de degradación de los compuestos fenólicos fue superior al 85%. En el caso de las experiencias realizadas por liofilización a vacío (LAV) dicho porcentaje de degradación fue del $65,40 \pm 2,20\%$.

La aplicación de ultrasonidos durante el secado redujo significativamente ($p < 0,05$) la degradación de fenoles totales. Así, el CFT de las muestras secadas con ultrasonidos fue un 102% superior al observado en las muestras secadas convencionalmente. Como se ha visto al analizar la cinética, el tiempo de secado del pimiento se redujo en un 78% con la aplicación de ultrasonidos. Esta importante reducción de tiempo podría compensar posibles efectos adversos de los ultrasonidos sobre CFT y ser la responsable del menor porcentaje de degradación de polifenoles alcanzado por las muestras tratadas con ultrasonidos. Kyi et al. (2005) afirmaron que la reducción del contenido en polifenoles totales en el secado se debe a su oxidación enzimática. Aunque el efecto de los ultrasonidos suponga una degradación de los polifenoles, un tiempo más elevado de exposición al aire supone una mayor oxidación de los mismos.

El aumento de temperatura de secado en la última etapa del proceso no supuso diferencias significativas ($p < 0,05$) en la degradación de polifenoles totales (Figura 6). Así el porcentaje de degradación alcanzado en ese caso ($92,25 \pm 1,91\%$) fue muy similar que el alcanzado en las experiencias realizadas a temperatura constante ($92,99 \pm 0,93\%$). En cuanto a la aplicación de ultrasonidos, los resultados obtenidos mostraron que las muestras CUS+10 presentaron un ligero incremento en la degradación de CFT en comparación con las muestras CUS-10. En todo caso la degradación fue inferior que la observada en las experiencias sin aplicación de ultrasonidos.

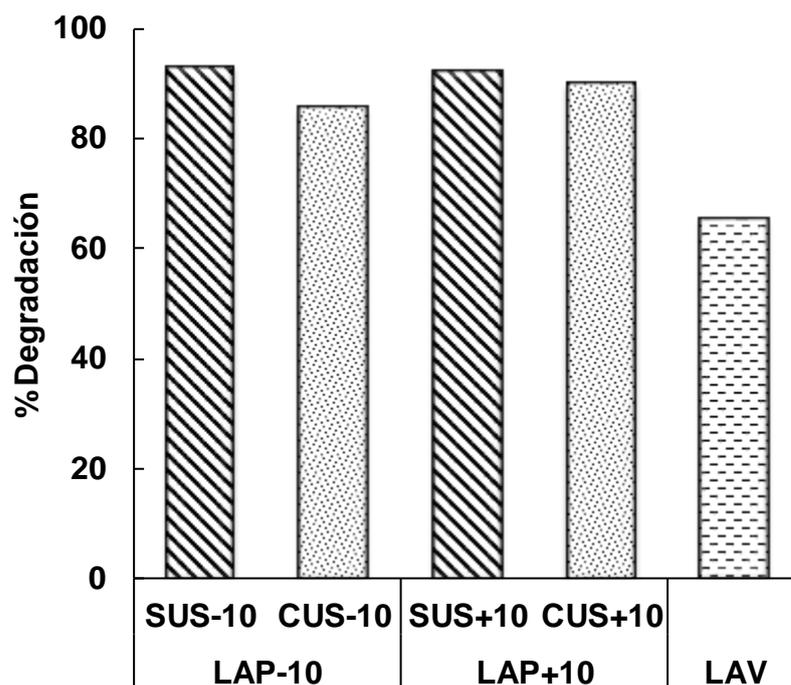


FIGURA 6. Porcentaje de degradación de compuestos fenólicos totales tras la liofilización a presión atmosférica de pimienta roja sin y con (20.8 kW/m³; 21.7 kHz) la aplicación de ultrasonidos a una temperatura constante de -10°C o con aumento de la temperatura a 10 °C en la última fase del secado. Se incluye como referencia el porcentaje de degradación de muestras liofilizadas a vacío.

