



***UNIVERSIDAD NACIONAL DE LA PLATA***

***FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS***

***DEPARTAMENTO DE QUÍMICA***

---

***Trabajo de Tesis Doctoral:***

***Viabilidad del arazá (*Eugenia stipitata*) como fuente de compuestos  
beneficiosos para la salud, efecto de distintos métodos de procesamiento  
en su calidad nutricional***

---

***Tesista: Mg. Camilo Andrés Reyes***

***Director/a: Dra. María Cecilia Lanari***

***2020***

El presente trabajo de Tesis para optar por el título de Doctor de la Facultad de Ciencias Exactas de la Universidad Nacional de La Plata se realizó bajo la dirección de la Dra. María Cecilia Lanari en el Centro de Investigación y Desarrollo en Criotecnología de Alimentos (CIDCA-UNLP-CONICET).

## **Pensamiento**

"El éxito no es un accidente. Es trabajo duro, perseverancia, aprendizaje, estudio, sacrificio y lo más importante de todo, amor por lo que estás haciendo o aprendiendo a hacer"

## **Agradecimientos**

A la Dra. María Cecilia Lanari, por su dirección, participación y aportes relevantes durante el desarrollo de esta investigación.

Al Dr. Jonh Jairo Mendez y la Universidad del Tolima por su ayuda y colaboración en distintas etapas de este trabajo.

A los doctores Nelson Romano y Juliana Gamboa por su contribución en el enriquecimiento de esta tesis.

Al CONICET (Concejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas) por su apoyo económico y académico en la Beca Doctoral y la realización del mismo.

A la Universidad Nacional de la Plata (UNLP) por aportar en mi crecimiento académico y humano

Al CIDCA tanto por sus recursos tecnológicos como humanos: Investigadores, Becarios, Personal de Apoyo, Técnicos, Administrativos y servicios generales; por participar y colaborar en las actividades requeridas para desarrollar este proyecto investigativo.

A mis compañeros y amigos:

A Lu, Andre, Eli y Facu, por estar pendientes de mí, darme frases de aliento, una sonrisa y buenos momentos en el instituto.

A las vegetarianas: Maga, Nati y Lu por lo mates, la buena onda y la ayuda en momentos buenos y complicados.

A los gemelos Rocha con los que iniciamos este camino juntos compartiendo momentos y vivencias en la Argentina.

A Cris Grupierre, más que mi entrenador, mi familia durante estos años.

A Diana, mi amor, compañera de vida, mi inspiración, mi contención en este camino difícil pero lleno de satisfacciones.

A mis padres Carlos y Flor Edith, y mis hermanos Manuel y Ricardo, sin ustedes nada de esto sería posible, gracias por su apoyo, amor e impulso.

Los resultados fueron divulgados a través de publicaciones en revistas internacionales, capítulos de libros y actas de congresos

### **Trabajos publicados en revistas**

- **Reyes-Alvarez, C. A., Lanari, M. C.** Moisture sorption properties of freeze-dried arazá (*Eugenia stipitata* Mc Vaugh) powder: Effect on physicochemical and thermodynamic properties. JOURNAL OF BERRY RESEARCH. Amsterdam: IOS Press. ISSN online 1878-5123. In press.
- **Reyes-Alvarez, C. A., Lanari, M. C.** Storage stability of freeze-dried arazá (*Eugenia stipitata* Mc Vaugh) powders. Implications of carrier type and glass transition. LWT- FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY. Amsterdam: ELSEVIER SCIENCE BV, 2019 118, 108842.

### **Actas de congreso**

- **Reyes-Alvarez, C. A., Gamboa-Santos, J., Mendez, J. J., Lanari, M. C.** Efecto de las condiciones de procesamiento en la concentración de bioactivos y la actividad antioxidante de arazá (*Eugenia stipitata*) osmo-deshidratada. Argentina. Mendoza. 2018. Libro. Artículo Completo. Congreso. Congreso Latinoamericano de Ingeniería y Ciencias Aplicadas. Facultad de Ciencias Aplicadas a la Industria de la Universidad Nacional de Cuyo

- **Reyes-Alvarez, C. A., Gamboa-Santos, J., Mendez, J. J., Lanari, M. C.** Optimización de la deshidratación osmótica de pulpa de arazá (*Eugenia stipitata*) en base a sus características nutricionales y sensoriales. Argentina. Buenos Aires. 2017. Libro. Artículo Completo. Congreso. XVI Congreso Cytal - Congreso Argentino de Ciencia y Tecnología de Alimentos. Asociación Argentina de Tecnólogos Alimentarios - AATA
- **Reyes-Alvarez, C. A., Lanari, M. C.** Propiedades de sorción de humedad de polvos de arazá liofilizados encapsulados con maltodextrina o goma arábiga. Argentina. Buenos Aires. 2017. Libro. Artículo Completo. Congreso. XVI Congreso Cytal - Congreso Argentino de Ciencia y Tecnología de Alimentos. Asociación Argentina de Tecnólogos Alimentarios - AATA
- **Reyes-Alvarez, C. A., Lanari, M. C.** Capacidad antioxidante de pulpa de arazá (*Eugenia stipitata*) liofilizada o congelada. Argentina. Buenos Aires. 2015. Libro. Resumen. Congreso. XV Congreso Argentino de Ciencia y Tecnología de Alimentos-CYTAL 2015- AATA. Asociación Argentina de Tecnólogos Alimentarios - AATA

## Tabla de Contenido

<b>Capítulo 1. Introducción general.....</b>	<b>2</b>
<b>1.1. Clasificación taxonómica y características generales.....</b>	<b>2</b>
<b>1.1.1. Factores pos-cosecha que afectan la calidad del fruto .....</b>	<b>5</b>
<b>1.2. Actividad acuosa y su relación con los alimentos.....</b>	<b>5</b>
<b>1.2.1. Actividad de agua.....</b>	<b>6</b>
<b>1.2.2. Isotermas de sorción.....</b>	<b>8</b>
<b>1.2.2.1. Tipos de isotermas.....</b>	<b>9</b>
<b>1.2.3. Transiciones de fase .....</b>	<b>12</b>
<b>1.2.3.1. Temperatura de transición vítrea (<math>T_g</math>) .....</b>	<b>13</b>
<b>1.2.3.2. Diagrama de estado.....</b>	<b>14</b>
<b>1.3. Métodos de conservación en frutas.....</b>	<b>15</b>
<b>1.3.1. Liofilización .....</b>	<b>15</b>
<b>1.3.1.1. Adición de coadyuvantes.....</b>	<b>18</b>
<b>1.3.1.2. Bebidas en polvo.....</b>	<b>19</b>
<b>1.3.1.3. Propiedades de los productos en polvo.....</b>	<b>20</b>
<b>1.3.2. Deshidratación osmótica (DO).....</b>	<b>21</b>
<b>1.3.2.1. Factores que afectan el proceso de DO.....</b>	<b>22</b>
<b>1.3.2.1.1. Estructura y composición del fruto y tamaño de las piezas .....</b>	<b>23</b>
<b>1.3.2.1.2. Naturaleza y concentración del agente osmótico .....</b>	<b>24</b>
<b>1.3.2.1.3. Temperatura de tratamiento .....</b>	<b>24</b>

1.3.2.1.4. Tiempo .....	25
1.3.2.2. Mecanismos de transporte durante la DO .....	26
1.3.3. Secado con aire caliente, secado convectivo .....	28
1.3.3.1. Reacciones de pardeamiento en frutas .....	29
2. Objetivo General .....	31
Capítulo 2. Obtención de una bebida instantánea liofilizada de pulpa de arazá. Efecto del tiempo de almacenamiento, la temperatura, humedad y estado físico en las características fisicoquímicas del polvo .....	33
1. Introducción .....	33
2. Objetivos.....	34
3. Materiales y métodos.....	35
3.1. Elección de la fruta y preparación de la muestra.....	35
3.2. Congelación y liofilización .....	36
3.3. Ensayos físicos .....	37
3.3.1. Sólidos solubles totales (SST).....	37
3.3.2. Actividad acuosa ( $a_w$ ) .....	37
3.3.3. Humedad .....	38
3.3.4. Densidad volumétrica.....	38
3.3.5. Ángulo de reposo .....	38
3.3.6. Higroscopicidad.....	39
3.3.7. Grado de apelmazamiento .....	40
3.3.8. Solubilidad.....	41

3.3.9.	pH .....	41
3.3.10.	Medidas de color .....	41
3.4.	Caracterización química de las muestras .....	42
3.4.1.	Extracción de los antioxidantes .....	42
3.4.2.	Concentración de compuestos antioxidantes.....	44
3.4.2.1.	Polifenoles Totales (PT) .....	44
3.4.2.2.	Flavonoides Totales (FT).....	44
3.4.2.3.	Carotenoides Totales (CT).....	44
3.4.2.4.	Determinación de Ácido Ascórbico (AA) .....	45
3.4.3.	Actividad Antioxidante .....	46
3.4.3.1.	Método del DPPH• .....	46
3.4.3.2.	Poder reductor del hierro (FRAP).....	46
3.5.	Efecto de la humedad y del almacenamiento en los polvos.....	47
3.5.1.	Isotermas de sorción de agua.....	47
3.5.1.1.	Modelado matemático de las isotermas de sorción de agua y comparación estadística.....	48
3.5.2.	Propiedades termodinámicas.....	49
3.5.2.1.	Calor total de sorción, calor isostérico neto y entropía diferencial .....	49
3.5.2.2.	Teoría de la compensación. Relación entre la entalpía y la entropía. ...	50
3.5.3.	Determinación de la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ).....	51
3.5.4.	Determinación de la microestructura mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) .....	52

3.6.	Almacenamiento.....	53
3.6.1.	Composición de polifenoles.....	54
3.7.	Biodigestibilidad in-vitro .....	54
3.8.	Análisis estadístico .....	56
4.	Resultados y discusión.....	56
4.1.	Caracterización inicial de los liofilizados .....	57
4.2.	Isotermas de adsorción de humedad .....	62
4.3.	Propiedades termodinámicas.....	64
4.4.	Efectos de la temperatura, actividad acuosa y tipo de “carrier” en las propiedades fisicoquímicas de pulpa de arazá liofilizado .....	68
4.4.1.	Color .....	68
4.4.2.	Solubilidad.....	71
4.4.3.	Contenido de antioxidantes.....	73
4.4.4.	Actividad antioxidante .....	76
4.4.5.	Relaciones entre la temperatura de transición vítrea, la humedad de equilibrio y la actividad acuosa.....	79
4.5.	Estabilidad de almacenamiento .....	85
4.6.	Biodigestibilidad in-vitro .....	92
5.	Conclusiones.....	95
	<b>Capítulo 3. Factibilidad del uso de arazá liofilizado para obtener una bebida con bacterias lácticas y compuestos prebióticos .....</b>	<b>85</b>
1.	<b>Introducción .....</b>	<b>85</b>

<b>2.</b>	<b>Objetivos.....</b>	<b>88</b>
<b>3.</b>	<b>Materiales y métodos.....</b>	<b>89</b>
<b>3.1.</b>	<b>Preparación de las muestras liofilizadas de arazá sin y con probióticos</b>	<b>89</b>
<b>3.1.1.</b>	<b>Liofilización de las suspensiones bacterianas .....</b>	<b>90</b>
<b>3.2.</b>	<b>Análisis fisicoquímicos .....</b>	<b>90</b>
<b>3.2.1.</b>	<b>Caracterización fisicoquímica de la bebida instantánea en polvo .....</b>	<b>92</b>
<b>3.2.2.</b>	<b>Propiedades de sorción (Isotermas de sorción de agua y temperatura de transición vítrea) a 20°C .....</b>	<b>92</b>
<b>3.3.</b>	<b>Evaluación de la viabilidad bacteriana en polvos de arazá/inulina o arazá/inulina/maltodextrina .....</b>	<b>93</b>
<b>3.4.</b>	<b>Biodigestibilidad in-vitro .....</b>	<b>93</b>
<b>3.5.</b>	<b>Análisis estadístico .....</b>	<b>94</b>
<b>4.</b>	<b>Resultados y discusión.....</b>	<b>94</b>
<b>4.1.</b>	<b>Caracterización inicial de los polvos con pre y probióticos .....</b>	<b>94</b>
<b>4.2.</b>	<b>Isotermas de sorción de humedad .....</b>	<b>96</b>
<b>4.3.</b>	<b>Efectos de la humedad en los parámetros fisicoquímicos de AIN y AINMD .....</b>	<b>98</b>
<b>4.3.1.</b>	<b>Color .....</b>	<b>98</b>
<b>4.3.2.</b>	<b>Efecto de la humedad en la concentración y actividad antioxidante.....</b>	<b>99</b>
<b>4.4.</b>	<b>Efecto de la temperatura de transición vítrea/contenido de humedad de equilibrio/actividad acuosa en AIN y AINMD .....</b>	<b>103</b>

4.5.	Elaboración de una bebida funcional de arazá con inulina o inulina y maltodextrina, en polvo.....	109
4.6.	Efecto de digestión in-vitro en la concentración, actividad antioxidante y viabilidad del probiótico en los polvos AIN(P) y AINMD(P).....	111
5.	Conclusiones.....	115
<b>Capítulo 4. Preservación de arazá mediante deshidratación osmótica sola o como pretratamiento del secado convectivo, liofilización o congelación .....</b>		
1.	Introducción .....	120
1.2.	Uso de la deshidratación osmótica como tratamiento previo a la congelación, secado convectivo o liofilización .....	122
2.	Objetivos.....	125
3.	Materiales y métodos.....	126
3.1.	Deshidratación osmótica (DO).....	126
3.2.	Caracterización de las muestras .....	128
3.3.	Evaluación sensorial.....	128
3.4.	Determinación de las concentraciones de antioxidantes y su actividad .... .....	128
3.5.	Optimización de las variables de procesamiento de la deshidratación osmótica .....	128
3.6.	Efecto de la congelación, secado convectivo y liofilización en la calidad fisicoquímica y nutricional de arazá sin tratar y osmodeshidratado ..	130
3.6.1.	Congelación .....	132
3.6.1.1.	Exudado.....	132

3.6.2.	Secado convectivo y cinética de secado.....	133
3.6.2.1.	Capacidad de rehidratación.....	133
3.6.3.	Liofilización .....	134
3.6.4.	Propiedades mecánicas .....	134
3.6.5.	Efecto de la congelación, secado convectivo y liofilización en la composición de polifenoles por HPLC-DAD del arazá sin tratar y osmodeshidratado .....	135
3.6.6.	Influencia de la digestión gastrointestinal in-vitro en la concentración y actividad antioxidantes de arazá sin tratar, osmodeshidratado, dehidrocongelado, osmo-liofilizado o procesado con secado osmo-convectivo	136
3.7.	Análisis estadístico .....	136
4.	Resultados y discusión.....	136
4.1.	Eficiencia del proceso, humedad y solidos solubles totales .....	136
4.2.	Color .....	138
4.3.	Cambios fisicoquímicos y sensoriales durante el proceso DO .....	141
4.3.1.	Evaluación sensorial.....	141
4.3.2.	Efectos de la deshidratación osmótica en el contenido de bioactivos y la actividad antioxidante .....	144
4.4.	Ajuste de modelo de regresión .....	147
4.5.	Optimización del proceso por superficie de respuesta múltiple (SRM) ....	150

4.6.	Efecto del secado convectivo, liofilización y congelación en las propiedades fisicoquímicas de la pulpa de arazá con y sin osmodeshidratación previa .....	153
4.7.	Pérdida de líquidos por exudación en la fruta congelada y dehidrocongelada .....	158
4.8.	Cinética de deshidratación mediante secado por convección .....	159
4.8.1.	Capacidad de rehidratación y pérdida de sólidos por lixiviación .....	162
4.9.	Variación de las propiedades mecánicas del arazá liofilizado o secado con y sin pretratamiento de osmodeshidratación .....	163
4.10.	Efecto de los distintos procesamientos en la concentración de bioactivos y actividad antioxidante del arazá .....	166
4.10.1.	Efecto del procesamiento del arazá en la composición de polifenoles .	167
4.11.	Digestión simulada in-vitro y su efecto en el contenido de bioactivos y actividad antioxidante para cada uno de los procesos de conservación .... .....	170
5.	Conclusiones .....	174
	Conclusiones Generales .....	177
	Bibliografía.....	179

## Abreviaturas

<b>%E</b>	Porcentaje de error medio relativo
<b><math>\Delta S_d</math></b>	Entropía diferencial de sorción ( $\text{kJ mol}^{-1} \text{ }^\circ\text{K}^{-1}$ )
<b>AA</b>	Contenido de ácido ascórbico ( $\text{mg AA (100 g m.s (materia seca))}^{-1}$ )
<b>AGA</b>	Arazá/Goma arábica
<b>AH</b>	Angulo de matiz
<b>AIN</b>	Arazá/Inulina
<b>AINMD</b>	Arazá/Inulina/Maltodextrina
<b>AMD</b>	Arazá/Maltodextrina
<b>AOA</b>	Actividad antioxidante
<b>ARA</b>	Actividad antiradicalaria
<b><math>a_w</math></b>	Actividad acuosa
<b><math>Ca_w</math></b>	Actividad de agua critico
<b><math>C_{DO}</math></b>	Concentración de la solución osmótica ( $^\circ\text{Bx}$ )
<b>CR</b>	Capacidad de rehidratación
<b>CT</b>	Contenido de carotenoides totales (eq. $\text{mg } \beta\text{-caroteno}$ ) ( $\text{g m.s}$ ) $^{-1}$
<b><math>CW_c</math></b>	Contenido de humedad critico
<b>DO</b>	Deshidratación osmótica
<b>DO/Cong</b>	Fruta dehidro-congelada

<b>DO/Lio</b>	Fruta osmo-lioofilizada
<b>DO/Sec</b>	Fruta secada por osmo-convección
<b>F/Cong</b>	Fruta congelada
<b>F/Lio</b>	Fruta liofilizada
<b>F/Sec</b>	Fruta secada por convección
<b>FRAP</b>	Poder reductor del hierro ( $\mu\text{M Fe}^{+2}$ ) (g m.s) <sup>-1</sup>
<b>FT</b>	Flavonoides totales (mg CAT (eq. catequina) (g m.s) <sup>-1</sup> )
<b>GA</b>	Goma arábica
<b>GC</b>	Grado de apelmazamiento
<b>GS</b>	Ganancia de sólidos
<b>Ha</b>	Índice de Hausner
<b>Hig</b>	Higroscopicidad
<b>HR</b>	Humedad relativa
<b>IN</b>	Inulina
<b>IS</b>	Índice de saturación
<b>K<sub>GAB</sub></b> <b>/C<sub>GAB</sub></b>	Constantes del modelo de GAB
<b>L*a*b*</b>	CIEL*a*b* coordenadas de color
<b>m.s</b>	Materia seca

<b>MD10</b>	Maltodextrina DE10
<b>PA</b>	Perdida de agua
<b>PA/GS</b>	Eficiencia de proceso
<b>PAL</b>	Polvo de araza liofilizado
<b>PB</b>	Polvo con bacterias
<b>PT</b>	Contenido de polifenoles totales (mg EAG (eq. ácido gálico) (g m.s) <sup>-1</sup> )
<b>q<sub>0</sub></b>	Calor isostérico neto de la primera molécula de agua (kJ mol <sup>-1</sup> )
<b>Q<sub>st</sub></b>	Calor total isostérico de sorción (kJ mol <sup>-1</sup> )
<b>q<sub>stn</sub></b>	Calor isostérico neto de sorción (kJ mol <sup>-1</sup> )
<b>R</b>	Constante universal de los gases (0.008314 kJ mol <sup>-1</sup> °K <sup>-1</sup> )
<b>R<sup>2</sup></b>	R-cuadrático estadístico
<b>R<sup>2</sup>adj</b>	R-cuadrático estadístico ajustado
<b>SEM</b>	Microscopia electrónica de barrido
<b>Sol</b>	Solubilidad
<b>T</b>	Temperatura absoluta en grados Celsius (°C)
<b>t</b>	tiempo (min)
<b>T<sub>g</sub></b>	Temperatura de transición vítrea (°C).
<b>T<sub>gs</sub></b>	Temperatura de transición vítrea de los sólidos amorfos (°C)
<b>T<sub>gw</sub></b>	Temperatura de transición vítrea del agua amorfa: -135 °C

<b>TGZ</b>	Zona de transición vítrea
<b>T<sub>hm</sub></b>	Temperatura media armónica (°K)
<b>T<sub>k</sub></b>	Temperatura absoluta en grados Kelvin (°K).
<b>T<sub>β</sub></b>	Temperatura isocinética (°K)
<b>W<sub>c</sub></b>	Contenido de humedad en equilibrio (kg H <sub>2</sub> O (kg m.s) <sup>-1</sup> )
<b>W<sub>m</sub></b>	Contenido de humedad de la monocapa (kg H <sub>2</sub> O (kg m.s) <sup>-1</sup> )
<b>ΔE</b>	Diferencia de color total
<b>ΔG<sub>β</sub></b>	Energía libre de Gibbs (kJ mol <sup>-1</sup> ) at T <sub>β</sub>

# Capítulo 1

## Introducción general



## Capítulo 1. Introducción general

### 1.1. Clasificación taxonómica y características generales

La guayaba arazá (*Eugenia Stipitata*) es un frutal de origen peruano que fue descrito por Mc. Vaugh en el año 1956, a partir de colecciones del Perú, Brasil, Bolivia y Colombia, conocida comúnmente como araza-boi o guayaba arazá (Garcia, 1995).

**Subreino** Embryophyta

**División** Tracheophyta

**Subdivisión** Spermopsida

**Clase** Angiospermae

**Subclase** Dicotyledoneae

**Orden** Myrtaceae

**Familia** Myrtaceae

**Género** Eugenia

**Especie** *Eugenia stipitata* Mc. Vaugh



**Figura 1.1.** *Eugenia stipitata*

Se caracteriza por ser un arbusto de fuste medio, con mayor número de estambres, hojas y flores grandes, a su vez que frutos de mayor tamaño frente a otras especies del genero *Eugenia* (Hernández-Gómez y col., 2007; **Figura 1.1**).

Entre sus características sensoriales exóticas (suavidad, jugosidad, aroma agradable y persistente) se destaca su sabor ácido fuerte, razón por la cual es una fruta poco comestible, y es consumida como producto elaborado o semi-elaborado (transformación en jugos o batidos; Hernández-Gómez y col., 2007). Su alto contenido de nutrientes tales como vitamina A, B1, B2, C (**Tabla 1.1**) así como su concentración de compuestos bioactivos (Cuellar y col., 2013), hacen de este fruto un elemento promisorio

en el desarrollo de las agroindustrias regionales en los países donde se cultiva (García, 1995).

**Tabla 1.1.** Caracterización físico-química del fruto de arazá variedad Peruana y Brasileira (Hernández-Gómez y col., 2007)

Componente	Unidad	Brasileño	Peruano
Diámetro longitudinal	cm	6.99	7.90
Diámetro transversal	cm	8.1	7.32
Peso fresco	g	227.33	189.84
Corteza	% en peso	5.98	4.17
Pulpa	% en peso	71.97	78.31
Semilla	% en peso	22.04	17.52

		Pulpa	Corteza	Pulpa	Corteza
Acidez total	% A. cítrico anhidro	2.19	2.21	2.66	1.95
pH		2.88	3.15	2.79	3.17
Sólidos solubles	°Brix	3.4	4.4	4.1	5.1
Azúcares reductores	%	0.29	0.57	0.29	0.57
Azúcares totales	%	0.32	0.54	0.34	0.42
Materia Seca	%	9.68	14.59	7.89	15.79
Cenizas	% bs	2.03	2.14	2.81	3.49
Proteínas	% bs	12.67	12.14	11.05	11.82
Extracto etéreo	% bs	12.32	8.34	12.32	7.48
Fibra cruda	% bs	11.29	8.3	9.74	8.24

La pulpa de arazá tiene un contenido de humedad (cercana al 90 %) y una tasa respiratoria alta, lo que hace al fruto muy perecedero. Fernández-Trujillo y col. (2011) informaron que el arazá muestra un patrón climatérico durante su maduración rápida, acompañado de un pico de producción de etileno. Los autores reportaron que antes del inicio del climaterio (maduración), las tasas de respiración son de alrededor de 50 mg\*kg<sup>-1</sup>\*h<sup>-1</sup> de CO<sub>2</sub>, mientras que el aumento de la respiración durante el período

climaterico alcanza un pico de alrededor de  $200 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  de  $\text{CO}_2$ , coincidiendo la producción de etileno con el pico climaterico de  $\text{CO}_2$  durante la maduración del arazá. Los cambios de maduración incluyen variaciones pronunciadas en el color de la piel (de verde a amarillo) y el desarrollo de un aroma agradable; un aumento en la actividad de poligalacturonasa, pectina soluble y pectina insoluble; una disminución en la concentración de ácidos orgánicos (incluido el ácido ascórbico), acompañada de una disminución en la acidez titulable y fenólicos totales, libres y unidos (Filgueiras y col., 2000). Por ejemplo, el ácido ascórbico puede disminuir en un 25% durante una o dos semanas de almacenamiento a temperaturas de  $12^\circ\text{C}$  y particularmente después de la transferencia a condiciones ambientales de comercialización (Filgueiras y col., 2000; Vargas y col., 2005).

En cuanto al contenido de biomoléculas constituyentes como las proteínas, es moderadamente alto asociado a su alta tasa metabólica, con una sobresaliente actividad enzimática (peroxidasa, catalasa, superóxido dismutasa, polifenol oxidasa; Hernández-Gómez y col., 2007).

Garzón y col. (2012) informaron que la fruta madura de arazá contenía carotenoides como luteína, zeaxantina,  $\beta$ -criptoxantina,  $\alpha$ -caroteno y  $\beta$ -caroteno, así como altos contenidos de vitamina C y de compuestos fenólicos. Los autores informaron que el contenido de polifenoles y la actividad antioxidante de la fruta medida por los ensayos FRAP y DPPH fueron 2 veces mayores en la cáscara que en la pulpa.

En la actualidad el arazá se comercializa principalmente a nivel artesanal como néctar, mermeladas, confites, helados, jaleas, licores, vinos, torta, cremas y compotas (Hernández-Gómez y col., 2007).

### 1.1.1. Factores pos-cosecha que afectan la calidad del fruto

La conservación a bajas temperaturas por periodos definidos de tiempo es una práctica común y más aún en frutos climatéricos, a nivel químico se procura evitar la degradación de ácidos y clorofila, lo que implica cambios en la cascara del fruto, además de desórdenes que acortan su vida útil (Zoffoli y Pablo, 2002). El gran problema que se presenta en la conservación de frutos tropicales a bajas temperaturas como en el arazá, guayaba, mango o papaya, entre otros es su sensibilidad al daño por frío (Campbell, 1994; Wang, 1982, 1994).



**Figura 1.2.** Alteraciones en la cascara del fruto de arazá por efecto de la temperatura (Hernández-Gómez y col., 2007)

Ensayos realizados por el Instituto Amazónico de Investigaciones Científicas SINCHI mostraron variaciones en el almacenamiento arazá a 7, 12 y 20°C, en donde se informaron modificaciones en la firmeza (40 a 10 N), el pH de la pulpa, en moléculas de interés biológico como la vitamina C, contenido de azúcares (sacarosa, glucosa y fructosa), a su vez que daños asociados a antracnosis (**Figura 1.2**) y otros defectos que influyen en el proceso de maduración (Hernández y Galvis, 1993).

## 1.2. Actividad acuosa y su relación con los alimentos

El agua es el componente principal de los alimentos, en especial de las frutas (contenido de humedad > 90%), haciéndolas muy perecederas y susceptible al ambiente

en condiciones de poscosecha, afectando su estado físico, propiedades sensoriales, texturales, microbiológicas y fisicoquímicas (Pilosof y col., 1982).

El contenido de agua de un alimento se refiere a toda el agua presente en él, entre las que se encuentra el agua libre: (fracción de agua congelable), tiene movilidad molecular y está disponible para participar en las reacciones de deterioro de los alimentos; y el agua ligada: que corresponde a la porción de agua no congelable a  $-40^{\circ}\text{C}$  y está fuertemente unida al alimento por puentes de hidrogeno. Debido a las diferencias existentes en las interacciones entre el agua y los componentes no acuosos, se ha observado que alimentos con el mismo contenido de agua presentan estabilidades diferentes (Fennema, 2000).

### 1.2.1. Actividad de agua

La actividad del agua ( $a_w$ ) es el parámetro más importante en cuanto a la predicción de calidad y estabilidad de un producto (Tonon y col., 2009). Se define como la relación entre presión de vapor de agua del alimento ( $P_{\text{alimento}}$ ) y la presión de vapor del agua pura ( $P_{\text{H}_2\text{O}}$ ) a la misma temperatura (**Ec. 1.1**).

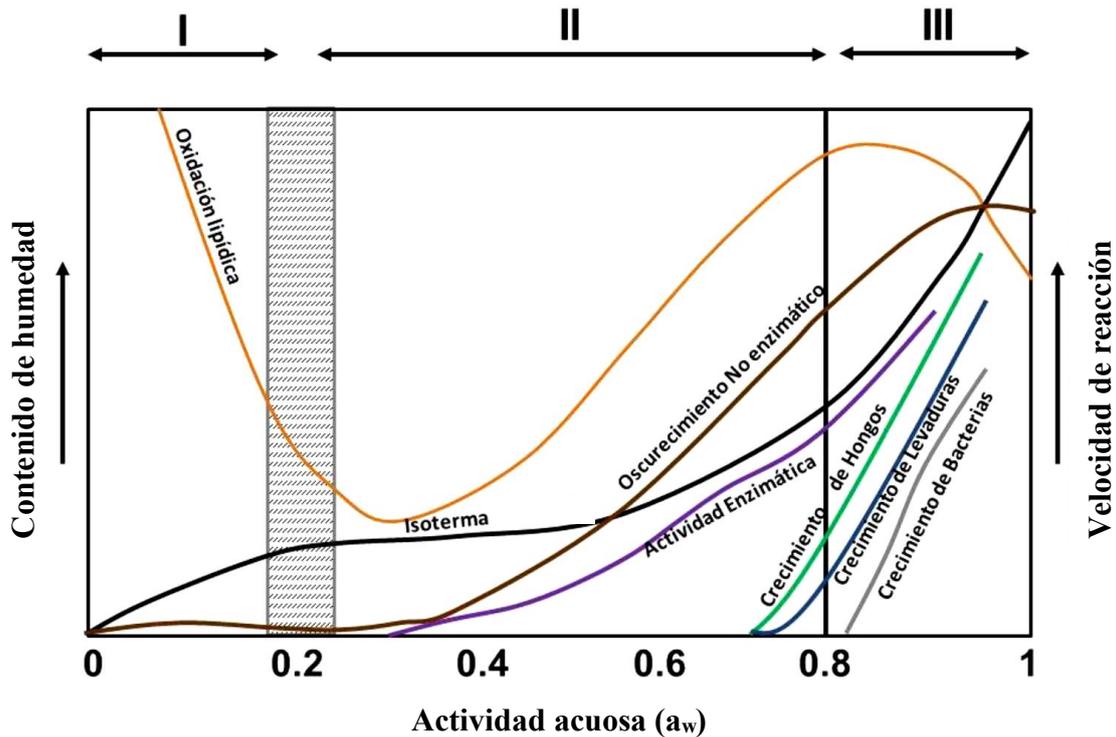
$$a_w = \frac{P_{\text{Alimento}}}{P_{\text{H}_2\text{O}}} \quad (\text{Ec. 1.1})$$

Esta igualdad se presenta en condiciones ideales y de equilibrio termodinámico. Para alcanzar el equilibrio, hay una transferencia de masa de agua entre el alimento y el entorno, llegando a valores iguales de  $a_w$  a temperatura y presión constante (Roos, 1993).

La **Figura 1.3** muestra la variación de la estabilidad de los alimentos con la actividad de agua ( $a_w$ ; Labuza y Altunakar, 2007). El  $a_w$  mínimo para el inicio crecimiento de microorganismos (bacterias, hongos, mohos, levaduras) está entre 0.65 y 0.8, por encima de este valor se incrementa la proliferación de estos (Labuza y Altunakar, 2007). Las velocidades de reacción mínimas durante la desorción se encuentran en el límite de

las Zonas I y II de la isoterma ( $a_w$  0.20-0.30), siendo esta la zona de mayor estabilidad de los alimentos; todas las reacciones, excepto las oxidativas, se mantienen en dicho mínimo si los valores de  $a_w$  disminuyen (Labuza y Altunakar, 2007). Durante la desorción, el contenido de agua en que la velocidad es mínima, es el contenido de agua de la «monocapa BET» (Fennema, 2000).

- a) **Zona de monocapa (I):** Donde se presenta la máxima velocidad de oxidación de lípidos ( $a_w = 0 - 0.2$ ). El agua presente en esta zona es la más fuertemente sorbida y la de menor movilidad (agua ligada). Se comporta como parte integrante del sólido. Corresponde aproximadamente a la cantidad de agua necesaria para formar una monocapa sobre los grupos altamente polares y accesibles de la materia seca (Fennema, 2000).
- b) **Zona multicapa (II):** Se presentan interacciones agua-agua y agua-sólido. El agua añadida ocupa sitios de la primera capa que aún permanecen libres. El agua añadida en el límite de I y II ejerce una significativa acción plastificante, asociada con el comienzo del proceso de solubilización y el aumento en la velocidad de la mayoría de las reacciones de deterioro (Fennema 2000).
- c) **Zona (III):** Aparición del agua libre  $a_w \geq 0.8$ , tiene capacidad solvente y es fácilmente utilizable por los microorganismos para su actividad biológica, crecimiento y multiplicación (Fennema, 2000).



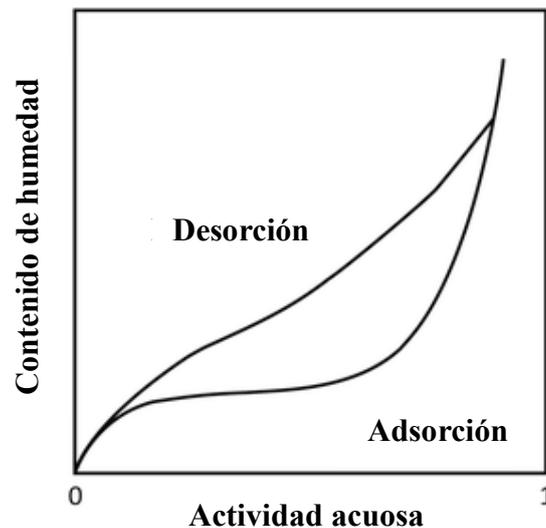
**Figura 1.3.** Mapa de estabilidad de los alimentos en función de  $a_w$ . (I; II; III) Zonas de la Isoterma de sorción. (Adaptado de Labuza y Altunakar, 2007).

### 1.2.2. Isotermas de sorción

La isoterma de sorción de agua (**Figura 1.4**) es una herramienta termodinámica importante para predecir las interacciones entre el agua y los componentes de un alimento, representan la relación entre el contenido de humedad en equilibrio ( $W_e$ ) y la actividad del agua ( $a_w$ ) en el producto, en un intervalo dado de humedades, proporcionando información útil para operaciones como el secado, envasado y almacenamiento de alimentos (Lomauro, y col., 1985a). Pueden ser de dos tipos (**Figura 1.4**):

- **Isotermas de adsorción:** Se obtienen exponiendo un material seco a varias atmósferas de creciente humedad relativa y midiendo la ganancia de peso debido a la adsorción de agua (Labuza y Altunakar, 2007).

- **Isotermas de desorción:** Se parte de un material húmedo expuesto a las mismas humedades relativas y se registra la pérdida de peso (Al-Muhtaseb y col., 2002).



**Figura 1.4.** Curva de adsorción y desorción (Caballero-Cerón y col., 2015)

Estos procesos no son completamente reversibles y pueden tomar caminos diferentes, es decir, para un contenido de humedad determinado el valor de actividad acuosa es menor para la desorción que para la adsorción, este fenómeno recibe el nombre de histéresis (Fennema, 2000).

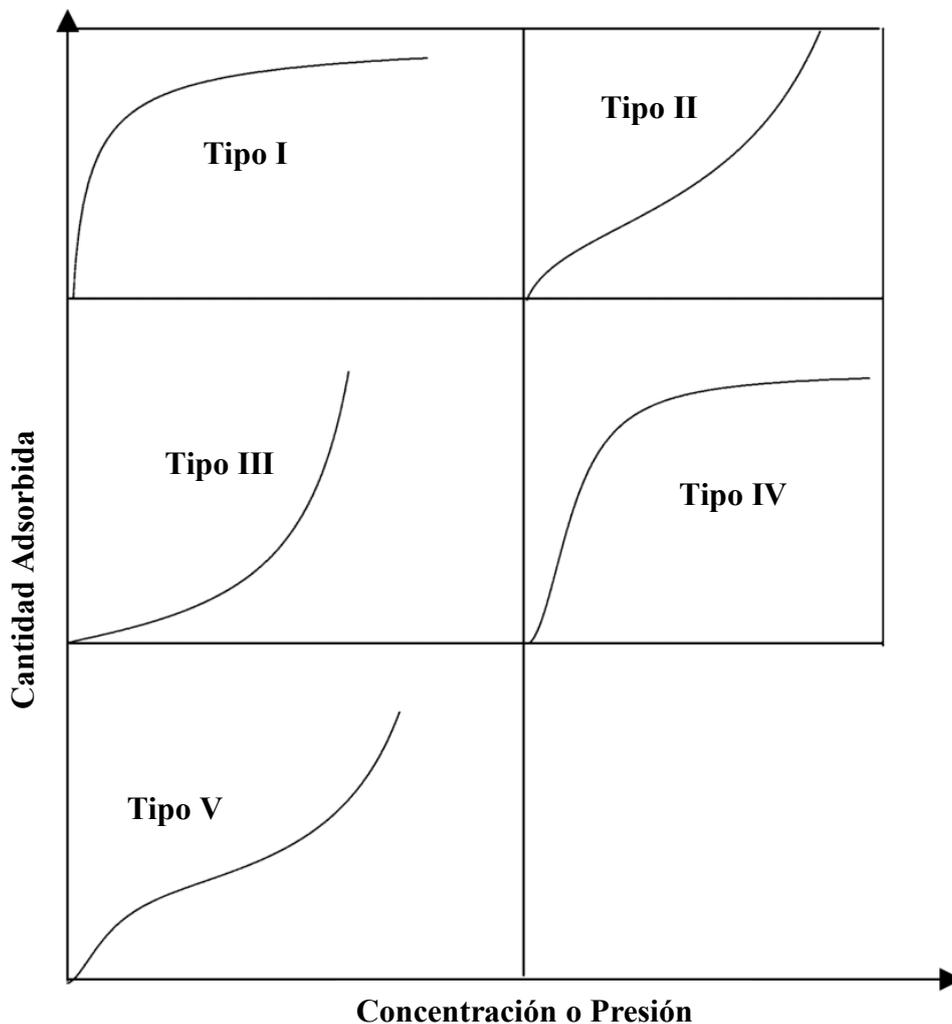
Cuando se establece el equilibrio termodinámico entre el alimento y su entorno, el  $a_w$  es igual a la humedad relativa del aire que rodea al producto a una temperatura determinada. Si el alimento no se encuentra en equilibrio termodinámico con su entorno, ganará o perderá agua hasta alcanzarlo (Labuza y Altunakar, 2007).

#### 1.2.2.1. Tipos de isotermas

De acuerdo con Brunauer y col. (1940) se han descrito cinco tipos de isotermas de sorción representadas en la **Figura 1.5**.

El tipo I es la isoterma de Langmuir y el tipo II es la isoterma de forma sigmoideal, no hay nombres específicos para los otros 3 tipos (**Figura 1.5**). Las isotermas de la

mayoría de los alimentos presentan una forma sigmoïdal y se clasifican como isothermas de tipo II. La mayor parte del agua en los alimentos frescos ejerce una presión de vapor cercana a la del agua pura; este nivel de presión de vapor se mantiene hasta que el contenido de humedad disminuye cerca del 22%, donde ya no es suficiente para mantener la presión de vapor aproximada a la del agua y se observa una caída de presión como si estuviera en solución (Al-Muhtaseb y col., 2002).



**Figura 1.5.** Tipo de curvas de isothermas de sorción (Al-Muhtaseb y col., 2002)

La obtención de datos experimentales para construir la isoterma de sorción se basa en técnicas manométricas o gravimétricas (Spiess y Wolf, 1983). El método estático gravimétrico consiste en el equilibrio de una cantidad de muestra a distintas humedades relativas conocidas y temperatura controlada. La situación de equilibrio se determina

cuando las muestras alcanzan peso constante, momento en donde su  $a_w$  es igual a la humedad relativa del entorno dividida por cien (HR/100), y su humedad puede medirse experimentalmente o calcularse a partir de la humedad inicial y el cambio de peso sufrido por la muestra en el momento del equilibrio. La zona de alta  $a_w$  resulta difícil de medir, ya que el equilibrio en el alimento durante largos periodos de tiempo produce en algunos casos distintas alteraciones (enmohecimiento, oxidación, etc.) (Labuza y Altunakar, 2007).

La predicción del comportamiento de un alimento frente a la adsorción o desorción de agua presenta dificultades a causa de la complejidad estructural, por lo que se han descrito ecuaciones empíricas y semiempíricas que permitan la modelización de los datos. Uno de los modelos más usados es el propuesto por Guggenheim-Anderson-de Boer (**GAB; Ec. 1.2**), adecuado para productos con alto contenido en azúcares como las frutas (Fabra y col., 2011).