3.3.2. CAPACIDAD ANTIOXIDANTE (CA)

La capacidad antioxidante (CA) media obtenida en pimienta roja fresca fue de 214 ± 4 $1,3 \mu\text{mol}$ de trolox/g ms. Ou et al. (2002) obtuvieron valores medios de $185 \mu\text{mol}$ de trolox/ g ms para pimienta roja en ensayos realizados también con el método FRAP.

Del mismo modo que en el caso del CFT, el tratamiento de liofilización utilizado influyó significativamente ($p < 0,05$) en la CA del pimienta. Así, las muestras LAV presentaron un porcentaje de degradación medio de $64,15 \pm 4,13\%$, mientras que las LAP supusieron valores medios de $86,59 \pm 1,93\%$.

En cuanto a la influencia de las condiciones aplicadas durante LAP, ni la aplicación de ultrasonidos, ni el aumento de la temperatura de secado en la última fase afectaron significativamente ($p < 0,05$) al porcentaje de degradación de la CA (Figura 7).

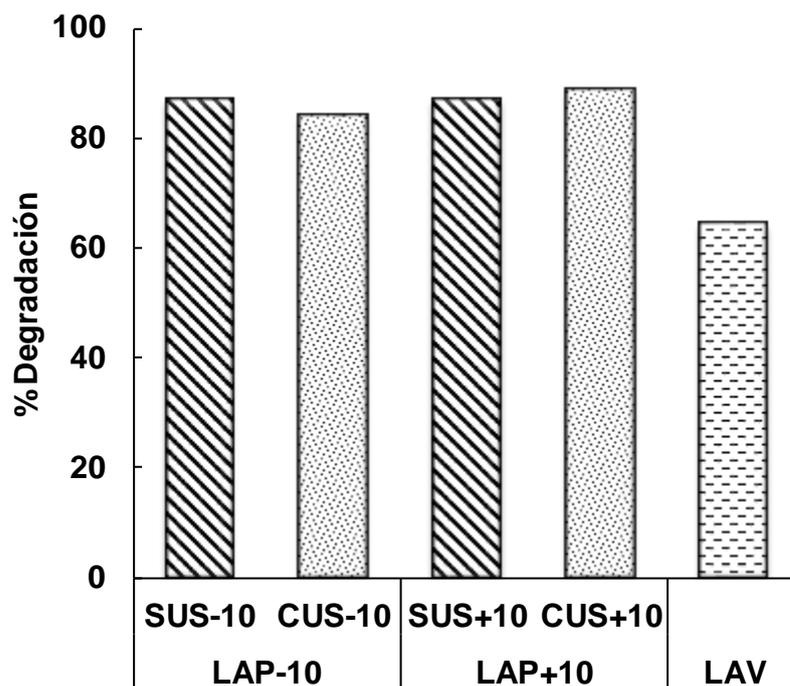


FIGURA 7. Porcentaje de degradación de la capacidad antioxidante tras la liofilización a presión atmosférica de pimiento rojo sin y con (20.8 kW/m³; 21.7 kHz) la aplicación de ultrasonidos a una temperatura constante de -10°C o con aumento de la temperatura a 10 °C en la última fase del secado. Se incluye como referencia el porcentaje de degradación de muestras liofilizadas a vacío.

3.3.3. CONTENIDO DE CAROTENOIDES TOTALES (CT)

El contenido de carotenoides totales (CT) medio en pimiento fresco fue de $1,24 \pm 0,22$ mg/g ms. Deepa et al. (2007) obtuvieron valores similares también en pimientos ($1,33$ mg/g ms).

En comparación con los parámetros anteriormente analizados, el contenido de CT fue el que menos se vio afectado por el proceso de secado (Figura 8). Así, en las muestras LAP SUS-10, el porcentaje de degradación fue de $46,30 \pm 3,92\%$. En el caso de las muestras LAP SUS+10, el porcentaje resultó inferior ($34,25 \pm 2,73\%$). Aunque los carotenoides presentan sensibilidad hacia el calor (Rawson et al., 2011), probablemente la reducción del tiempo de secado tuvo una mayor importancia evitando una exposición superior al oxígeno.