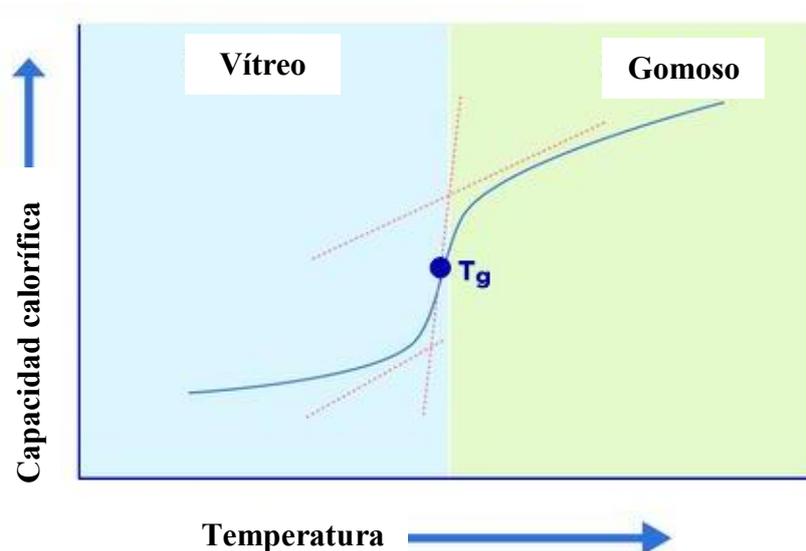
$$W_c = \frac{W_m K C a_w}{(1 - K a_w)(1 - K a_w + C K a_w)} \quad (\text{Ec. 1.2})$$

Este modelo con el uso de tres parámetros permite el ajuste de datos experimentales de humedad de la muestra expresada en base seca (b.s) en todo el intervalo de  $a_w$ . En esta ecuación,  $W_m$  es la humedad de la capa monomolecular o de monocapa,  $C$  es la constante de GAB (característica del producto) relacionada con el calor de adsorción de la monocapa, y  $K$  es un factor de corrección relacionado con el calor de sorción de la multicapa o capas de moléculas de agua adsorbidas sobre la monocapa (Fabra y col., 2011).

Además de su aplicación teórica, las isotermas son una herramienta útil en la industria alimentaria para la optimización de procesos de secado, mezclado, envasado y almacenamiento (Labuza y Altunakar, 2007).

### 1.2.3. Transiciones de fase

Los cambios ocurridos en un material entre los estados sólido, líquido o gaseoso, se clasifican como transiciones de fase de primer orden, asociadas con el calor latente de transición. De la misma forma existe otro tipo de transiciones denominadas de segundo orden, basadas en el cambio de capacidad calorífica del material sin la necesidad del calor latente que impulse a una transición (Kouassi y Roos, 2001; **Figura 1.6**). Este tipo de transición es la que se presenta en los alimentos que se encuentran en estado amorfo cuando pasan de vítreo a gomoso o viceversa (transición vítrea (Mosquera, 2010)).



**Figura 1.6.** Curva de temperatura de transición vítrea (Adaptada de Roos, 2010)

Los materiales amorfos son aquellos que se encuentran en una situación de no equilibrio termodinámico, en el caso de los alimentos, si la velocidad a la que se realizan determinados procesos como la congelación o evaporación es superior a la que se requiere para la formación de los cristales de hielo o solutos, el material pasará a un estado amorfo, vítreo o gomoso dependiendo de la temperatura final. En ambos casos, la tendencia natural del sistema será hacia la cristalización del agua o bien de los solutos, lo cual ocurre con mayor velocidad desde el estado gomoso (Mosquera, 2010).

### 1.2.3.1. Temperatura de transición vítrea ( $T_g$ )

La temperatura a la que ocurre el fenómeno anteriormente descrito se denomina temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), y es dependiente de la humedad, a su vez que del peso molecular de los solutos presentes en el material amorfo (Roos, 1993).

La transición vítrea es una transición de segundo orden siendo un proceso reversible, en el cual un sólido en estado vítreo de alta viscosidad se calienta por encima de un rango de temperatura donde se comporta como un líquido sub-enfriado (estado gomoso) de menor viscosidad (Roos, 2010).

Pequeños aumentos por encima de la  $T_g$  resultarán en cambios apreciables en las características fisicoquímicas y sensoriales como la textura y el color del producto (Roos, 2010; Tonon y col., 2009). Los plastificantes son moléculas relativamente pequeñas (no volátiles) que disuelven las sustancias. El agua ejerce un efecto plastificante en los alimentos, se ha observado que la  $T_g$  disminuye con el aumento del contenido de agua (Tonon y col., 2009).

Experimentalmente para la determinación de la  $T_g$  se utiliza el análisis térmico simple (TA), el análisis térmico diferencial (DTA) y la calorimetría diferencial de barrido (DSC), siendo esta última una de las más usadas en la actualidad. Este método mide el flujo de calor suministrado a una muestra en un proceso de enfriamiento o calentamiento a una velocidad controlada en relación al de una muestra de referencia de comportamiento térmico conocido, por lo que pueden registrarse cambios endotérmicos o exotérmicos ocurridos a un intervalo o temperatura dada (Mosquera, 2010).

La  $T_g$  de la fase acuosa amorfa de los alimentos varía entre  $-135\text{ }^\circ\text{C}$  ( $T_g$  del agua pura) y temperaturas próximas a los  $250\text{ }^\circ\text{C}$  ( $T_g$  del almidón amorfo, (Roos, 1993). La predicción de esta disminución es útil para evaluar el efecto de la humectación, que puede

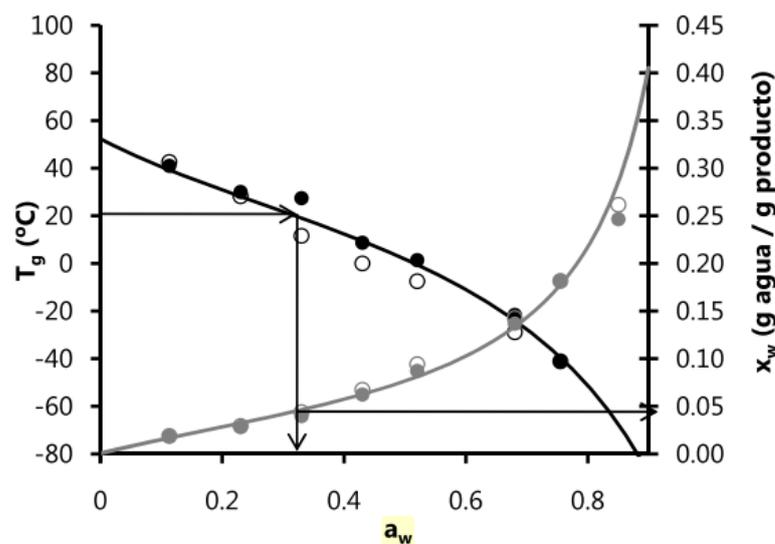
afectar la vida media y calidad del producto. En este sentido, se ha comprobado que la ecuación de Gordon y Taylor (Ec. 1.3) es adecuada para el ajuste de los datos experimentales  $T_g$ /humedad de diferentes alimentos (Moraga y col., 2004; Sablani y col., 2007).

$$T_g = \frac{X_s T_{gs} + k X_w T_{gw}}{X_s + k X_w} \quad (\text{Ec. 1.3})$$

$X_s$  y  $X_w$  corresponden a la fracción en peso de sólidos y agua de la muestra, respectivamente, y  $T_{gs}$  y  $T_{gw}$  a las temperaturas de transición vítrea de los sólidos anhidros y del agua (Tonon y col., 2009).

### 1.2.3.2. Diagrama de estado

El diagrama de estado representa la relación entre el contenido de agua del alimento, la temperatura de transición vítrea y la actividad acuosa; se obtiene representando en forma conjunta los resultados predichos por modelos matemáticos de la relación  $T_g$ /humedad y  $a_w$ /humedad (Figura 1.7).



**Figura 1 7.** Diagrama de estado a 20°C. Representación conjunta de Gordon & Taylor y el modelo de GAB (Adaptado de Roos, 2010)

Usando este diagrama para una temperatura de almacenamiento determinada se puede conocer los valores de actividad acuosa crítica ( $Ca_w$ ) y contenido de humedad crítico ( $CW_c$ ) que delimitan el proceso de transición del estado vítreo al gomoso y por ende la humedad relativa ambiente del producto a dicha temperatura (Tonon y col., 2009). Los diagramas de estado son de utilidad para la selección de los parámetros del proceso y la evaluación de las condiciones de almacenamiento de polvos alimenticios (Rahman, 2006).

### **1.3. Métodos de conservación en frutas**

El objetivo fundamental de estos métodos es proporcionar seguridad, mantener la calidad, prolongar la vida útil y prevenir las reacciones de deterioro en el alimento. Los principales métodos de conservación en alimentos procesados son: por calor, química, con atmósferas modificadas, por frío, por irradiación y por reducción del  $a_w$ .

La deshidratación juega un papel importante en la actividad industrial de transformación y conservación de alimentos. Permiten la reducción de la actividad de agua ( $a_w$ ), propiciando un medio con menor crecimiento de microorganismos patógenos o alteradores de calidad (Mosquera, 2010). Muchas de las frutas tienen una  $a_w$  de 0.98 o superior y en consecuencia son muy sensibles a la reducción de la  $a_w$  como medio de control de los microorganismos y de la actividad enzimática.

#### **1.3.1. Liofilización**

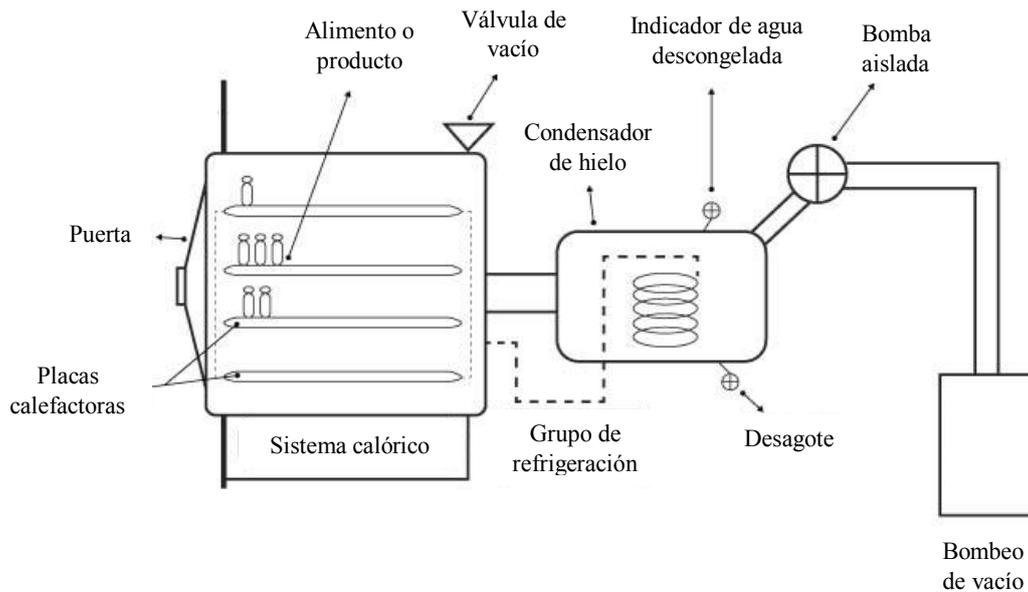
La liofilización es un método de secado que permite la producción de estructuras de carbohidratos completamente amorfas; involucra la congelación del agua presente en el material, seguido de la deshidratación por sublimación del hielo (Roos, 2010); minimizando las reacciones de deterioro como consecuencia de la reducción de la

actividad acuosa, permitiendo obtener productos de excelente calidad, mejor que los obtenidos por otros tipos de secado (Mosquera, 2010).

Las bajas temperaturas de proceso (menores a la temperatura ambiente) permiten obtener productos termolábiles (propensos a cambios de estructura, textura y pérdida de aromas debido a altas temperaturas) con un daño mínimo, alargando considerablemente la vida útil de productos termosensibles (Barbosa-Cánovas y col., 2005).

Los alimentos liofilizados son secos, luminosos, porosos, con gran capacidad de rehidratación. Así mismo, una vez envasados pueden ser almacenados durante periodos prolongados de tiempo conservando la mayoría de las características físicas, químicas, biológicas y organolépticas del producto en estado original (Barbosa-Cánovas y col., 2005).

La **Figura 1.8** muestra el esquema de un liofilizador. Su principal ventaja es que con la sublimación del hielo en el producto, se minimiza la compresión de la matriz sólida promoviendo una rápida y completa rehidratación (Bruin y Luyben, 1980). Por esta razón se encuentra ampliamente extendida en la elaboración de alimentos instantáneos. Los productos obtenidos a partir de alimentos liofilizados tienen una mayor calidad en cuanto a su textura y aroma por las condiciones de presión y temperatura involucradas en el proceso (Mosquera y col., 2010).



**Figura 1.8.** Esquema de un liofilizador convencional (Barbosa-Cánovas y col., 2005)

Las etapas del proceso de liofilización son (Barbosa-Cánovas y col., 2005):

- a) **Congelación:** Los materiales son congelados por debajo de la temperatura de solidificación, formando cristales de hielo.
- b) **Secado primario:** Se consume gran cantidad de calor latente de sublimación durante el cambio de estado; las moléculas subliman y pasan a la fase vapor, disminuyendo la temperatura del producto congelado. Durante esta etapa el secado es rápido, se elimina el agua libre congelada que constituye la mayoría del agua presente en el alimento fresco. La sublimación del hielo genera una capa porosa.
- c) **Secado secundario:** El agua parcialmente ligada al material es removida por desorción. El producto debe mantenerse a temperaturas por debajo de los 30°C para evitar el colapso, proteger los compuestos bioactivos y mantener sus características organolépticas.

La liofilización del alimento se termina cuando toda el agua libre y ligada ha sido removida, obteniendo productos con 1-3% de humedad.

La estructura sólida vítrea se mantiene durante el proceso de deshidratación con el fin de evitar el flujo viscoso y el colapso. El sólido deshidratado forma membranas alrededor de los espacios vacíos dejados por los cristales de hielo que retienen los componentes atrapados (Barbosa-Cánovas y col., 2005).

#### **1.3.1.1. Adición de coadyuvantes**

La encapsulación consiste en formar alrededor de una partícula sólida, líquida o gaseosa de interés una capa continua que la contenga. Este proceso es utilizado especialmente en la producción de productos particulados (elaboración de bebidas instantáneas, cristales de gel o sopas, entre otros). Los coadyuvantes o “carriers” son sustancias, que no se consumen como ingrediente alimenticio por sí mismo y que se emplea intencionadamente en la elaboración de materias primas, alimentos o sus ingredientes, para lograr alguna finalidad tecnológica durante el tratamiento o la elaboración (FAO, 2008).

Entre sus características más importantes está el aumentar la viscosidad del medio, la emulsificación, prevención frente a la recristalización del hielo y mejorar las propiedades organolépticas (Singthong y col., 2009). El secado de jugos de fruta, al igual que el de otros productos con alto contenido de azúcares, presenta dificultades técnicas por su alta higroscopicidad y termoplasticidad en condiciones de altas temperaturas y humedad (Adhikari y col., 2004). Por esta razón, el uso de coadyuvantes como maltodextrina, gomas, pectinas, silicato de calcio y carboximetilcelulosa como vehículo para favorecer el secado durante la producción de polvos de fruta es importante (Bhandari y col., 1993).

Las maltodextrinas (MD) son especialmente útiles por su elevada solubilidad en soluciones acuosas, baja viscosidad y altos valores de  $T_g$  como consecuencia de su peso molecular (Kenyon, 1995). Se obtienen a partir de la hidrólisis del almidón, consiste en

unidades de  $\alpha$ -D-Glucosa unidas principalmente por enlaces glucosídicos 1-4 y se caracterizan por su equivalente de dextrosa (DE) (Tonon y col., 2009); parámetro que expresa el grado de hidrólisis.

La goma arábiga (GA) o *acacia gum*, es un compuesto de origen natural con estructura ramificada que se extrae de la resina de la *Acacia senegal* y *Acacia seyal* como parte del proceso de cicatrización del árbol. Este polímero posee buena solubilidad en agua (aprox. 500 g/L), químicamente es un complejo heteropolisacarido de estructura ramificada con cantidades variables de D-galactopiranosas, L-arabinosa, L-ramnosa y algunos ácidos derivados como el ácido D-glucorónico o el 4-Ometil-D-ácido glucorónico ligados a la cadena principal  $\beta$ -(1 6) (Bemiller y Whistler, 1996). Es utilizada en la microencapsulación por su excelente capacidad emulsificante y baja viscosidad en soluciones acuosas. Su contribución a la estabilidad de alimentos deshidratados ha sido descrita por Gabas y col., (2007); Mosquera y col., (2010); Righetto y Netto (2005); Telis y Martínez-Navarrete (2009). El alto peso molecular de la goma arábiga, en comparación con el de los solutos presentes en las frutas, hace que su incorporación aumente el peso molecular promedio del sistema, relacionado con un aumento en la temperatura de transición vítrea del producto, mejorando su estabilidad. A su vez permite una buena retención de volátiles y una protección efectiva frente a la oxidación. Sin embargo, su aplicación en la industria alimentaria es limitada en comparación con las maltodextrinas principalmente por su costo, además de ser menos soluble a temperatura ambiente (Chronakis, 1998; Shiga y col., 2001).

#### **1.3.1.2. Bebidas en polvo**

El jugo con sabor a frutas en polvo fue una bebida originalmente formulada en Estados Unidos por “General Foods Corporation” (Ablin, 2013). El Código Alimentario Argentino (Res. Conjunta SPyRS N° 009 y SAGPA N° 106 del 6.03.00), define los jugos

en polvo como: “bebidas sin alcohol o bebidas analcohólicas, bebidas gasificadas o no, listas para consumir, preparadas a base de uno o más de los siguientes componentes: jugo, jugo y pulpa, jugos concentrados de frutas u hortalizas, leche, extractos, infusiones, maceraciones, percolaciones de sustancias vegetales contempladas en el presente Código, así como aromatizantes/saborizantes autorizados”. En el caso específico del jugo en polvo, se describe al producto como: “Preparaciones de los tipos utilizados para la elaboración de bebidas analcohólicas elaboradas con un 20% como mínimo de jugos o zumos de fruta sus equivalentes en jugos concentrados o adicionados en forma de polvo o cristales (R.2289/92 ex-ANA)”.

Los jugos en polvo son la categoría de bebidas sin alcohol que más han crecido. Desde el 2004, han tenido un alza promedio del 18% anual, y se espera un crecimiento exponencial en los años posteriores (Ablin, 2013).

### **1.3.1.3. Propiedades de los productos en polvo**

El término polvos alimentarios representa una gama muy amplia de productos que difieren en su composición química y características físicas (Peleg, 1977); las propiedades como la forma y densidad de las partículas, junto con la viscosidad, la concentración y el estado de dispersión, gobiernan la tasa de rehidratación de los polvos (Barbosa-Cánovas y col., 2005).

El flujo de un polvo es el movimiento del seno de partículas sobre partículas vecinas o a lo largo de la pared del recipiente que las contiene; involucra fuerzas gravitatorias, de fricción, cohesivas y adhesivas (Peleg, 1977). Los polvos pueden ser no-cohesivos (de flujo libre) donde las fuerzas entre partículas son consideradas insignificantes o cohesivos donde estas tienen un papel importante en el comportamiento mecánico del lecho del polvo.

La mayoría de los polvos alimenticios pueden considerarse no-cohesivos cuando están secos y su tamaño de partícula es mayor a 100  $\mu\text{m}$ ; si no están protegidos evitando la absorción de humedad principalmente, se convierten en cohesivos con facilidad (Peleg, 1977). Bajo condiciones especiales como absorción de humedad, temperaturas elevadas o presión estática podrían desarrollarse fuerzas reduciendo la fluidez.

### **1.3.2. Deshidratación osmótica (DO)**

La deshidratación osmótica es un método de gran importancia en frutas que poseen una vida útil corta (Torres-Oquendo, 2007). En algunos casos, la deshidratación parcial de un alimento es importante facilitando su procesamiento posterior (Shahab y Jayas, 1987).

El tratamiento con DO consiste en sumergir el alimento sólido entero o en piezas en soluciones acuosas de solutos que permitan una alta presión osmótica. Esta técnica provoca al menos dos flujos simultáneos en contracorriente: un flujo de agua del alimento hacia la solución y una transferencia de solutos desde la solución hacia el alimento, causado por los gradientes de potencial químico del agua y de los solutos (Torreggiani y Bertolo, 2001).

Se ha comprobado que la velocidad a la que sale el agua del alimento hacia la solución concentrada es mayor que la de los sólidos solubles hacia el interior de la fruta (Videv y col., 1990), por lo que la presión osmótica de la solución será por tanto la fuerza impulsora predominante hacia el equilibrio al comienzo del proceso. Dichas transferencias de masa están acompañadas por una salida de sustancias hidrosolubles a través de la membrana, que por lo general son cuantitativamente despreciables, aunque pueden ser esenciales en lo que a la calidad organoléptica se refiere (Barat y col., 1998).

Después de un tiempo de tratamiento, la permeabilidad selectiva de la membrana es destruida y el soluto puede entonces penetrar por difusión. En algunas frutas como el mango, después de 60 min de tratamiento, el diámetro de los poros del tejido celular se reduce drásticamente, con lo cual, se ve reducida la movilidad de moléculas relativamente grandes como la sacarosa (Torres-Oquendo, 2007). El producto pierde agua sin ningún cambio de fase, lo que implica en los sistemas biológicos una preservación de las estructuras celulares (Raoult-Wack, 1994). Además, ofrece la posibilidad de introducir la cantidad deseada de un soluto adecuado, por ejemplo, solutos de interés sensorial, como antipardeantes o sales de calcio (Torres-Oquendo, 2007).

**Tabla 1.2** Criterios para una definición práctica de los procesos osmóticos en base a su duración (Torres-Oquendo, 2007)

Proceso Osmótico	Escala de Tiempo	Operaciones	Usos o Aplicaciones	Mecanismo de Control
Procesos de tiempos muy Cortos	Minutos	Impregnación a vacío y/o pre-Concentración Osmótica	Productos Mínimamente procesados o pre-tratados	Mecanismo hidrodinámico, pseudodifusional de la matriz
Procesos de tiempos cortos	Horas			
Procesos de tiempos largos	Horas/días	Deshidratación Osmótica	Productos Deshidratados Osmóticamente Estables	
Procesos de tiempos muy Largos	Días/Semanas		Productos Deshidratados Osmóticamente muy estables	Sustitución total / parcial de gas por difusión osmótica de los poros

**1.3.2.1. Factores que afectan el proceso de DO**

La cinética de DO con frecuencia se ha evaluado en términos de velocidades de pérdida de agua, ganancia de sólidos y pérdida de peso del alimento (Lerici y col., 1985).

Por un lado los cambios de composición de la fase líquida del producto (agua más sólidos solubles), que determinan la calidad del producto y su estabilidad; y por otro lado, la cinética de pérdida de peso, asociada con la pérdida de agua y ganancia de solutos, que determina la eficiencia del proceso (Fito y Chiralt, 1997).

La deshidratación osmótica no es aconsejable para obtener reducciones del contenido de agua superiores al 50%. Normalmente, las velocidades de flujo de agua son altas durante las primeras 2 h y la mayor ganancia de sólidos se produce dentro de los primeros 30 minutos de tratamiento; a partir de ese momento los flujos se lentifican notablemente (Conway y col., 1983).

La variación de las condiciones de proceso puede causar modificaciones en la eficiencia del mismo. Los factores más importantes que se tienen en cuenta al analizar la cinética de la deshidratación osmótica son: la estructura y composición del producto, tamaño de los segmentos de fruta; naturaleza y concentración del agente osmótico; temperatura; y tiempo de exposición (Torres-Oquendo, 2007).

#### **1.3.2.1.1. Estructura y composición del fruto y tamaño de las piezas**

La naturaleza, estructura y/o geometría del tejido a deshidratar dada por la especie, a su vez que la variedad y estado de madurez del mismo puede ser un factor importante a la hora de osmodeshidratar un producto. Dependiendo a su vez del grado de compactación del tejido, contenido inicial de sólidos solubles e insolubles, tamaño y distribución de los espacios intercelulares, presencia de gases, relación entre las diferentes fracciones de pectinas y la actividad enzimática presente (Torres-Oquendo, 2007).

Se ha observado que diferencias en la estructura de la materia prima, especialmente en la porosidad, afectan a los mecanismos de transporte implicados en la

deshidratación osmótica (Fito y Chiralt, 1997), de forma que cuanto mayor sea la porosidad de la fruta mayor es la ganancia de sólidos.

La geometría y tamaño del producto, relacionados con la superficie específica, es otra de las variables importantes a controlar, ya que grandes superficies específicas favorecen la pérdida de agua y la ganancia de sólidos (Torreggiani y Bertolo, 2001). A mayor superficie disponible para la DO, más eficaz será el proceso.

#### **1.3.2.1.2. Naturaleza y concentración del agente osmótico**

La sacarosa es el agente osmótico más usado por su fácil accesibilidad, aceptable sabor, y reducción del pardeamiento enzimático (Giraldo y col., 2003). Sin embargo, gran variedad de agentes tales como: maltosa, glucosa, fructosa, lactosa, maltodextrinas, y trehalosa o mezclas de ellos, también se han utilizado. El impacto de los diferentes solutos en la cinética de deshidratación en función de la concentración utilizada, así como en función de su naturaleza y propiedades físicas (viscosidad, poder depresor de la  $a_w$ , etc.), ha sido objeto de estudio (Torres-Oquendo, 2007). Por otra parte, el tamaño del soluto supone una mayor o menor facilidad para difundir en la estructura compleja de los distintos productos.

La concentración es importante en la velocidad del proceso de deshidratación, ya que define la fuerza impulsora para la transferencia de materia. De igual forma, la variación de la viscosidad en la solución y de la fase líquida del alimento que va aumentando con el tiempo del proceso tiene un efecto importante en la velocidad de transporte (Talens, 2002).

#### **1.3.2.1.3. Temperatura de tratamiento**

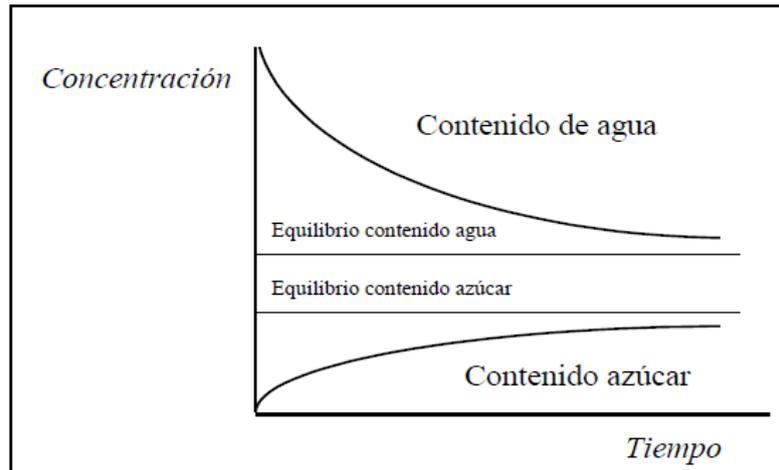
Varios autores han observado que la velocidad del proceso osmótico se ve significativamente afectada por el aumento de la temperatura (Conway y col., 1983). Los

incrementos de esta variable pueden provocar un aumento en la velocidad de transferencia de materia, tanto en la salida de agua como a la entrada de sólidos solubles (Lazarides, 2001). No obstante, la influencia de la temperatura no es uniforme en cualquier intervalo.

Se considera que temperaturas entre 20 y 40°C son las mejores ya que no afectan la integridad de los tejidos, preservan la calidad nutricional del producto y son las de mayor interés a nivel económico (Lerici y col., 1985). Por debajo de 40 - 50°C las membranas celulares mantienen su funcionalidad limitando el transporte. Por encima de estas temperaturas la desnaturalización y la pérdida de la actividad biológica celular aceleran el transporte, pero pueden tener efectos negativos sobre la estructura del tejido de la fruta alterando características tales como textura, sabor y aroma (Barat y col., 1998; Lazarides, 2001).

#### **1.3.2.1.4. Tiempo**

Una efectiva osmodeshidratación requiere de una mayor interacción del alimento con la solución. Durante las primeras dos horas del proceso son elevadas la ganancia de sólidos y la pérdida de agua, pero posteriormente a ese tiempo, ocurren una dramática disminución de dichas velocidades (Cortez, 2001). La cantidad de agua y solutos en un alimento está determinada muchas veces en función al tiempo. En la **Figura 1.9**, se muestran la variación de la deshidratación de fruta con el tiempo, mostrando un descenso de la humedad y un incremento de los azúcares.



**Figura 1.9.** Variación del contenido de agua y azúcar en un proceso de osmodeshidratación respecto al tiempo (Barbosa-Cánovas y Vega-Mercado, 2000)

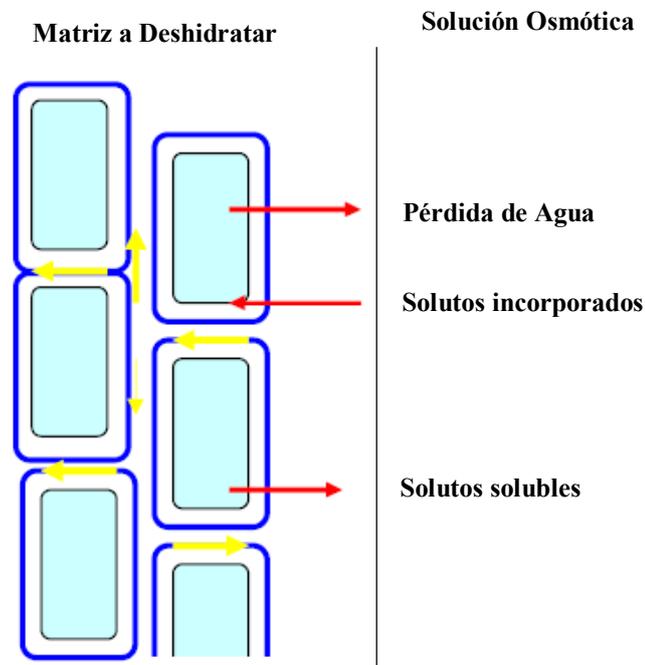
Según Barbosa-Cánovas y Vega-Mercado (2000) las pérdidas de humedad pueden dividirse en dos fases: Una fase aproximada de dos horas a elevadas velocidades de pérdida de agua y otra fase, de dos a seis horas, con una velocidad decreciente de pérdida de agua.

### 1.3.2.2. Mecanismos de transporte durante la DO

Los mecanismos de transporte de masa en el interior del tejido vegetal, sometido a tratamiento osmótico, pueden ser de tres tipos (Bellocq, 2012):

- a) **Transporte apoplástico (AP):** Se realiza en el exterior de la membrana celular y puede visualizarse como una difusión de moléculas en la pared celular y los espacios intercelulares.
- b) **Transporte simplástico (SP):** Se realiza en el interior del plasmalema y se caracteriza por el movimiento de moléculas de una célula a otra a través de delgados conductos (plasmodesmos).

- c) **Transporte transmembrana (TM):** Tiene lugar a través del mecanismo osmótico, es un intercambio entre el protoplasma y el espacio libre que comprende el espacio intercelular y la pared celular.



**Figura 1.10.** Flujo de agua y solutos en la matriz de un alimento sometido a deshidratación osmótica (Bellocq, 2012)

El comportamiento del tejido vegetal es igual al de una sola célula (**Figura 1.10**). La velocidad de encogimiento o hinchamiento del tejido durante la DO dependerá tanto de la difusión extracelular como de la permeabilidad de la membrana celular (Spiazzi y Mascheroni, 1997).

Algunos autores han demostrado que la membrana es parcialmente selectiva y algo del soluto puede atravesar la misma (Lerici y col., 1985; Torreggiani y Bertolo, 2001). Esto se debe a que la membrana y la pared celular en los productos vegetales son unidades biológicas vivas que pueden encogerse o estirarse bajo la influencia del crecimiento o de la turgencia generada dentro de la célula (Bolin y col., 1983).

Vial y Guilbert (1991) indicaron que la acumulación del soluto (sacarosa) está aparentemente limitada a la periferia del alimento. Una elevada concentración en solutos puede provocar la ruptura de la estructura celular y alterar el comportamiento en lo que respecta a la ganancia de sólidos y pérdidas de agua (Lenart y Flink, 1984).

Los mecanismos que actúan en la DO pueden dividirse en dos grupos (Fito y Chiralt, 1997):

- Dependientes de los gradientes de concentración (pseudodifusionales) que comprenden el transporte transmembrana y el difusional en los espacios no compartimentados.
- Denominados mecanismos hidrodinámicos (dependientes de la presión). Éstos se dan en los poros del tejido e incluyen la capilaridad y los flujos debidos a gradientes de presión en el sistema, generados por los cambios estructurales volumétricos. En condiciones de presión atmosférica se solapan básicamente fenómenos de ósmosis y difusión, mientras que a bajas presiones o con variaciones en la presión se potencian el mecanismo hidrodinámico y la capilaridad (Torres-Oquendo, 2007).

### **1.3.3. Secado con aire caliente, secado convectivo**

A nivel industrial, el secado convectivo, también llamado secado convencional o secado por aire caliente es el método más utilizado para deshidratar alimentos. Con esta tecnología el secado transcurre a alta temperatura (60 - 80°C) y se requieren tiempos largos para alcanzar el contenido de humedad deseado. Dicha combinación tiempo-temperatura provoca la vaporización de los compuestos volátiles y por lo tanto la pérdida significativa de aroma y sabor. Los alimentos secados por este método comúnmente tienen problemas de alteración de color y pérdida de nutrientes, además de disminución

de la densidad y una baja capacidad de rehidratación. El resultado es un producto con signos de daño térmico directamente proporcionales a la temperatura y a la duración de la exposición (Lin y col., 1998).

A medida que progresa el secado, el agua se mueve hacia la superficie (arrastrando sólidos solubles) a una velocidad de difusión menor que la velocidad de evaporación del agua superficial, por esta razón, las capas externas se secan más rápidamente dando lugar a la formación de una “costra superficial” y al consecuente encogimiento. Estos dos factores constituyen una resistencia al transporte de materia (dificultan el transporte de agua) y a la transferencia de calor debido a la baja conductividad térmica de la costra formada (Feng y Tang, 2006; Nijhuis y col., 1998).

#### **1.3.3.1. Reacciones de pardeamiento en frutas**

Las reacciones más comunes que afectan al color de las frutas y sus derivados durante la DO son: la degradación de pigmentos (especialmente carotenoides y clorofila), la oxidación de ácido ascórbico y las reacciones de pardeamiento enzimático (Barreiro y Milano, 1997; Lee y Coates, 1999).

El pardeamiento enzimático o “browning” enzimático, aunque deseable en procesos como fermentación de té o cacao, es una reacción indeseable en el procesamiento de frutas, ya que en su avance tiene lugar la síntesis de compuestos coloreados que confieren a la fruta un aspecto diferente al de su estado fresco. En esta reacción los compuestos fenólicos son oxidados por acción (principalmente) de la enzima polifenoloxidasas (PPO) a o-quinonas, que luego polimerizan para formar pigmentos marrones u oscuros: melaninas y melanoidinas (Quiles y col., 2005). Esta reacción se desarrolla por la liberación de las enzimas al medio celular antes de ser inactivadas, por ejemplo en operaciones de pelado, cepillado, cortado o cualquier otra que cause disrupción celular. Los recursos de los que se vale la industria de alimentos para

minimizar los efectos de este pardeamiento son: la exclusión de oxígeno, la aplicación de ácidos, la inactivación por calor (escaldado) y el agregado de agentes inhibidores como sulfitos (Bernardi y col., 2009).

El pardeamiento no enzimático es producto de reacciones complejas que ocurren durante el almacenamiento y el procesamiento de frutas (condensación de Maillard, caramelización de azúcares, reacción oxidativa de ácido ascórbico; (MacDougall, 2002). Posiblemente el pardeamiento no enzimático sea el más común y a la vez el más importante cambio que se produce en la deshidratación y almacenamiento de alimentos, sobre todo en aquellos en los cuales los cambios enzimáticos han sido prevenidos mediante un escaldado y que no poseen un contenido significativo de ácidos grasos susceptibles de oxidación.

Braverman (1963) señaló la existencia de tres mecanismos diferentes involucrados en el pardeamiento no enzimático de los alimentos:

- a) La reacción de Maillard incluye especialmente aldehídos, cetonas y azúcares reductores con aminas, aminoácidos, péptidos y proteína.
- b) El mecanismo del ácido ascórbico comprende por su parte un conjunto de reacciones oxidativas que convierten el ácido ascórbico y los polifenoles en di o policarbonil compuestos.
- c) La deshidratación de azúcares, conocido también como caramelización, que se produce al calentar compuestos polihidroxicarbonílicos a temperaturas relativamente altas, sin la intervención de aminocompuestos.

La reacción de pardeamiento no enzimático está determinada por la temperatura, la actividad de agua y el pH, así como por la presencia de los sustratos necesarios para la reacción. Además de producir pigmentos pardos, el pardeamiento no enzimático puede,

provocar el desarrollo de aromas y sabores los cuales serán deseables o indeseables dependiendo del alimento (Nijhuis y col., 1998).

## **2. Objetivo General**

Actualmente el arazá se comercializa fresco o como materia prima para batidos, mermeladas helados, lácteos, etc. A pesar de que su consumo ha aumentado, su fragilidad y corta vida útil limita sus posibilidades de procesamiento y comercialización en lugares alejados de los centros de producción. Para solucionar este problema deben aplicarse métodos de preservación que permitan aumentar la vida útil sin deteriorar sus propiedades sensoriales y nutricionales. Un examen general de las tendencias del mercado, marca un cambio de preferencias del consumidor hacia los productos no alcohólicos, naturales, saludables, con aromas y sabores innovadores, favoreciendo ampliamente el desarrollo de productos a partir de frutas tropicales.

El objetivo del presente estudio fue obtener productos procesados a base de arazá que combine óptimos niveles de compuestos saludables y elevada estabilidad física para ser utilizado en las industrias alimentarias y farmacéuticas. Aplicación al desarrollo de bebidas saludables y “snacks”.

## Capítulo 2

**Obtención de una bebida instantánea liofilizada de pulpa de arazá. Efecto del tiempo de almacenamiento, la temperatura, humedad y estado físico en las características fisicoquímicas del polvo**



## Capítulo 2. Obtención de una bebida instantánea liofilizada de pulpa de arazá. Efecto del tiempo de almacenamiento, la temperatura, humedad y estado físico en las características fisicoquímicas del polvo

### 1. Introducción

El arazá puede ser una materia prima prometedora en la elaboración de bebidas en polvo pero debido a su alto contenido de compuestos termosensibles tanto la selección del método de secado como las condiciones de almacenamiento (temperatura, actividad acuosa) tiene una importancia fundamental en la calidad y estabilidad del producto final.

El arazá tiene un alto nivel de carotenoides, estos compuestos junto con el ácido ascórbico, ciertos flavonoides y compuestos fenólicos son los principales antioxidantes presentes en la fruta (Garzón y col., 2012). Martinelli y col. (2007) informaron que la estabilidad de estos bioactivos depende principalmente de la temperatura, el contenido de agua y la actividad acuosa del alimento, por consiguiente la obtención de jugos de arazá deshidratados de alta calidad y larga vida útil requiere un análisis completo y detallado acerca de la relación entre los distintos parámetros de calidad fisicoquímica y estas variables.

Aunque los alimentos almacenados en condiciones vítreas pueden ser estables, algunas reacciones de degradación no deseadas pueden ocurrir (Syamaladevi y col., 2011), por lo tanto, la estabilidad óptima del producto requiere un análisis exhaustivo del efecto  $T_g/a_w$  en la estabilidad fisicoquímica del producto.

Los antioxidantes presentes en los alimentos requieren ser absorbidos por el organismo para efectivizar los beneficios que aportan a la salud, por consiguiente es necesario determinar cómo afecta el tracto gastrointestinal la composición y actividad de los mismos. La bioaccesibilidad es un término usado para referirse al contenido de

nutrientes liberados de una matriz alimentaria durante el proceso de digestión y usualmente se evalúa mediante un ensayo de digestión gastrointestinal simulada (Li y col., 2012). La biodisponibilidad es la fracción del nutriente ingerido disponible para ser utilizada por el cuerpo durante las funciones fisiológicas (Li y col., 2012) y dependerá de su estabilidad durante el proceso de digestión, su liberación desde la matriz alimentaria (bioaccesibilidad) y la eficiencia del pasaje transepitelial (Tagliazucchi y col., 2010).

## **2. Objetivo**

- Obtener un polvo liofilizado de arazá con elevada calidad fisicoquímica y nutricional utilizando maltodextrina o goma arábica como coadyuvantes (carrier) de la liofilización.
- Analizar el efecto del tipo de “carrier” en las propiedades físicas (densidad, ángulo de caída, solubilidad, higroscopicidad, grado de apelmazamiento) y nutricionales (concentración de antioxidantes y actividad de los polvos).
- Determinar y modelar las isotermas de adsorción de polvos de arazá/maltodextrina (AMD) o arazá/goma arábica (AGA) a 3 temperaturas (10, 20 y 40°C)
- Calcular el calor isostérico de sorción, la entropía diferencial y determinar el mecanismo de control del proceso de adsorción de humedad de los polvos de arazá.
- Analizar la relación entre la capacidad de adsorción de humedad, la temperatura y el tipo de coadyuvante (maltodextrina o goma arábica) en la estabilidad del color, solubilidad en agua fría, concentración de antioxidantes y su actividad.
- Determinar el efecto del  $a_w$ , estado físico (vítreo/gomoso) y tipo de coadyuvante en la estabilidad de los compuestos bioactivos así como en la actividad antioxidante, color y solubilidad del arazá liofilizado a 20°C.

- Determinar el efecto del tiempo de almacenamiento en el contenido de antioxidantes y su actividad así como en la composición de polifenoles considerando los valores de  $a_w$  que proporcionaron los niveles más altos de retención del color, nivel de bioactivos y actividad antioxidante determinados previamente.
- Evaluar la influencia de la digestión gastrointestinal en la bioaccesibilidad y la actividad antioxidante de los polvos.