En cuanto a la aplicación de ultrasonidos durante el secado, se observaron diferencias significativas ($p < 0,05$) en la concentración de carotenoides en comparación con las muestras secadas sin ultrasonidos (Figura 8). Así el porcentaje de degradación de las muestras LAP CUS+10 fue $17,09 \pm 2,15\%$. Mientras que en las muestras LAP CUS-10, el porcentaje de degradación obtenido fue $4,03 \pm 1,02\%$. En este último caso se lograron valores similares a los obtenidos por LAV ($5,45 \pm 3,64\%$)

Nowacka y Wedzik (2016) encontraron un aumento en el contenido de carotenoides tras la aplicación de ultrasonidos del 12,5% tras la aplicación de ultrasonidos a una frecuencia de 21kHz. Esto podría explicar los bajos niveles

de degradación obtenidos en las muestras secadas con aplicación de ultrasonidos.

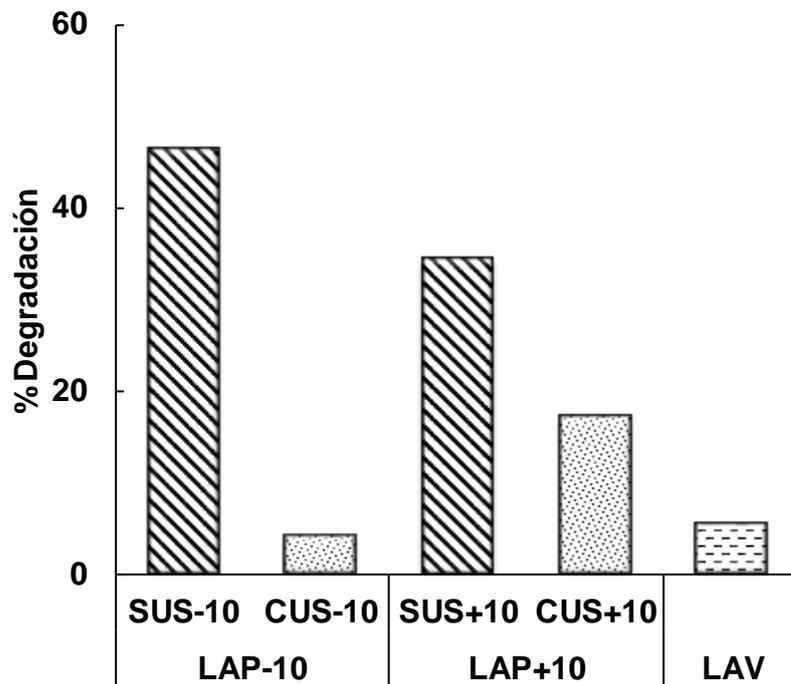


FIGURA 8. Porcentaje de degradación del contenido en carotenoides totales tras la liofilización a presión atmosférica de pimiento rojo sin y con (20.8 kW/m³; 21.7 kHz) la aplicación de ultrasonidos a una temperatura constante de -10°C o con aumento de la temperatura a 10 °C en la última fase del secado. Se incluye como referencia el porcentaje de degradación de muestras liofilizadas a vacío.

3.3.4. CONTENIDO DE ÁCIDO ASCÓRBICO (CAA)

El pimiento rojo fresco presentó un CAA de $0,64 \pm 0,07$ mg ácido ascórbico/g ms. Este valor se encuentra dentro del rango obtenido por otros autores. Así, Blanco-Ríos et al. (2013) publicaron un contenido de $0,58 \pm 0,03$ mg/g ms. y Ozgur et al. (2011) un valor de $0,87 \pm 0,03$ mg /g ms.

EL tratamiento de liofilización utilizado influyó significativamente en el CAA (Figura 9). En las experiencias realizadas a -10 °C, tanto LAP SUS-10 ($85,70 \pm 2,1\%$) como LAP CUS-10 ($86,55 \pm 1,42\%$) alcanzaron unos porcentajes de degradación similares lo que indica que, a esta temperatura de secado, la aplicación de ultrasonidos no afectó significativamente al contenido de ácido acórbico ($p < 0,05$).

En cambio, el aumento de temperatura sí que generó efectos significativos ($p < 0,05$) en el CAA. Así, el porcentaje de degradación se redujo del $85,70 \pm 2,1\%$ de las experiencias LAP SUS-10 al $72,68 \pm 2,79\%$ en las LAP SUS+10. El efecto de la temperatura de secado podría estar relacionado con la disminución del tiempo de secado que conllevaría a una reducción de los procesos oxidativos irreversibles que ocurren durante el secado (Sigge et al, 2001; Vega-Gálvez et al., 2008).