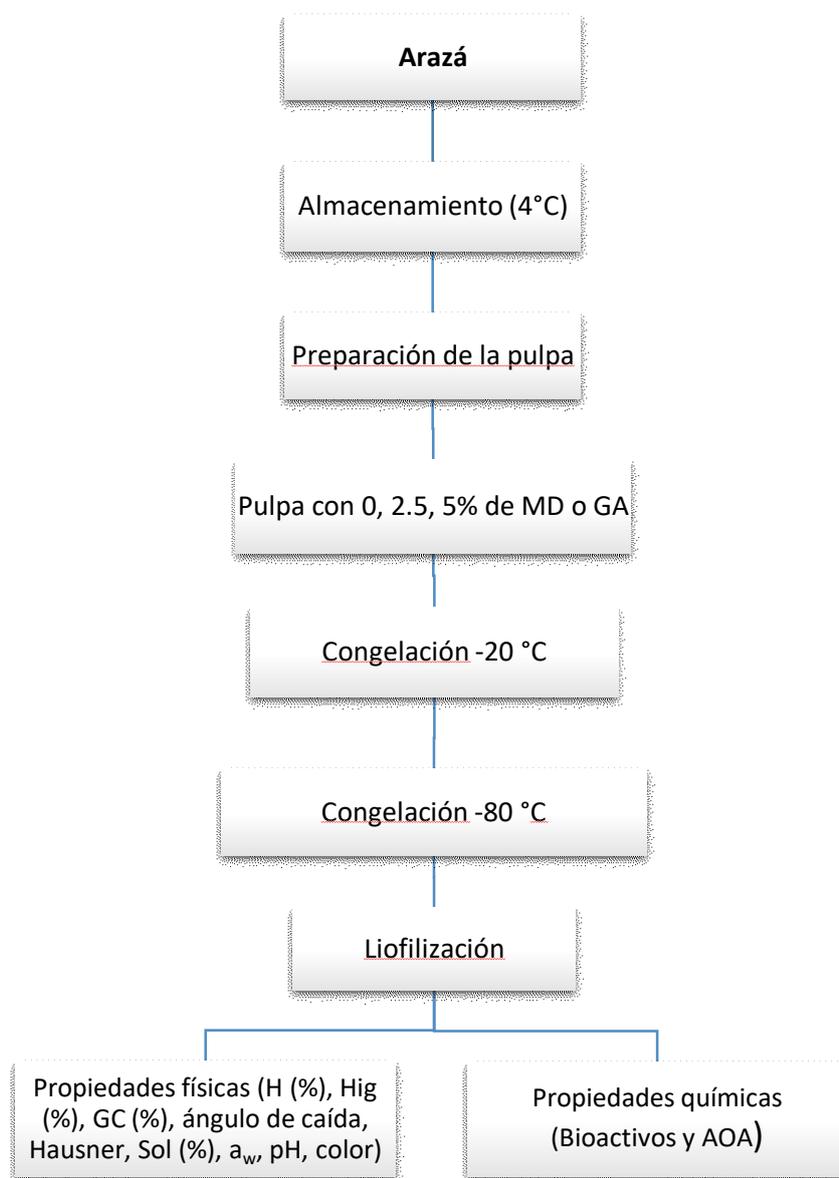
### 3. Materiales y métodos.

#### 3.1. Elección de la fruta y preparación de la muestra

La **Figura 2.1** muestra el diagrama de flujo describiendo el procesamiento de la fruta al igual que los análisis realizados para la evaluación de sus características fisicoquímicas.

La fruta fresca de arazá (*Eugenia stipitata* Mc Vaugh; humedad (H)  $94.65 \pm 2.45\%$ ; sólidos solubles totales (SST)  $3.9 \pm 0.4^\circ\text{Brix}$ ) fue adquirida en un local comercial de Ibagué (Colombia), y seleccionada de acuerdo a un estado de madurez intermedio (verde-amarillo) y tamaño (10 - 14cm de diámetro). Posteriormente se almacenó y refrigeró a  $4^\circ\text{C}$  durante 7 días en el laboratorio GIPRONUT de la Universidad del Tolima (Colombia) antes de su procesamiento. Para obtener la pulpa de arazá la fruta fue lavada con agua removiendo las impurezas externas, pelada, cortada en trozos.

Para evaluar el efecto del nivel de coadyuvante en las propiedades fisicoquímicas, la fruta se presionó manualmente para formar una pasta y se mezcló con diferentes concentraciones [0, 2.5, 5 % p/p (peso de carrier/peso de pulpa húmeda)] de (a) maltodextrina Dextrosa Equivalente 10 (AMD; Productos de Maíz S.A., Buenos Aires, Argentina) o (b) goma arábica (AGA; Química Oeste S.A., Buenos Aires, Argentina).



**Figura 2.1** Diagrama de la caracterización fisicoquímica de la pulpa de arazá. H (%): Contenido de humedad; Hig (%): Higroscopicidad; GC (%): Grado de apelmazamiento; Sol (%): Solubilidad; AOA: Actividad antioxidante

### 3.2. Congelación y liofilización

Las fracciones de pulpa ( $\approx 300$  g) en bandeja de aluminio se mantuvieron a  $-35^{\circ}\text{C}$  (48 h), y luego a  $-80^{\circ}\text{C}$  (24h) para garantizar la pérdida de agua por sorción. La liofilización se realizó en un liofilizador FIC L1-1-E300-CRT (presión de vacío  $<13.32$  Pa, temperatura del condensador =  $-35^{\circ}\text{C}$ , temperatura de los estantes =  $22^{\circ}\text{C}$ ; Buenos

Aires, Argentina). Los liofilizados obtenidos se envasaron en películas de poliamida/poliétileno (70  $\mu\text{m}$ ) y se almacenaron a  $-18^{\circ}\text{C}$  hasta su uso.

Para calcular el rendimiento de liofilización (%R), se usó la siguiente expresión:

$$\%R = \left( \frac{P_m}{P_l} \right) * 100 \quad (\text{Ec 2. 1})$$

Donde,  $P_l$  es el peso del polvo liofilizado (g) obtenido a partir de 100 ml de muestra y  $P_m$  es el peso de 100 ml de muestra (g).

### 3.3. Ensayos físicos

#### 3.3.1. Sólidos solubles totales (SST)

La medición de los sólidos solubles se basa en la refracción de la luz creada por el tipo y concentración de los solutos (por ejemplo, sacarosa). La unidad de medida es grados Brix ( $^{\circ}\text{Bx}$ ), donde  $1^{\circ}\text{Bx}$  correspondería al índice de refracción de una solución de sacarosa en agua al 1%.

La escala Brix expresa entonces, el contenido de azúcar en g de sacarosa por 100 g de solución acuosa, así  $20^{\circ}\text{Bx} \sim 20\%$  p/p de sacarosa en solución (Bakker y Clarke, 2011).

El contenido de sólidos solubles totales (SST) de las muestras se determinó con un refractómetro manual Atago N2 (Tokyo, Japan).

#### 3.3.2. Actividad acuosa ( $a_w$ )

La actividad acuosa ( $a_w$ ) fue determinada con un equipo Aqualab serie 3 (Decagon Device, Pullman, Washington, USA), previamente calibrado con soluciones salinas saturadas en un rango de humedad entre 11 – 76%.

### 3.3.3. Humedad

El contenido de humedad se midió mediante secado en estufa (método AOAC, (1998) parte 934.06; Sanjor serie SL DB; Buenos Aires, Argentina) a  $105 \pm 1^\circ\text{C}$  hasta alcanzar peso constante. Todas las determinaciones se hicieron por triplicado. El porcentaje de humedad (**H(%)**) se calculó mediante la ecuación (**Ec 2.2**):

$$H(\%) = \left[ \frac{P_1 - P_s}{P_1} \right] * 100 \quad (\text{Ec 2.2})$$

Donde, **P<sub>1</sub>** es el peso del producto liofilizado (g) y **P<sub>s</sub>** es el peso seco final (g).

### 3.3.4. Densidad volumétrica

Para la determinación de la densidad volumétrica, 40 g del polvo se colocaron en una probeta de 100 ml, la medición se realizó de dos maneras, la primera en reposo (densidad aparente) y la segunda golpeando la probeta sobre una superficie plana hasta alcanzar volumen constante (densidad compactada), la densidad se calculó con la **Ec 2.3**.

$$\rho \text{ volumétrica} = \frac{p_i}{V} \quad (\text{Ec 2.3})$$

Donde, **ρ** es la densidad, **pi** es el peso de la muestra en gramos y **V** el volumen medido en ml (Papadakis y col., 2006).

El índice de Hausner (Ha), se definió como la relación entre la densidad compactada/densidad aparente.

### 3.3.5. Ángulo de reposo

Para la determinación del ángulo de reposo se utilizó un dispositivo perteneciente al banco para el estudio de sólidos CEN (Armfield, Inglaterra). El mismo está compuesto por una cámara cilíndrica de acrílico transparente que puede rotar libremente montada

sobre un tablero con una escala de 0 a 360° que permite la medida de la rotación en grados (°) (Figura 2.2).



**Figura 2.2.** Cámara cilíndrica para medida del ángulo de reposo

La muestra se cargó dentro de la cámara a través de un orificio en su pared hasta alcanzar la mitad de su capacidad y se niveló la superficie; se prosiguió a rotar hasta que la primera partícula de muestra comenzara a deslizarse y se registró el ángulo formado. Se rota nuevamente en la dirección opuesta hasta que las partículas comiencen a deslizarse y se registró el ángulo formado. El promedio de las dos medidas representa el ángulo de reposo de la muestra. La prueba se repitió 10 veces y los resultados se promediaron (Solids handling study bench, CEN, Armfield, United Kingdom; Geldart y col., 2006).

### 3.3.6. Higroscopicidad

La higroscopicidad se expresó como el contenido de humedad después de la exposición de un polvo a una humedad relativa del 76%. (Jaya y Das, 2004).



Figura 2.3. Frasco hermético con NaCl, HR= 76%

Sobre un soporte plástico se pesaron 2 g de polvo previamente tamizados con un tamiz de apertura de poro 495 mm (tamiz #32) y se colocaron en frascos con soluciones saturadas de NaCl, herméticamente cerrados (**Figura 2.3**). Posteriormente se almacenaron en un cuarto a temperatura controlada de 20°C. La higroscopicidad se calculó usando la **ecuación 2.4**:

$$\text{Hig}(\%) = \frac{b/a + W_i}{1 + b/a} \quad (\text{Ec 2.4})$$

Donde **a** (g), **b** (g) y **W<sub>i</sub>** (% , base húmeda (b.h)) son la masa de polvo, el incremento de peso y el contenido de agua inicial, respectivamente.

### 3.3.7. Grado de apelmazamiento

Luego de la determinación de higroscopicidad, la muestra húmeda se secó en una estufa de vacío (FERCA) a 102°C por 1 h. Después de enfriar la muestra seca se pesó y se tamizó en un tamiz con apertura poro de 495-mm (#32) agitándolo durante 5 min. Al final del proceso, el peso del polvo remanente en el tamiz se registró en una balanza analítica. El grado de apelmazamiento (GC) se calculó usando la siguiente expresión:

$$\text{GC}(\%) = \frac{c}{d} * 100 \quad (\text{Ec 2.5})$$

$d$  (g) y  $c$  (g) son los pesos del polvo total y retenido en filtro, respectivamente (Jaya y Das, 2004).

### 3.3.8. Solubilidad

La solubilidad de la muestra en polvo se determinó según el método de Chen y Jane (1994). Las muestras reconstituidas en agua destilada se agitaron durante 5 minutos a 25°C; las dispersiones obtenidas se centrifugaron a 3000 rpm por 5 minutos en una centrifuga Rolco CM 2036, (Buenos Aires, Argentina).

Una alícuota del sobrenadante se transfirió a cajas de Petri de vidrio (50 mm de diámetro) previamente pesadas e inmediatamente se secaron en estufa (Sanjor serie SL DB (Buenos Aires, Argentina) a  $105 \pm 1^\circ\text{C}$  por 5 horas. La solubilidad en agua se calculó mediante la **ecuación 2.6**:

$$\text{Solubilidad}(\%) = \frac{(p_{ss} * FD * 100)}{P_1} \quad (\text{Ec. 2.6})$$

Donde  $p_{ss}$  es el peso seco de sobrenadante (g),  $P_1$  es el peso del producto liofilizado (g) y  $FD$  es el factor de dilución. Las determinaciones se hicieron por duplicado.

### 3.3.9. pH

El pH de las muestras se midió con un pHmetro Hach Sension+ pH3 Lab (Hach Company, Lovely, CO, USA) a 25°C. Las mediciones se hicieron por duplicado.

### 3.3.10. Medidas de Color

El color ( $L^*$ ,  $IS$ ,  $AH$ ) de las muestras se midió por triplicado con un colorímetro Minolta CR-400 (Minolta, Osaka, Japón), cada valor fue el promedio de 9 mediciones.

El color se expresó mediante luminosidad ( $L^*$ ), índice de saturación (IS; **Ec 2.7**) y el ángulo de matiz (AH) que representa el tono psicométrico (**Ec.2.8**).

$$IS = \sqrt{a^{*2} + b^{*2}} \quad (\text{Ec 2.7})$$

$$AH = \tan^{-1} \left( \frac{b^*}{a^*} \right) \quad (\text{Ec 2.8})$$

Los valores del ángulo de matiz de 0, 90, 180 y 270° corresponden a rojo-amarillo, verde y azul respectivamente (Minolta, 1998).

La diferencia de color total con respecto a las muestras liofilizadas no equilibradas ( $\Delta E$ ) se calculó a partir de la **Ec. 2.9**.

$$\Delta E = \sqrt{\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2}} \quad (\text{Ec. 2.9})$$

### 3.4. Caracterización química de las muestras

#### 3.4.1. Extracción de los antioxidantes

La **Figura 2.4** muestra el protocolo utilizado para obtener antioxidantes extraíbles y no extraíbles por solventes orgánicos acuosos (Saura-Calixto y col., 2007).

0.5 g de muestra se mezclaron con 20 ml de metanol/agua (50:50, v/v; pH 2) en un vaso precipitado con agitación constante por 60 min, el sobrenadante se separó mediante centrifugación (2500 g, 10 min) en una centrifuga Rolco CM 2036, (Buenos Aires, Argentina). El residuo se extrajo por 2ª vez con 20 ml de acetona/agua (70:30, v/v). Los sobrenadantes de las 2 extracciones (metanólicos/acetónico) se combinaron y se utilizaron para la determinación de la capacidad antioxidante y la concentración de bioactivos asociados con los compuestos extraíbles (Saura-Calixto y col., 2007).

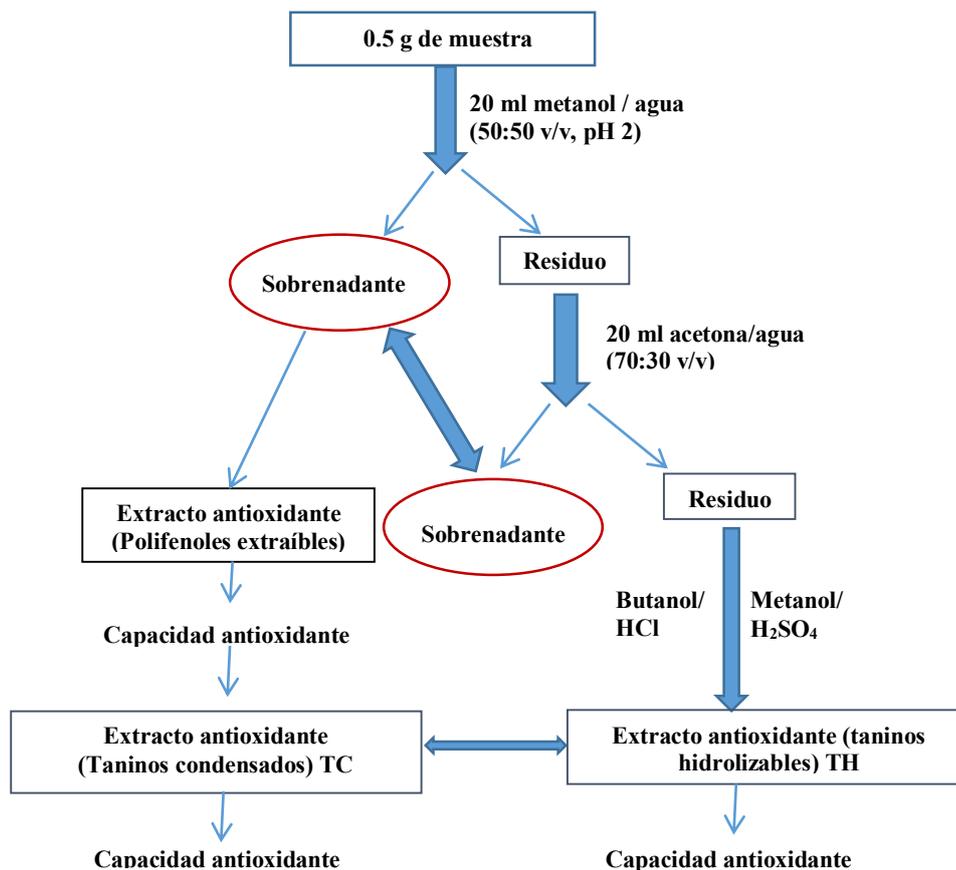


Figura 2.4. Extracción y caracterización de compuestos antioxidantes (Pérez-Jiménez y col., 2008; Saura-Calixto y col., 2007)

Los polifenoles no extraíbles (taninos condensados-proantocianidinas y polifenoles hidrolizables) se determinaron en el residuo de la extracción con metanol/acetona/agua (Saura-Calixto y col., 2007).

Para extraer los taninos/proantocianidinas condensados, el residuo se trató con 5 ml/L de HCl-butanol (3 h a 100°C), la fracción soluble se separó por centrifugación (2500 g por 10 min) y se usó para analizar la concentración de taninos/proantocianidinas y su actividad antioxidante.

Para determinar los polifenoles hidrolizables: el residuo se hidrolizó con metanol/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 90:10 (v/v) a 85°C durante 20 h. Después de la centrifugación (2500 g, 10 min), se recogió el sobrenadante y se usó para determinar el contenido total de polifenoles y la actividad antioxidante.

### 3.4.2. Concentración de compuestos antioxidantes

#### 3.4.2.1. Polifenoles Totales (PT)

La concentración de polifenoles totales se determinó con el método de Folin-Ciocalteu (Schlesier y col., 2002). 0.2 ml del extracto líquido de arazá (o su correspondiente dilución) se colocaron en tubos que contenían 2 ml de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2% (p/v), 0.2 ml de reactivo Folin-Ciocalteu (1:1) (Sigma-Aldrich, Buenos Aires, Argentina), se agitaron y se protegieron de la luz. Después de 30 min, la absorbancia se midió en un espectrofotómetro Shimadzu UV-VIS (Seisakusho Ltd., Kyoto, Japón) a 725 nm. El contenido de polifenoles totales se expresó como mg de equivalentes de ácido gálico (EAG)/gramos de materia seca (g m.s) por medio de una curva de calibración en un rango de concentraciones de ácido gálico (0.05 - 0.2 mg ácido gálico/ml).

#### 3.4.2.2. Flavonoides Totales (FT)

El contenido de flavonoides totales (mg de equivalentes de catequina (CAT)/g m.s.) en el extracto se determinó mediante la metodología propuesta por Chang y col. (2002). Para la curva de calibración se usó como patrón una solución estándar de catequina (0.05 -0.2 mg/ml).

100  $\mu\text{l}$  del extracto se mezclaron con 500  $\mu\text{l}$  de agua destilada, 30  $\mu\text{l}$   $\text{NaNO}_2$  5% luego de 6 min, se agregaron 90  $\mu\text{l}$   $\text{AlCl}_3$  10% y se esperaron 5 minutos. Por último, se añadieron 200  $\mu\text{l}$  de  $\text{NaOH}$  1M y la mezcla se homogenizó con un vórtex (Precytec, Industria - Argentina). La absorbancia de los extractos a 510 nm se midió después de 30 minutos.

#### 3.4.2.3. Carotenoides Totales (CT)

Se pesaron 0.5 g de la muestra y se realizó una extracción con 5 ml de hexano:acetona:etanol (2:1:1), el extracto se mezcló en un vórtex por 2 minutos. Luego,

se adicionó 1 ml de agua destilada para lograr la separación de fases. La absorbancia del sobrenadante se midió en un espectrofotómetro a 454nm. El contenido de carotenoides se expresó como mg  $\beta$ -caroteno/g m.s, mediante la siguiente ecuación, (Ec 2.10).

$$CT = \frac{A*VF*10^3}{\epsilon*PM} \quad (\text{Ec 2.10})$$

(A) es la absorbancia en nm, ( $\epsilon$ ) coeficiente de extinción molar del  $\beta$ -caroteno (hexano, 490nm) = 2592 L mol<sup>-1</sup> cm<sup>-1</sup>, (VF) volumen final, (PM) Peso de la muestra (Ordoñez-Santos y col., 2014).

#### 3.4.2.4. Determinación de Ácido Ascórbico (AA)

Para la determinación de ácido ascórbico, 0.5 g de muestra se extrajeron con una solución de ácido metafosfórico acuoso al 5% (HPO<sub>3</sub>; 50 g L<sup>-1</sup>; Carlo Erba S.A, BCN, España). El extracto se mantuvo protegido de la luz con papel aluminio, se centrifugó a 2000 g por 5 min (Rolco CM 2036, Buenos Aires, Argentina). La concentración de ácido ascórbico se determinó por HPLC (Waters, model R-414, Milford, 152 MA, USA). El método consistió en una elución isocrática y la señal fue traducida mediante un detector UV-Visible con un  $\lambda$  de 245 nm, usando AA (de grado alimentario, Parafarm) como estándar externo. Antes de inyectar la muestra en el equipo los extractos se filtraron con membranas de miliporos de 0.45  $\mu$ m (Nováková y col., 2008).

La separación fue hecha en una columna RP C18 (Symmetry, Waters, Dublin, Irlanda) a 25 °C. La fase móvil fue una mezcla de 5 g\*L<sup>-1</sup> HPO<sub>3</sub> (Carlo Erba S.A, BCN, España) y CH<sub>3</sub>CN (acetonitrilo; Sintorgan, grado HPLC) 93:7, con un caudal de 1ml/min (Nováková y col., 2008). La cuantificación de AA fue hecha contrastando el área del pico cromatográfico vs el estándar externo. La curva de calibración estuvo entre 0.5 – 200 mg/ml.

### 3.4.3. Actividad antioxidante

#### 3.4.3.1. Método del DPPH•

La capacidad de secuestro de radicales libres fue determinada usando el 2,2-diphenyl-1-picril hidracil (DPPH•) (Brand-Williams y col., 1995) usando etanol como solvente. El radical DPPH• fue solubilizado en etanol para una concentración de 25 mg DPPH• (Sigma)/L. A 100µl del extracto se le añadió 3.9 ml de solución de DPPH•. La disminución de la absorbancia fue medida espectrofotométricamente a 517nm después de 90 min, tiempo en el cual la reacción llega al estado estacionario. La actividad antioxidante fue calculada como porcentaje de inhibición según la **Ec 2.11**:

$$ARA(\%) = \frac{(Absb_0 - Absst)}{Absb_0} \times 100 \quad (\text{Ec 2.11})$$

Donde **Absb<sub>0</sub>** y **Absst** corresponden a la absorbancia del blanco (b) y de la muestra (s) a tiempo = 0 y a t = 120 min.

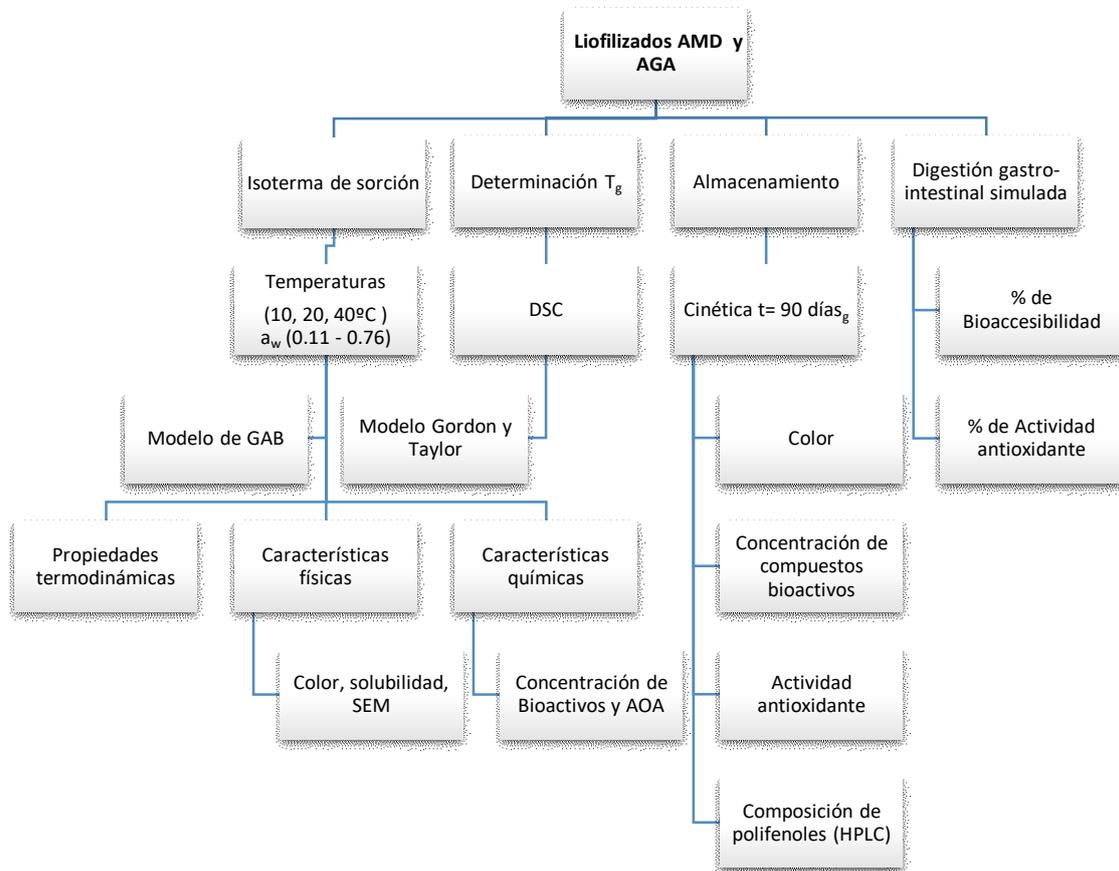
#### 3.4.3.2. Poder reductor del hierro (FRAP)

La prueba de FRAP mide la capacidad para reducir el Fe<sup>+3</sup> -tripiridil-triazina (Fe (TPTZ)<sup>+3</sup>) incoloro, a su forma ferrosa (Fe (TPTZ)<sup>+2</sup>) que es un color azul profundo a pH 3.6. Se consideró que la concentración de (Fe (TPTZ)<sup>+2</sup>) es proporcional al poder reductor (Benzie y Strain, 1996).

Se mezclaron 900 ml de reactivo FRAP (TPTZ, FeCl<sub>3</sub>, tampón acetato) con 30 µl de muestra y 90 µl de agua destilada. Después de 30 minutos de reacción, la absorbancia de las muestras se midió a 593 nm. Los resultados se expresaron como µM Fe<sup>2+</sup> equivalente/gramo de materia seca, usando una curva de calibración de FeSO<sub>4</sub>\*7H<sub>2</sub>O (100 - 2000 µmol Fe<sup>+2</sup>/L) (Benzie y Strain, 1996).

### 3.5. Efecto de la humedad y del almacenamiento en los polvos

La **Figura 2.5**, muestra el diagrama de los análisis realizados para evaluar el efecto de la humedad y del almacenamiento en AMD y AGA.



**Figura 2.5.** Diagrama de los análisis fisicoquímicos realizados en el polvo liofilizado de arazá

#### 3.5.1. Isotermas de sorción de agua

Las isotermas de sorción de los polvos liofilizados con MD y GA se determinaron mediante el método estático gravimétrico a 10, 20 y 40°C (Demarchi y col., 2014). Las muestras (1.5 g) se colocaron en recipientes plásticos previamente pesados y se equilibraron en recipientes herméticos que contenían soluciones saturadas de sales que proporcionaban humedad relativa (HR) ambiente constante (**Tabla 2.1**).

Los frascos herméticos se almacenaron en cámaras a 10, 20 y 40°C. Para controlar la ganancia de humedad los pesos de la muestra se registraron cada tres días hasta alcanzar

un valor constante (diferencia entre 2 pesadas consecutivas  $< \pm 0.003$  g) donde se asume que se alcanzó el equilibrio; en este punto la actividad acuosa ( $a_w$ ) de la muestra equilibrada puede considerarse igual a su correspondiente HR/100 (Labuza, 1975).

**Tabla 2.1.** Soluciones Salinas saturadas y sus actividades de agua a 10, 20, 40°C

(Demarchi y col., 2014)

Soluciones salinas saturadas	Actividad acuosa ( $a_w$ )		
	10°C	20°C	40°C
LiCl	0.113	0.113	0.112
KCH <sub>3</sub> COO	0.245	0.234	0.208
MgCl <sub>2</sub>	0.340	0.330	0.320
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.431	0.432	0.433
Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0.574	0.544	0.484
NaCl	0.760	0.754	0.747

### 3.5.1.1. Modelado matemático de las isotermas de sorción de agua y comparación estadística

La relación entre el contenido de humedad de equilibrio ( $W_c$ ) y el  $a_w$  del arazá liofilizado con MD o GA se predijo utilizando el modelo de GAB (Guggenheim-Anderson-de Boer; **Ec. 2.12**; Demarchi y col., 2014).

$$W_c = \frac{W_m K C a_w}{(1 - K a_w)(1 - K a_w + C K a_w)} \quad (\text{Ec. 2.12})$$

$W_c$  (kg H<sub>2</sub>O (kg m.s)<sup>-1</sup>) y  $W_m$  (kg H<sub>2</sub>O (kg m.s)<sup>-1</sup>) representan las humedades de equilibrio y de monocapa respectivamente; mientras **C** y **K** son las constantes del modelo (Vega-Gálvez y col., 2009).

Los parámetros se estimaron usando una regresión no lineal de los datos experimentales con el programa Origin Pro v 8.0 (OriginLab Corp., Northhampton, MA USA). La bondad de ajuste del modelo se evaluó con el módulo de desviación relativa media (% E; **Ec. 2.13**).

$$\%E = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^n \frac{[W_{ci} - W_{cpi}]}{W_{ci}} \quad (\text{Ec. 2.13})$$

"n" representa el número de observaciones, mientras que  $W_{ci}$  y  $W_{cpi}$  son los contenidos de humedad en equilibrio experimental y predicho respectivamente. Lomauro y col. (1985b) informaron que  $\% E < 10$  podrían considerarse como indicativo de buen ajuste.

En el caso de la ecuación de GAB, Lewicki (1997) informó que para una adecuada descripción del comportamiento sigmoideal y para asegurar que la diferencia entre los valores de  $W_c$  reales y predichos sea menor al 15%; los valores de  $K_{GAB}$  y  $C_{GAB}$  deben cumplir las siguientes condiciones:

$$0.24 < K_{GAB} \leq 1 \text{ y } 5.67 \leq C_{GAB} \leq \infty$$

### 3.5.2. Propiedades termodinámicas

#### 3.5.2.1. Calor total de sorción, calor isostérico neto y entropía diferencial

El calor isostérico neto ( $q_{stn}$ ;  $\text{kJ mol}^{-1}$ ), el calor total de sorción ( $Q_{st}$ ,  $\text{kJ mol}^{-1}$ ) y la entropía diferencial ( $\Delta S_d$ ;  $\text{kJ mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ) se calcularon a partir de los datos de equilibrio usando las siguientes ecuaciones (Al-Muhtaseb y col., 2004; Iglesias y Chirife, 1976; Telis-Romero y col., 2005; Ec. 2.14 – 2.15).

$$\ln a_w \Big|_{W_c} = \frac{\Delta S_d}{R} - \frac{q_{stn}}{RT} \quad (\text{Ec. 2.14})$$

$$Q_{st} = q_{stn} + \Delta H_{cond} \quad (\text{Ec. 2.15})$$

$a_w$  representa el valor predicho de la actividad de agua para un contenido de humedad de equilibrio específico ( $W_c$ );  $\Delta H_{cond}$  es el calor de condensación latente del agua libre ( $44.05 \text{ kJ mol}^{-1}$ ) calculado a la temperatura promedio entre 283 y 313°K (298°K),  $R$  es la constante universal de los gases ( $0.008314 \text{ kJ (mol } ^\circ\text{K)}^{-1}$ ) y  $T$  la

temperatura absoluta (°K).  $q_{stn}$  y  $\Delta S_d$  se calcularon a partir de la pendiente ( $-q_{stn}/R$ ) y la intersección ( $\Delta S_d/R$ ) de la gráfica  $\ln(a_w)$  vs  $1/T$  en cada  $W_c$ .

La relación de  $q_{stn}$  o  $Q_{st}$  con el contenido de humedad en equilibrio se determinó con la ecuación empírica exponencial propuesta por Tsami y col. (1990); (Ec. 2.16 - 2.17).

$$q_{stn} = q_0 e^{\left(\frac{-W_c}{W_0}\right)} \quad (\text{Ec. 2.16})$$

$$Q_{st} = q_0 e^{\left(\frac{-W_c}{W_0}\right)} + \Delta H_{cond} \quad (\text{Ec. 2.17})$$

Donde  $q_0$  representa el calor isostérico neto (kJ/mol) de la primera molécula de agua y  $W_0$  el contenido de humedad característico del alimento (kg agua/kg m.s (materia seca)).

### 3.5.2.2. Teoría de la compensación. Relación entre la entalpía y la entropía.

La teoría de la compensación entalpía-entropía propone una relación lineal entre  $q_{stn}$  y  $\Delta S_d$  de acuerdo a la siguiente **ecuación 2.18** (Beristain y col., 1996).

$$q_{stn} = \Delta S_d T_\beta + \Delta G_\beta \quad (\text{Ec 2.18})$$

donde  $T_\beta$  es la temperatura isocinética (°K) y representa la temperatura a la cual todas las reacciones suceden a la misma velocidad, y  $\Delta G_\beta$  es la energía libre de Gibbs (kJ mol<sup>-1</sup>) a  $T_\beta$ . Ambos parámetros se estimaron mediante regresión lineal de la **ecuación 2.18** utilizando los valores de  $q_{stn}$  y  $\Delta S_d$  calculados previamente.

Krug y col. (1976) concluyeron que una compensación química de tipo lineal requiere que  $T_\beta$  sea diferente de la temperatura armónica media ( $T_{hm}$ ; **Ec 2.19**), definida como:

$$T_{hm} = \frac{n}{\sum_{i=1}^n (1/T)} \quad (\text{Ec 2.19})$$

$n$  = número total de isotermas

### 3.5.3. Determinación de la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ )

Para determinar la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), las muestras (5–10 mg), colocadas en cápsulas de aluminio de DSC (TA Instruments; EE. UU.), se equilibraron en humedades relativas entre 11 y 76% a 20°C. Las muestras equilibradas se sellaron herméticamente, se pesaron en una balanza analítica y se escanearon con un calorímetro diferencial de barrido (DSC, Q-100 TA 5000; TA Instruments; U.S.A) usando una capsula vacía como referencia. La velocidad de calentamiento fue de 10°C/min y la temperatura varió de -20°C a 120°C. Para cada muestra se realizaron dos corridas con el propósito de reducir la entalpía de relajación del polvo amorfo, mejorando la precisión de la medición de la  $T_g$  en el termograma de DSC.

Las temperaturas de inicio ( $T_g$  I), media ( $T_g$  onset), y final ( $T_g$  F) se determinaron por duplicado con el software TA Universal Analysis 2000 (TA Instruments Waters LLC, EE.UU).

La relación entre el contenido de agua del polvo y la  $T_g$  se predijo mediante la ecuación de Gordon –Taylor (Ec. 2.20; Gordon y Taylor, 1953) considerando  $T_g = T_g$  onset.

$$T_g = \frac{X_s + kX_w T_{gw}}{X_s + kW_w} \quad (\text{Ec 2.20})$$

$X_s$  y  $X_w$  representan las fracciones de sólido y de agua (kgH<sub>2</sub>O/kg m.s),  $T_{gw}$  y  $T_{gs}$  (°C) son las temperaturas de transición vítrea de la matriz anhidra y del agua (-135°C) respectivamente, y  $k_{GT}$  corresponde a la constante del modelo relacionado con la interacción matriz/agua (Tonon y col., 2009).

Los parámetros de la **ecuación 2.20** se calcularon mediante análisis de regresión no lineal con los programas OriginPro v 8.0 (OriginLab Corp., Northhampton, MA USA) y Systat 12 (Systat Software Inc; San Jose, CA USA). El ajuste del modelo a los datos experimentales se evaluó con el módulo de desviación relativa media (%E) y el coeficiente de determinación ( $R_{adj}^2$ ).

Los valores críticos del contenido de humedad ( $CW_c$ ) y de la actividad acuosa ( $Ca_w$ ) correspondientes a la transición vítrea/gomosa a 20°C se determinaron según lo descrito por Tonon y col. (2009) donde se relacionó la  $T_g$ , el contenido de agua en el producto y  $a_w$ .

#### **3.5.4. Determinación de la microestructura mediante microscopía electrónica de barrido (SEM)**

La microscopía electrónica de barrido (SEM: Scanning electron microscopy) permite estudiar las características microestructurales de la superficie de diferentes materiales. Su alta resolución (de 20 a 50 Å) y gran profundidad de foco (aproximadamente entre 100 y 1000 veces mayor que la de un microscopio óptico a la misma magnificación) brinda imágenes con apariencia tridimensional. En alimentos en polvo, las imágenes SEM pueden detallar la forma de las partículas y el aspecto de la superficie (Kang y col., 2013).

El microscopio está compuesto por un sistema de vacío, la columna de electrones, la cámara porta muestras y el sistema de adquisición y procesamiento de imágenes y emplea un haz de electrones en lugar de uno de luz para formar la imagen. En algunos casos es necesario cubrir las muestras con una capa delgada de carbón u oro para proporcionar características conductoras.

La microestructura de los polvos se analizó con un microscopio FEI Quanta con un voltaje de aceleración de 20 kV en condiciones de alto vacío (Deladino y col., 2007). Las muestras se recubrieron con una capa de oro (40–50 nm).

### 3.6. Almacenamiento

Para analizar el efecto del tiempo y su interacción con el tipo de coadyuvante (MD o GA) en la concentración de antioxidantes, la composición polifenólica, la actividad antiradicalaria (ARA) y la capacidad de reducción del  $\text{Fe}^{+3}$  (FRAP), las muestras, envasadas en frascos color ámbar, se almacenaron durante 90 días a 20°C utilizando los valores de  $\text{RH}/a_w$  que proporcionaban máxima estabilidad a todas las propiedades obtenidas previamente.

La retención del contenido y actividad antioxidantes (RY) durante el almacenamiento se analizó usando la ecuación de Weibull (Ec. 2.21, Ec. 2.22; Oms-Oliu y col., 2009).

$$\text{RY}_t = \text{RY}_0 \exp(-(kt)^\gamma) \quad (\text{Ec. 2.21})$$

$$\text{RY}_t = \text{RY}_0 - (\text{RY}_0 - \text{RY}_f) \exp(-(kt)^\gamma) \quad (\text{Ec. 2.22})$$

$$\text{RY}_t = Y/Y_0 \quad (\text{Ec. 2.23})$$

$\text{RY}_t$  representa la fracción de la propiedad  $Y$  (PT, FT, CT, AA, ARA, FRAP) retenida a  $t$  días,  $\text{RY}_0$  y  $\text{RY}_f$  corresponden a los valores de RY a 0 y 90 días mientras que  $k$  ( $\text{días}^{-1}$ ) y  $\gamma$  son las constantes cinéticas y de forma respectivamente.

Los parámetros de las ecuaciones (Ecs. 2.21; 2.22) se determinaron mediante análisis de regresión con el software OriginPro v8.0. Los criterios de selección del modelo fueron  $R^2_{\text{adj}}$  máximo y el error de los parámetros mínimo.

### 3.6.1. Composición de polifenoles

La composición de polifenoles se determinó siguiendo el protocolo descrito por Soares y col. (2019) en un HPLC Waters Modelo 6000 A (Milford, MA, EEUU) equipado con un detector de arreglo de diodos (DAD) y una columna C-18 AltexUltrasphere™ - ODS (250 mm × 4,6 mm de diámetro, 5 μm de tamaño de pieza).

La identificación de los compuestos se realizó comparando sus espectros DAD y tiempos de retención con los de los estándares comerciales (ácidos cafeico (CAF), cinámico (CIN), clorogénico (CL), cumarico (COU) trans-ferúlico (tFER), galico (GA)) y Trihidrato de rutina (R<sub>3</sub>H<sub>2</sub>O; Sigma-Aldrich, Argentina) y con información de literatura (Soares y col., 2019).

### 3.7. Biodigestibilidad in-vitro

El efecto de la digestión gastrointestinal en la concentración de bioactivos y en la actividad antioxidante (ARA, FRAP) de AMD y AGA se analizó siguiendo el protocolo descrito por Chiang y col. (2013) (**Figura. 2.6**).

Las muestras se reconstituyeron en agua mili-Q (1:10) y se homogenizaron con agitación constante por 5 minutos.

El ensayo consta de 2 etapas secuenciales: una digestión gástrica (Pepsina/HCl pH=2.5) seguida por una digestión intestinal (pancreatina/sales biliares pH = 8) utilizando enzimas activas ( $G_{act}/GI_{act}$ ).

2.5 ml del polvo reconstituido se mezclaron con 2.5 ml de una solución de pepsina (3200 und/ml) acidificada con ácido clorhídrico 1N a pH 2.5 y se incubaron durante 60 min a 37°C y 130 rpm.