Por otra parte, e igual que en los secados realizados a baja temperatura constante, la aplicación de ultrasonidos no afectó significativamente al porcentaje de degradación (LAP CUS+10; $75,51 \pm 1,12\%$).

Como en el caso de los parámetros de calidad expuestos anteriormente, las muestras deshidratadas por liofilización a vacío presentaron una degradación de CAA significativamente ($p < 0,05$) inferior ($39,53 \pm 0,78\%$) a los niveles medios obtenidos en las muestras LAP ($79,80 \pm 6,80\%$). Esto podría deberse a la influencia de la oxidación producida por el aire de secado sobre el ácido ascórbico.

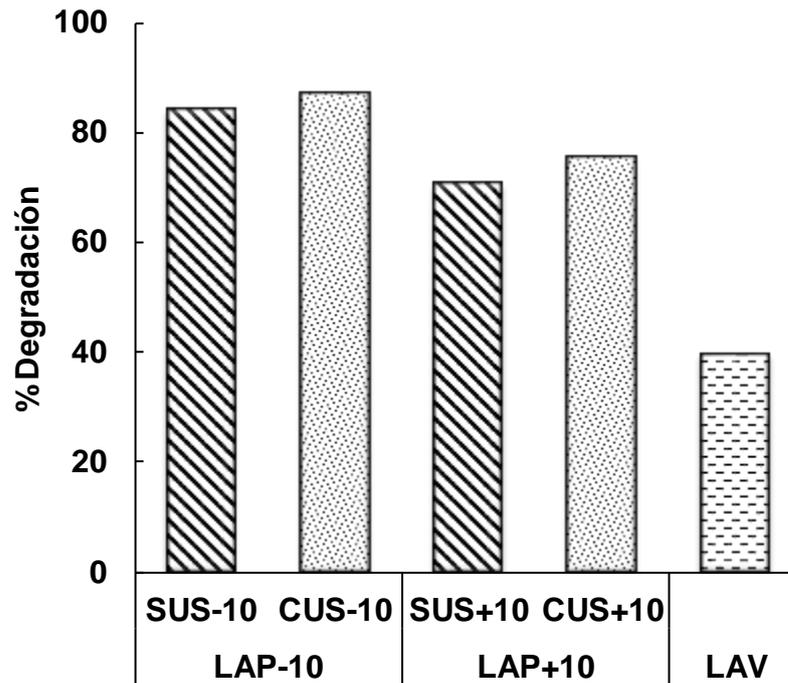


FIGURA 9. Porcentaje de degradación del contenido de ácido ascórbico tras la liofilización a presión atmosférica de pimiento rojo sin y con (20.8 kW/m^3 ; 21.7 kHz) la aplicación de ultrasonidos a una temperatura constante de -10°C o con aumento de la temperatura a 10°C en la última fase del secado. Se incluye como referencia el porcentaje de degradación de muestras liofilizadas a vacío.

4. CONCLUSIONES

La LAP de pimiento rojo resultó un proceso muy largo. Tanto el aumento de la temperatura en la última fase del secado como el pretratamiento del pimiento en disolución de NaOH aceleraron significativamente el proceso. Sin embargo, fue la aplicación de ultrasonidos, en todas las condiciones ensayadas, la técnica que consiguió mayores reducciones del tiempo de secado. De hecho, en todos los casos, los valores de difusividad efectiva fueron superiores cuando se utilizaron ultrasonidos de potencia.

El secado supuso una importante degradación de todos los parámetros de calidad estudiados. La aplicación de ultrasonidos durante LAP produjo una reducción de la degradación de CFT y CT, llegando en este último caso a proporcionar una degradación similar a la obtenida en muestras LAV. En cuanto a los valores obtenidos para CA y CAA, la aplicación de ultrasonidos no fue significativa.