La etapa de digestión gástrica se detuvo subiendo el pH a 6.5 con NaOH 1N. Entonces, se adicionó una solución concentrada de jugo intestinal simulado (Pancreatina

porcina 10mg/ml, sales biliares 20mg/ml), se ajustó el pH a 7.5 con NaOH 1N y se incubó durante 120 min a 37°C y 130 rpm. Las soluciones obtenidas se centrifugaron a 13000 rpm por 10 minutos a 25°C. Las mediciones del contenido de bioactivos (PT, FT, CT) y de actividad antioxidante (ARA, FRAP) se realizaron en el sobrenadante previamente filtrado con membrana de nylon de poro 0.45 µm.

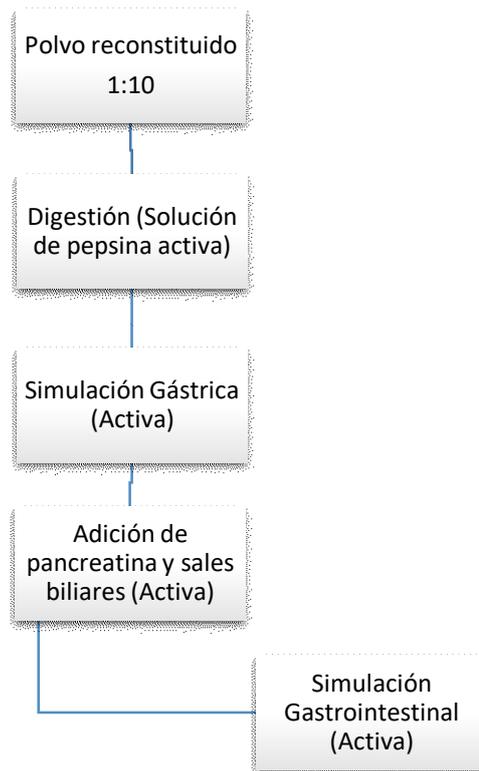


Figura 2.6. Digestión gastrointestinal in-vitro

La bioaccesibilidad (%) se calculó aplicando la siguiente ecuación (Ec. 2.24):

$$\text{Bioaccesibilidad (\%)} = (a/b) \cdot 100 \quad (\text{Ec. 2.24})$$

Siendo (a) el contenido antioxidante en el sobrenadante de cada fase (mg antioxidante/g polvo) y (b) contenido inicial de antioxidante en el polvo (mg antioxidante/g polvo).

### 3.8. Análisis estadístico

Los resultados se expresaron como “promedio  $\pm$  la desviación estándar” de por lo menos 3 replicados. El efecto de la temperatura, tipo de “carrier” y actividad de agua ( $a_w$ ) en el color, concentración y actividad antioxidante se analizaron mediante análisis de varianza (ANOVA) mientras que el grado de significancia de la comparación de medias se determinó con la prueba de Tukey a  $P < 0.05$ , (Infostat v. 2013, Grupo InfoStat, FCA, Argentina).

## 4. Resultados y discusión

En una caracterización visual se observó que la pulpa de arazá presentó una textura pastosa y fluida que permitió la mezcla con maltodextrina (MD) o goma arábica (GA). La pulpa presentó un color amarillo intenso tal como se evidencia en la **Figura 2.7**.



**Figura 2.7.** Pulpa de arazá homogenizada

Las muestras liofilizadas usando 0 (A/Lio) o 2.5% de maltodextrina (AMD) o goma arábica (AGA) tenían una textura gomosa con valores  $a_w$  de 0.36 y 0.13 respectivamente, causadas probablemente por un nivel insuficiente de “carrier” y/o gelificación de las pectinas presentes en la fruta (Zambrano-Alcívar, 2014). En contraste, las muestras con 5% de contenido de coadyuvante tuvieron buenas propiedades de flujo

con  $a_w = 0.08-0.09$  (Tabla 2.2), por lo tanto, esta concentración se seleccionó para el resto de los experimentos.

#### 4.1. Caracterización inicial de los liofilizados

La Tabla 2.2 muestra las propiedades fisicoquímicas de los polvos liofilizados de arazá con maltodextrina (AMD), goma arábica (AGA) y sin aditivos (ALio) sin equilibrar.

Tabla 2.2 Caracterización fisicoquímica inicial de los liofilizados de arazá

Parámetros iniciales	Tipo de muestra			
	AMD/AGA	ALio	AMD	AGA
H (%)	3.03±0.19	32.65±0.27		
$a_w$	0.09±7x10 <sup>-3</sup>	0.36±0.02		
L*	85.35±2.03			
IS	34.12±1.19			
AH		86.23±0.12 <sup>a</sup>	93.24±0.27 <sup>b</sup>	86.23±0.12 <sup>a</sup>
PT		107.93±0.53 <sup>c</sup>	99.72±0.79 <sup>b</sup>	92.36±0.34 <sup>a</sup>
FT		19.49±1.08 <sup>c</sup>	18.05±1.21 <sup>bc</sup>	15.91±0.48 <sup>a</sup>
CT		47.04±1.60 <sup>c</sup>	45.98±1.03 <sup>bc</sup>	38.83±0.43 <sup>a</sup>
AA	92.76±0.28	97.28±0.25		
ARA (%)	71.19±2.50	77.32±1.83		
FRAP	1306.96±6.22	1455.65±12.74		

ALio: Arazá liofilizado sin carrier; AMD: Arazá + maltodextrina liofilizado; AGA: Arazá + goma arábica liofilizada; H%: Porcentaje de humedad;  $a_w$ : Actividad acuosa; L\*: Luminosidad; IS: Índice de saturación; AH: Angulo de matiz; PT: polifenoles totales (mg EAG (eq de ácido gálico\*g m.s)<sup>-1</sup>); FT: flavonoides totales (mg CAT (eq de catequina\*g m.s)<sup>-1</sup>); CT: carotenoides totales (mg de  $\beta$ -caroteno eq\*g m.s)<sup>-1</sup>); AA: Ácido ascórbico (mg AA\*100 g m.s<sup>-1</sup>). ARA: Actividad antiradical; FRAP: Poder reductor del hierro ( $\mu$ M Fe<sup>+2</sup>\*g m.s<sup>-1</sup>). \* Supraíndices con diferente letra en la misma fila son significativamente diferentes (P < 0.05; Tukey)

El análisis estadístico indicó que el tipo de “carrier” (MD/GA) no influyó (P > 0.05) en el contenido humedad (H), la actividad de agua ( $a_w$ ), la luminosidad (L\*), el índice de saturación (IS), así como el contenido de ácido ascórbico (AA), la actividad antiradical (ARA) y la capacidad de reducción del Fe<sup>+3</sup>.

Por otro lado los resultados indicaron que:

FT/CT (AMD)  $\approx$  FT/CT (ALio) ( $P > 0.05$ ),

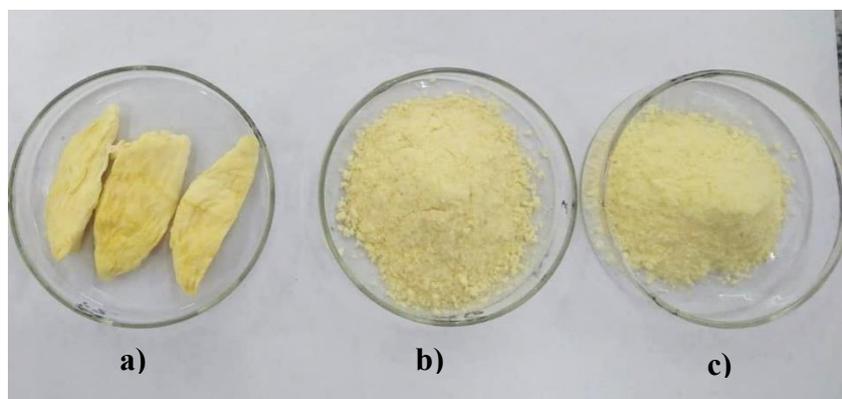
AH (AGA)  $\approx$  AH (ALio) ( $P > 0.05$ )

por lo tanto, los resultados individuales de las propiedades fueron reemplazados por sus promedio (**Tabla 2.2**).

Por otra parte, los valores de actividad acuosa ( $a_w$ ), el contenido de humedad (H%), los polifenoles (PT), ácido ascórbico (AA) y actividad antioxidante (ARA-FRAP) eran mayores en ALio que AMD y AGA (**Tabla 2.2**;  $P < 0.05$ ).

Los valores de actividad de agua ( $a_w$ ) en los polvos AGA y AMD estuvieron dentro del rango recomendado por Labuza y Altunakar (2007) para preservar la estabilidad bioquímica y la seguridad microbiológica ( $a_w < 0.25$ ).

La **Figura 2.8** muestra macroscópicamente la estructura del arazá después de ser liofilizado.



**Figura 2.8.** Pulpa de arazá procesada por liofilización **a)** sin “carrier” (ALio), **b)** con goma arábica (AGA), **c)** con maltodextrina (AMD)

Las muestras AMD y AGA presentaron estructuras particuladas, no así para ALio el cual presentó una estructura de goma o pegajosa, ya que hay mayor cantidad de agua interactuando en su estructura que no pudo ser removida durante el proceso.

Propiedades físicas como los sólidos solubles totales (SST), pH, la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) y solubilidad así como las propiedades de flujo (ángulo de reposo, índice de Hausner, higroscopicidad y grado de apelmazamiento) solo se midieron en los polvos AMD y AGA (**Tabla 2.3**). En estos casos tanto las propiedades de flujo (ángulo de reposo, índice de Hausner) como la solubilidad, sólidos solubles totales, azúcares totales y reductores eran independientes del tipo de carrier así que los valores individuales se reemplazaron por sus respectivos promedios

**Tabla 2.3.** Características fisicoquímicas y de flujo de los polvos con AMD y AGA

Parámetros iniciales	Parámetros iniciales			
	AMD/AGA	AMD	AGA	
Ángulo de reposo (°)	53.19±3.83	Hig (%)	22.32±0.06 <sup>a</sup>	25.53±0.23 <sup>b</sup>
Índice de Hausner (Ha)	1.39±0.22	GC (%)	51.54±2.14 <sup>a</sup>	56.51±0.91 <sup>b</sup>
Solubilidad (Sol %)	81.01±1.34	$T_g$ (°C)	116.89±3.33 <sup>b</sup>	99.12±0.041 <sup>a</sup>
SST (°Brix)	7.75±0.07	pH	2.79±0.03 <sup>a</sup>	2.93±0.03 <sup>b</sup>
Azúcares Totales	5.55±0.02			
Azúcares Reductores	3.32±0.01			

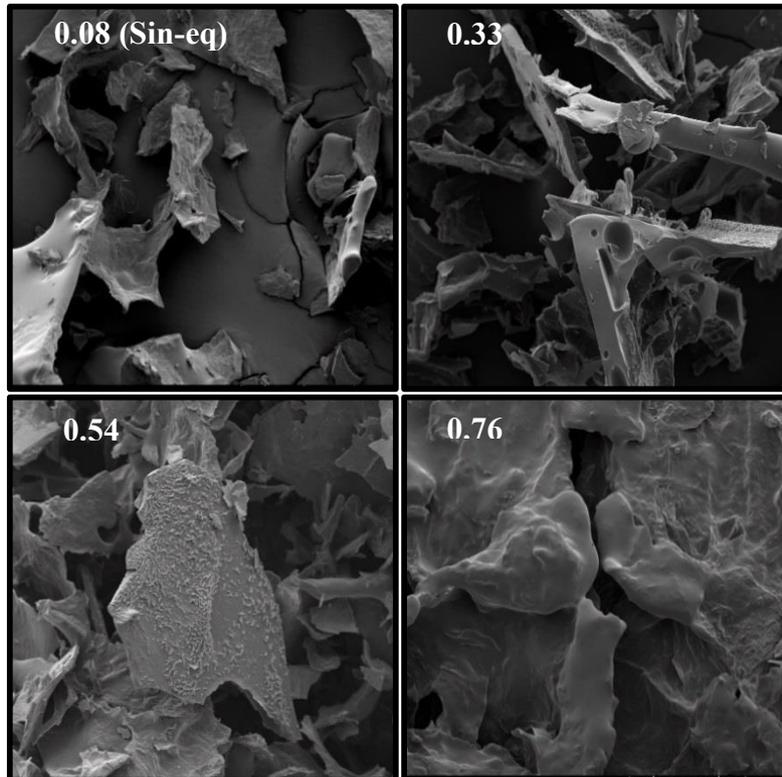
AMD: Arazá + maltodextrina; AGA: Arazá + goma arábiga; SST: Sólidos solubles totales; Hig: Higroscopicidad; GC: Grado de apelmazamiento;  $T_g$ : Temperatura de transición vítrea; pH: Potencial de hidrógenos. \*; Supraíndices con diferente letra en la misma fila son significativamente diferentes ( $P < 0.05$ ; Tukey)

La UPS “United States Pharmacopeia Convention” (2012) y Geldart y col. (2006) informaron que los polvos con ángulos de reposo mayores a 50° o con un índice de Hausner mayor que 1.5 tienen problemas de flujo durante el procesamiento. Aunque el ángulo de reposo de las muestras fue 6.4% mayor que el límite (50°), la diferencia no fue significativa ( $P > 0.05$ ); por otro lado los valores del índice de Hausner (**Tabla 2.3**) de ambas muestras también cumplieron con las condiciones de Geldart y col. (2006)  $Ha < 1.5$ ), lo que indica que la fluidez de las muestras fue aceptable para fines de producción.

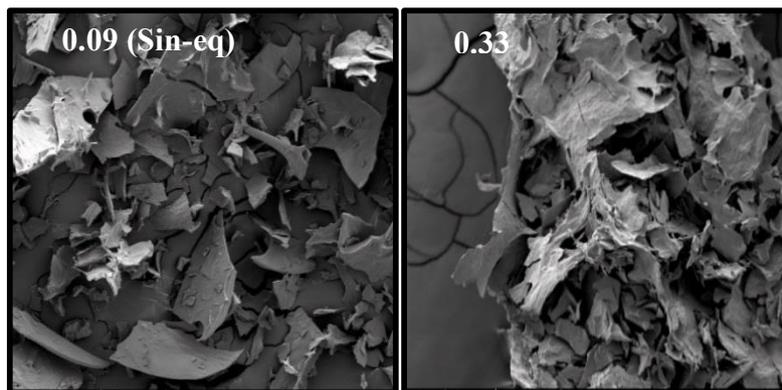
Las microestructuras de AGA y AMD antes de ser equilibradas (**Figura 2.9a, b**) fueron consistentes con las bajas humedades en las muestras, ya que las formas y tamaños

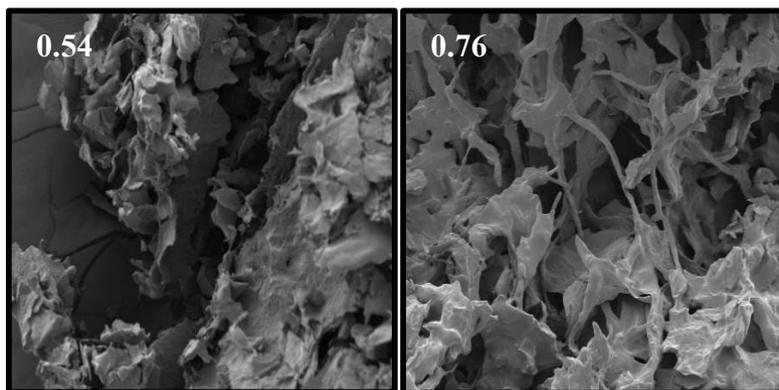
de las partículas eran altamente irregulares con bordes afilados y superficies arrugadas, lo que sugiere una ausencia de aglomeración, aunque las partículas de AGA eran más grandes y gruesas.

a)



b)





**Figura 2.9.** Efecto de la actividad acuosa ( $a_w$ ) en la microestructura en muestras liofilizadas (a) AMD y (b) AGA. Los valores de  $a_w$  se indican en la esquina superior izquierda de cada imagen. Sin-eq: muestras no equilibradas.

Juliano y Barbosa-Cánovas (2010) concluyeron que la fluidez de los polvos dependía del tamaño de las partículas, la forma y las características de la superficie. En comparación con las partículas redondas lisas, aquellas con tamaños más pequeños, formas irregulares y superficies ásperas tienen más puntos de contacto entre partículas causando un aumento en la cohesividad y una menor capacidad de flujo (Juliano y Barbosa-Cánovas, 2010). La forma escamosa irregular de AMD y AGA y las superficies rugosas (**Figura 2.9 a, b**) cumplieron esta condición, por lo que su comportamiento de flujo podría explicarse parcialmente por su morfología.

Los niveles de higroscopicidad (Hig) y de grado de apelmazamiento (GC) fueron mayores en AGA que en AMD, debido posiblemente al alto contenido de grupos hidrofílicos en la goma arábica. De acuerdo con el GEA Niro “Research Laboratory”. (2003), los valores de higroscopicidad (Hig) y de grado de apelmazamiento (GC) indicaron que las muestras fueron muy higroscópicas y propensas a apelmazarse. Ambos productos presentaron temperaturas altas de transición vítrea ( $T_g$ ), debido probablemente al bajo contenido de azúcares en el arazá y al efecto de los coadyuvantes (**Tabla 2.3**). Tonon y col. (2009) informaron resultados similares para el açaí secado por aspersión con 6% de MD.

#### 4.2. Isotermas de adsorción de humedad

La Figura 2.10 muestra el efecto de la temperatura (10, 20 y 40°C) y del tipo de “carrier” en las isotermas de sorción de los polvos liofilizados de arazá. (AMD; Figura 2.10a) y goma arábica (AGA; Figura 2.10b).

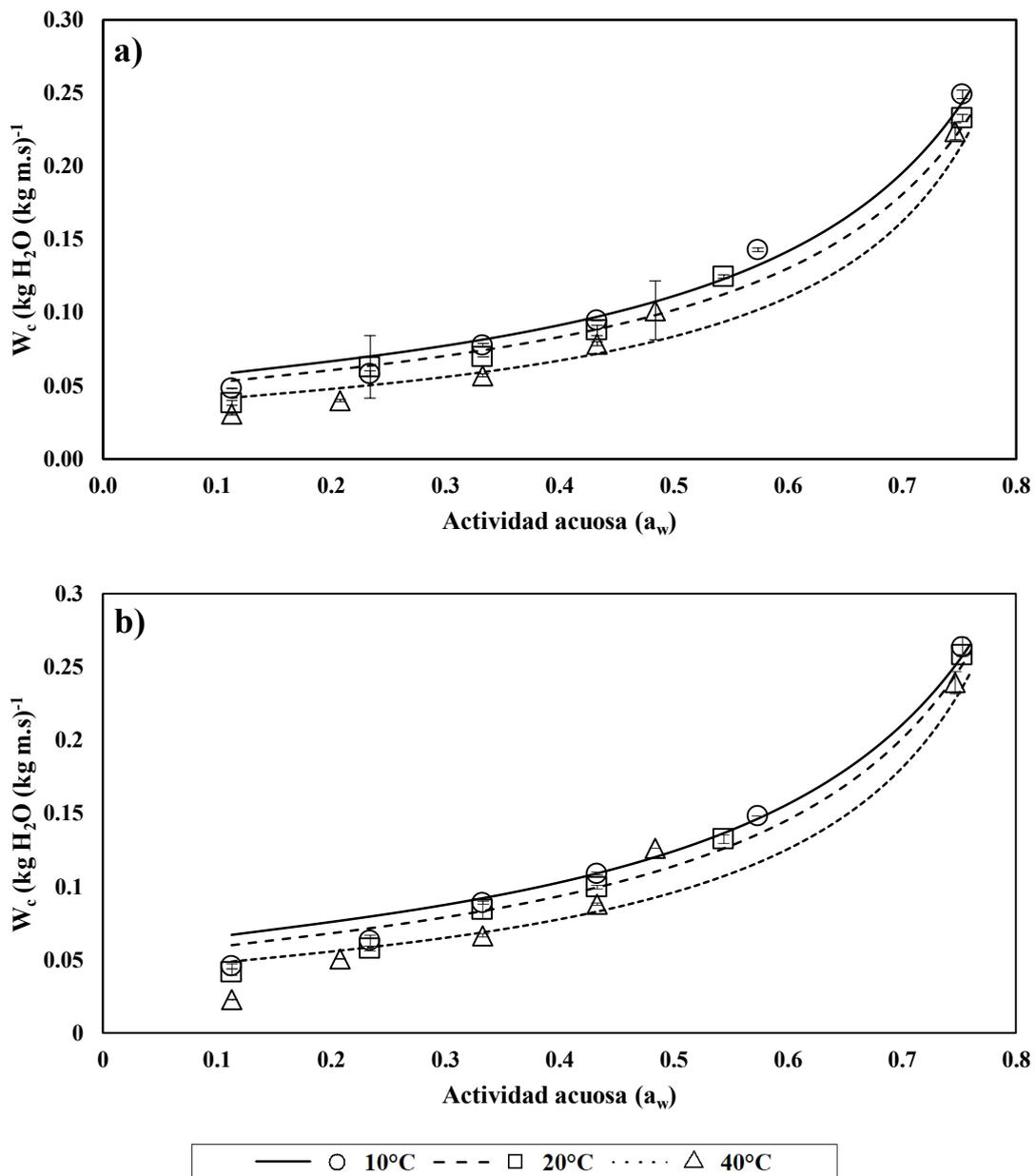


Figura 2.10. Influencia de la temperatura en las isotermas de sorción de AMD (a) y AGA (b). Las líneas representan el contenido de humedad de equilibrio predicho y los símbolos los resultados experimentales

La comparación entre las isotermas de AMD (**Figura. 2.10a**) y AGA (**Figura. 2.10b**) indicó que a 20 y 40°C y  $a_w$  entre 0.11- 0.33 el contenido de humedad de equilibrio ( $W_c^{AMD/AGA}$ ) fue similar ( $(P > 0.05)$ ;  $0.053 \text{ kg H}_2\text{O (kg m.s)}^{-1}$ ). Sin embargo, a 10°C  $W_c^{AMD}$  se mantuvo estable hasta una actividad de agua de 0.43, mientras que el comportamiento de  $W_c^{AGA}$  fue similar al observado a temperaturas más altas. Para actividades acuosas de 0.43 ó 0.76 los efectos de la temperatura o del tipo de “carrier” no fueron significativos ( $P > 0.05$ ), los valores medios del contenido de humedad de equilibrio en los polvos fueron: 0.13 y 0.25  $\text{kg H}_2\text{O (kg d.m)}^{-1}$  para un  $a_w$  de 0.43 y 0.76 respectivamente.