REFERENCIAS

- Arévalo-Pinedo, A., & Murr, F. E. 2006. Kinetics of vacuum drying of pumpkin (*Cucurbita maxima*): Modeling with shrinkage. *Journal of Food Engineering*, 76(4), 562-567.
- Bantle, M., & Eikevik, T. M. 2011. Parametric study of high-intensity ultrasound in the atmospheric freeze drying of peas. *Drying Technology*, 29(10), 1230-1239.
- Blanco-Ríos, A. K., Medina-Juárez, L. Á., González-Aguilar, G. A., & Gámez-Meza, N. 2013. Antioxidant activity of the phenolic and oily fractions of different sweet bell peppers. *Journal of the Mexican Chemical Society*, 57(2), 137-143.
- 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.
- Claussen, I. C.; Ustad, T. S.; Strømmen, I.; Walde, P. M. 2007. Atmospheric freeze drying - A review. *Drying Technology*, 25(6):947-957.
- de Carvalho, L. M. J., Gomes, P. B., de Oliveira Godoy, R. L., Pacheco, S., do Monte, P. H. F., de Carvalho, J. L. V., & Ramos, S. R. R. 2012. Total carotenoid content, α -carotene and β -carotene, of landrace pumpkins (*Cucurbita moschata* Duch): A preliminary study. *Food Research International*, 47(2), 337-340.
- Deepa, N., Kaur, C., George, B., Singh, B., & Kapoor, H. C. 2007. Antioxidant constituents in some sweet pepper (*Capsicum annuum* L.) genotypes during maturity. *LWT-Food Science and Technology*, 40(1), 121-129.
- Di Scala, K., & Crapiste, G. 2008. Drying kinetics and quality changes during drying of red pepper. *LWT-Food Science and Technology*, 41(5), 789-795.)
- do Nascimento, E. M., Mulet, A., Ascheri, J. L. R., de Carvalho, C. W. P., & Cárcel, J. A. 2016. Effects of high-intensity ultrasound on drying kinetics and antioxidant properties of passion fruit peel. *Journal of Food Engineering*, 170, 108-118.
- Fernandes, F. A., Rodrigues, S., García-Pérez, J. V., & Cárcel, J. A. 2016. Effects of ultrasound-assisted air-drying on vitamins and carotenoids of cherry tomatoes. *Drying Technology*, 34(8), 986-996.
- Gallego-Juarez, J. A. 2010. High-power ultrasonic processing: recent developments and prospective advances. *Physics Procedia*, 3(1), 35-47.
- Gallego-Juárez, J. A., Riera, E., De la Fuente Blanco, S., Rodríguez-Corral, G., Acosta-Aparicio, V. M., & Blanco, A. 2007. Application of high-power ultrasound for dehydration of vegetables: processes and devices. *Drying Technology*, 25(11), 1893-1901.
- Gamboa-Santos, J., Montilla, A., Cárcel, J. A., Villamiel, M., & Garcia-Perez, J. V. (2014). Air-borne ultrasound application in the convective drying of strawberry. *Journal of Food Engineering*, 128, 132-139.
- Garcia-Perez, J. V., Carcel, J. A., Riera, E., Rosselló, C., & Mulet, A. 2012. Intensification of low-temperature drying by using ultrasound. *Drying Technology*, 30(11-12), 1199-1208.
- Gorinstein, S., Park, Y. S., Heo, B. G., Namiesnik, J., Leontowicz, H., Leontowicz, M., & Kang, S. G. 2009. A comparative study of phenolic compounds and antioxidant and antiproliferative activities in frequently consumed raw vegetables. *European Food Research and Technology*, 228(6), 903-911.
- Jagota, S. K., & Dani, H. M. 1982. A new colorimetric technique for the estimation of vitamin C using Folin phenol reagent. *Analytical biochemistry*, 127(1), 178-182.
- Kyi, T. M., Daud, W. R. W., Mohammad, A. B., Wahid Samsudin, M., Kadhum, A. A. H., & Talib, M. Z. M. 2005. The kinetics of polyphenol degradation during the drying of Malaysian cocoa beans. *International journal of food science & technology*, 40(3), 323-331.
- Mayor, L., & Sereno, A. M. 2004. Modelling shrinkage during convective drying of food materials: a review. *Journal of Food Engineering*, 61(3), 373-386.
- Nowacka, M., & Wedzik, M. 2016. Effect of ultrasound treatment on microstructure, colour and carotenoid content in fresh and dried carrot tissue. *Applied Acoustics*, 103, 163-171.
- Ou, B., Huang, D., Hampsch-Woodill, M., Flanagan, J. A., & Deemer, E. K. 2002. Analysis of antioxidant activities of common vegetables employing oxygen radical absorbance capacity (ORAC) and ferric reducing antioxidant power (FRAP) assays: a comparative study. *Journal of agricultural and food chemistry*, 50(11), 3122-3128.

- Ozgun, M., Ozcan, T., Akpınar-Bayizit, A., & Yilmaz-Ersan, L. 2011. Functional compounds and antioxidant properties of dried green and red peppers. *African Journal of Agricultural Research*, 6(25), 5638-5644.
- Pulido, R., Bravo, L., & Saura-Calixto, F. 2000. Antioxidant activity of dietary polyphenols as determined by a modified ferric reducing/antioxidant power assay. *Journal of agricultural and food chemistry*, 48(8), 3396-3402.
- Ratti, C. 2001. Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review. *Journal of food engineering*, 49(4), 311-319.
- Rawson, A., Tiwari, B. K., Tuohy, M. G., O'Donnell, C. P., & Brunton, N. 2011. Effect of ultrasound and blanching pretreatments on polyacetylene and carotenoid content of hot air and freeze dried carrot discs. *Ultrasonics Sonochemistry*, 18(5), 1172-1179.
- Rodríguez, Ó., Santacatalina, J. V., Simal, S., Garcia-Perez, J. V., Femenia, A., & Rosselló, C. 2014. Influence of power ultrasound application on drying kinetics of apple and its antioxidant and microstructural properties. *Journal of Food Engineering*, 129, 21-29.
- Rodríguez-Amaya, D. B. 2001. *A guide to carotenoid analysis in foods* (p. 65). Washington, DC: ILSI press.
- Rufián-Henares, J. Á., Guerra-Hernández, E., & García-Villanova, B. 2013. Effect of red sweet pepper dehydration conditions on Maillard reaction, ascorbic acid and antioxidant activity. *Journal of Food Engineering*, 118(1), 150-156.
- Santacatalina, J. V., Contreras, M., Simal, S., Cárcel, J. A., & Garcia-Perez, J. V. 2016a. Impact of applied ultrasonic power on the low temperature drying of apple. *Ultrasonics sonochemistry*, 28, 100-109.
- Santacatalina, J. V., Fissore, D., Cárcel, J. A., Mulet, A., & García-Pérez, J. V. 2015. Model-based investigation into atmospheric freeze drying assisted by power ultrasound. *Journal of Food Engineering*, 151, 7-15.
- Santacatalina, J. V., Guerrero, M. E., Garcia-Perez, J. V., Mulet, A., & Cárcel, J. A. 2016b. Ultrasonically assisted low-temperature drying of desalted codfish. *LWT-Food Science and Technology*, 65, 444-450.
- Santacatalina, J. V., Rodríguez, O., Simal, S., Cárcel, J. A., Mulet, A., & García-Pérez, J. V. 2014. Ultrasonically enhanced low-temperature drying of apple: Influence on drying kinetics and antioxidant potential. *Journal of Food Engineering*, 138, 35-44.
- Sigge, G. O., Hansmann, C. F., & Joubert, E. 2001. Effect of storage conditions, packaging material and metabisulphite treatment on the color of dehydrated green bell peppers (*Capsicum annuum* L.). *Journal of Food Quality*, 24(3), 205-218.
- Simonne, A. H., Simonne, E. H., Eitenmiller, R. R., Mills, H. A., & Green, N. R. 1997. Ascorbic acid and provitamin A contents in unusually colored bell peppers (*Capsicum annuum* L.). *Journal of Food Composition and Analysis*, 10(4), 299-311.
- Singleton, V. L., Orthofer, R., & Lamuela-Raventos, R. M. 1999. [14] Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent. *Methods in enzymology*, 299, 152-178.
- Vega-Gálvez, A. L. M. S., Lemus-Mondaca, R., Bilbao-Sáinz, C., Fito, P., & Andrés, A. 2008. Effect of air drying temperature on the quality of rehydrated dried red bell pepper (var. Lamuyo). *Journal of Food Engineering*, 85(1), 42-50.