La **Figura 2.10 (a y b)** muestra los resultados de las isotermas de sorción predichos por el modelo de GAB. Los valores de  $R^2$  y E% (**Tabla 2.4**) indicaron que el ajuste del modelo a los datos fue bueno y satisfizo los criterios de bondad de ajuste propuestos previamente ( $E < 10$ ; Lomauro y col., 1985b). Como  $K \approx 1$  ( $P > 0.05$ ), las recomendaciones de Lewicki (1997) respecto de los rangos de validez de los valores de K y C (**Sec. 3.5.1.1**) también se cumplieron.

**Tabla 2.4.** Parámetros de regresión y test estadístico ( $R^2$ ; %E) predichos mediante el modelo de GAB para AGA y AMD a 10, 20 y 40°C

Parámetros	10°C		20°C		40°C	
	AGA	AMD	AGA	AMD	AGA	AMD
$W_m$	0.06	0.05	0.05	0.05	0.04	0.03
K	1.02	1.03	1.05	1.04	1.07	1.09
C	200	200	200	200	200	200
$R^2$	0.91	0.97	0.98	0.97	0.96	0.98
E%	6.63	5.64	6.39	4.94	5.95	5.09

AMD: Arazá + maltodextrina; AGA: Arazá + goma arábica;  $W_m$ : Humedad de la monocapa ( $\text{kg H}_2\text{O (kg m.s)}^{-1}$ ); K: Factor relacionado con el calor de sorción multicapa; C: Constante de GAB;  $R^2$ : Coeficiente de correlación; E%: Error relativo medio

Los contenidos de humedad de monocapa ( $W_m$ ) representan el nivel de humedad correspondiente a la estabilidad óptima de los alimentos (Orjuela-Palacio y Lanari, 2016). Labuza y Ball (2002) concluyeron que para  $W_m > 0.1 \text{ kg H}_2\text{O (kg m.s)}^{-1}$  la estabilidad de los alimentos deshidratados puede estar comprometida. Los resultados mostraron que para todas las temperaturas, los valores de  $W_m$  predichos eran iguales o menores al límite anteriormente mencionado (**Tabla 2.4**), por lo tanto, los polvos tenían una buena estabilidad.

Los valores de  $W_m$  de AGA fueron superiores a los de AMD, lo que podría deberse al mayor contenido de grupos hidrofílicos en la estructura de GA en comparación con MD favoreciendo una mayor interacción soluto/sorbente (Silva y col., 2005). A su vez Pérez-Alonso y col. (2006) y Tonon y col. (2009) reportaron comportamientos similares en MD y GA puras o mezcladas con açai secados por aspersión.

Por otra parte, el incremento en la temperatura redujo los valores de  $W_m^{\text{AMD/AGA}}$  (**Tabla 2.4**) este fenómeno pueden estar relacionado con el tipo de moléculas y la combinación de los puntos hidrofílicos/hidrofóbicos. Caballero-Cerón y col. (2018) informaron un efecto similar en mango liofilizado.

#### 4.3. Propiedades termodinámicas

En concordancia con Vega-Gálvez y col. (2009), se detectó una fuerte reducción en  $Q_{st}$  a medida que aumentaron los niveles de  $W_c$  en ambas muestras (**Figura 2.11a**) que fueron satisfactoriamente predichos por la **ecuación 2.17** (Tsami y col., 1990). La **Tabla 2.5** muestra los parámetros de regresión obtenidos así como los valores de  $R^2$ .

Para todo el rango de humedad de equilibrio ( $W_c$ ),  $Q_{st}$  (AGA) fue mayor que  $Q_{st}$  (AMD) indicando que la unión del agua fue más fuerte en AGA que en AMD (**Figura 2.11a**). Los valores de  $Q_{st}$  ( $\text{kJ mol}^{-1}$ ) predichos para cada  $W_m$  ( $\text{kg H}_2\text{O (kg m.s)}^{-1}$ ) fueron:

- AMD: 73.29 (0.05), 80.41 (0.05) y 100.24 (0.03)
- AGA: 80.51 (0.06), 94.17 (0.05) y 72.10 (0.04)

Los valores entre paréntesis corresponden a los niveles de humedad de la monocapa (Tabla 2.4).

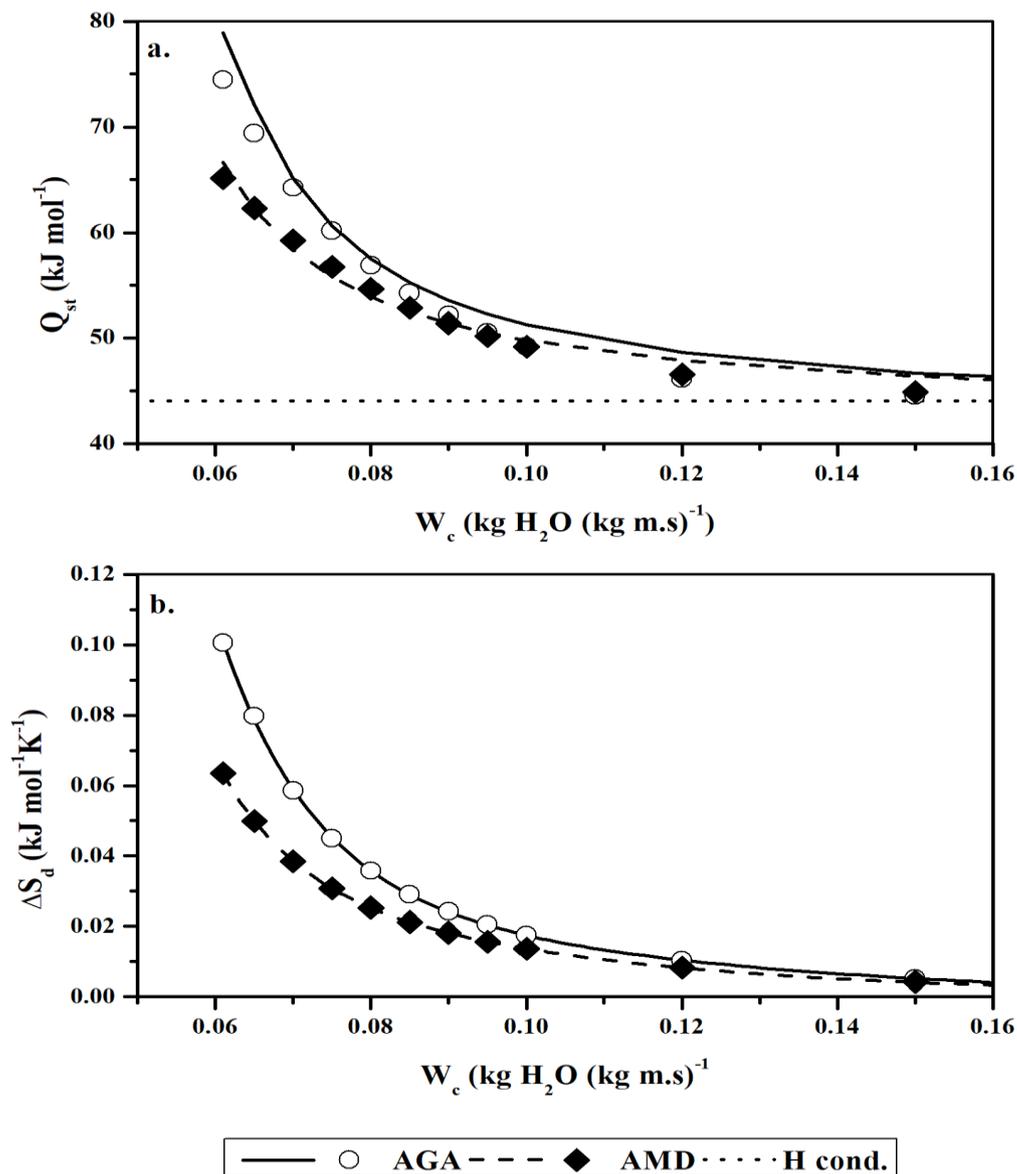


Figura 2.11. Efecto del contenido de humedad en equilibrio en AMD y AGA (a) calor de sorción ( $Q_{st}$ ) y (b) entropía diferencial ( $\Delta S_d$ ). Las líneas representan los valores de  $Q_{st}$  y  $\Delta S_d$  predichos por el modelo

El aumento de  $W_c$  de 0.04 (AGA) o 0.03 (AMD)  $\text{kg H}_2\text{O (kg m.s)}^{-1}$  a 0.07  $\text{kg H}_2\text{O (kg m.s)}^{-1}$  disminuyó  $Q_{st}$  en ambas muestras (43 - 48%). Este comportamiento fue esperado ya que parte de este rango corresponde a los contenidos de humedad de la monocapa donde la energía de enlace del sorbato/sorbente es muy alta (Telis-Romero y col., 2005).

Un incremento adicional de  $W_c$  (0.07 - 0.12  $\text{kg H}_2\text{O (kg m.s)}^{-1}$ ) disminuyó  $Q_{st}$  en ambas muestras aunque continuó siendo mayor que  $\Delta H_{con}$ , indicando que la energía de la interacción sorbato/sorbente es mayor que la existente entre las moléculas de agua favoreciendo la sorción multicapa (**Figura 2.11a**).

A valores de  $W_c$  entre 0.15 y 0.17  $\text{kg de H}_2\text{O (kg m.s)}^{-1}$ ,  $Q_{st}$  alcanzó un nivel asintótico similar a  $\Delta H_{cond}$  (**Figura 2.11a**) indicando que el límite del agua ligada en las muestras se encuentra dentro de este rango (Iglesias y Chirife, 1976).

La relación entre  $\Delta S_d$  y  $W_c$  de AMD y AGA fue satisfactoriamente modelada con la **Ec. 2.25 (Figura 2.11b; Tabla 2.5)**.

$$\Delta S_d = a^{(-bW_c)} \quad (\text{Ec. 2.25})$$

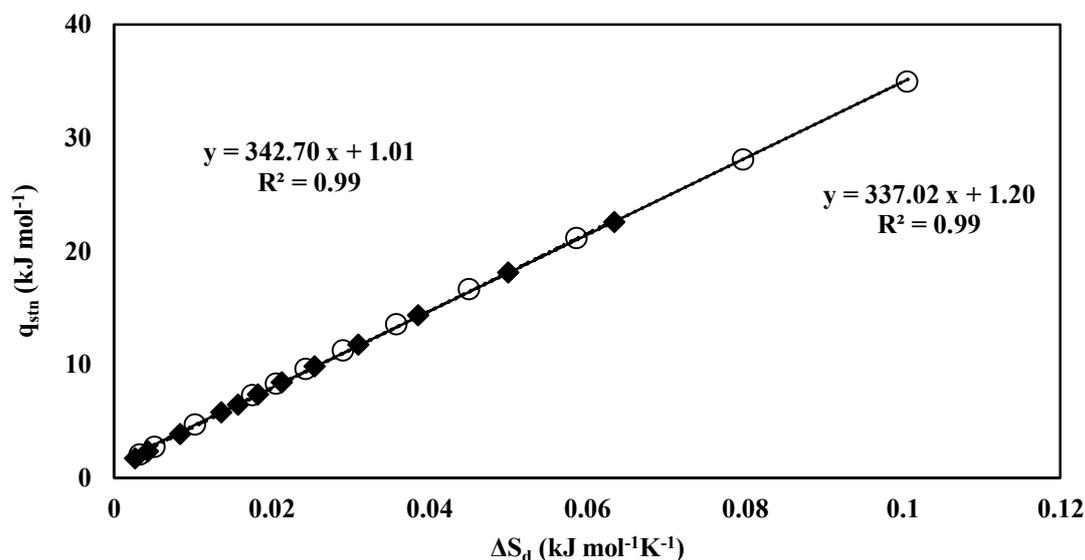
Para analizar la aplicabilidad de la teoría isocinética al proceso de adsorción de humedad de los polvos, la **ecuación 2.18** se ajustó a los valores de  $q_{stn}$  y  $\Delta S_d$  obtenidos (**Figura 2.12; Tabla 2.5**).

**Tabla 2.5.** Parámetros de regresión y coeficientes de correlación ( $R^2$ ) de las ecuaciones 2.17, 2.18 y 2.25

Parámetros	AGA	AMD
$q_0$ ( $\text{kJ mol}^{-1}$ )	486.47	192.96
$W_0$ ( $\text{kg H}_2\text{O (kg m.s)}^{-1}$ )	0.022	0.027
$R^2$	1	0.973
A	0.446	0.255
B	30.28	27.81
$R^2$	0.964	0.975
$T_\beta$ (K)	337.02	342.7
$\Delta G_\beta$ ( $\text{kJ mol}^{-1}$ )	1.203	1.016
$R^2$	0.999	0.999

AMD: Arazá + maltodextrina; AGA: Arazá + goma arábica;  $q_0$ : Calor isostérico neto de la primera molécula de agua;  $W_0$ : Primera molécula de agua;  $R^2$ : Coeficiente de determinación;  $T_\beta$ : Temperatura isocinética;  $\Delta G_\beta$ : Energía libre a  $T = T_\beta$ .

Para analizar la aplicabilidad de la teoría isocinética al proceso de adsorción de humedad de los polvos, la **ecuación 2.18** se ajustó a los valores de  $q_{\text{stn}}$  y  $\Delta S_d$  obtenidos (Figura 2.12; Tabla 2.5).



**Figura 2.12.** Regresión lineal entalpía-entropía de polvos liofilizados AMD y AGA

Las temperaturas isocinéticas para AMD ( $342.69 \pm 0.45^\circ\text{K}$ ) y AGA ( $337.02 \pm 0.62^\circ\text{K}$ ) fueron distintas ( $P < 0.05$ ) a la temperatura armónica media ( $295.81^\circ\text{K}$ ) utilizada en este estudio, satisfaciendo los requerimientos propuesto por Krug y col. (1976) para la aplicación de la teoría de la compensación lineal. Este hecho, combinado con los altos grados de linealidad obtenidos ( $R^2 > 0.99$ ) confirma la existencia de una compensación  $q_{\text{stn}}/\Delta S_d$ ; por lo tanto, la teoría isocinética es un medio válido, dentro de las condiciones experimentales usadas, para describir el mecanismo de adsorción de agua en ambas muestras.

Las muestras presentaron solamente una línea de compensación (**Figura 2.12**), por lo que no hay cambio de mecanismo dentro de las condiciones experimentales utilizadas en este estudio. Como ambas temperaturas isocinéticas eran más altas que la temperatura armónica media, la adsorción de humedad de AMD y AGA estaba controlada por la energía de las interacciones relacionadas a la composición química de las muestras (Leffler, 1955).

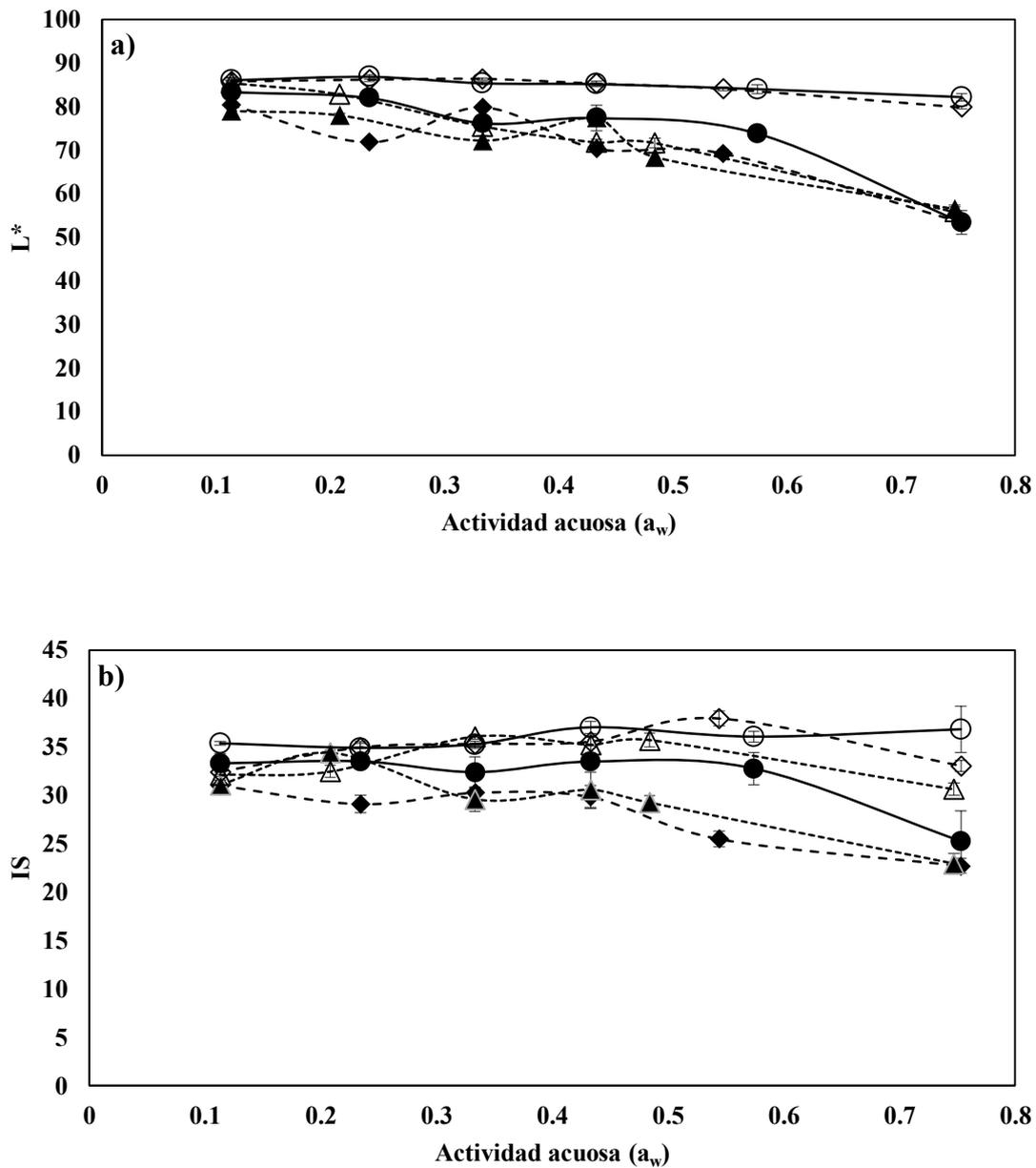
#### 4.4. Efectos de la temperatura, actividad acuosa y tipo de “carrier” en las propiedades fisicoquímicas de pulpa de arazá liofilizado

##### 4.4.1. Color

Las medidas de color mostraron que los polvos sin equilibrar presentaron diferencias ( $P < 0.05$ ) en el ángulo de matiz ( $AH^\circ$ ), pero valores similares en la luminosidad ( $L^*$ ) y el índice de saturación (IS) (**Tabla 2.2**;  $P > 0.05$ ).

La **Figura 2.13** presenta la relación entre (a) luminosidad ( $L^*$ ), (b) índice de saturación (IS) y (c) ángulo de matiz ( $AH$ ) frente a la actividad de agua ( $a_w$ ) en AGA y AMD a 10, 20 y  $40^\circ\text{C}$ . Los resultados mostraron que el uso de MD como “carrier” presentó ventajas con respecto al color del polvo, ya que en las mismas condiciones de

temperatura y actividad de agua ( $T/a_w$ ), AMD tuvo valores de  $L^*$ , IS y AH más altos ( $P < 0.05$ ) que AGA, indicando que el color del primero era más luminoso, amarillo y saturado que el del segundo.



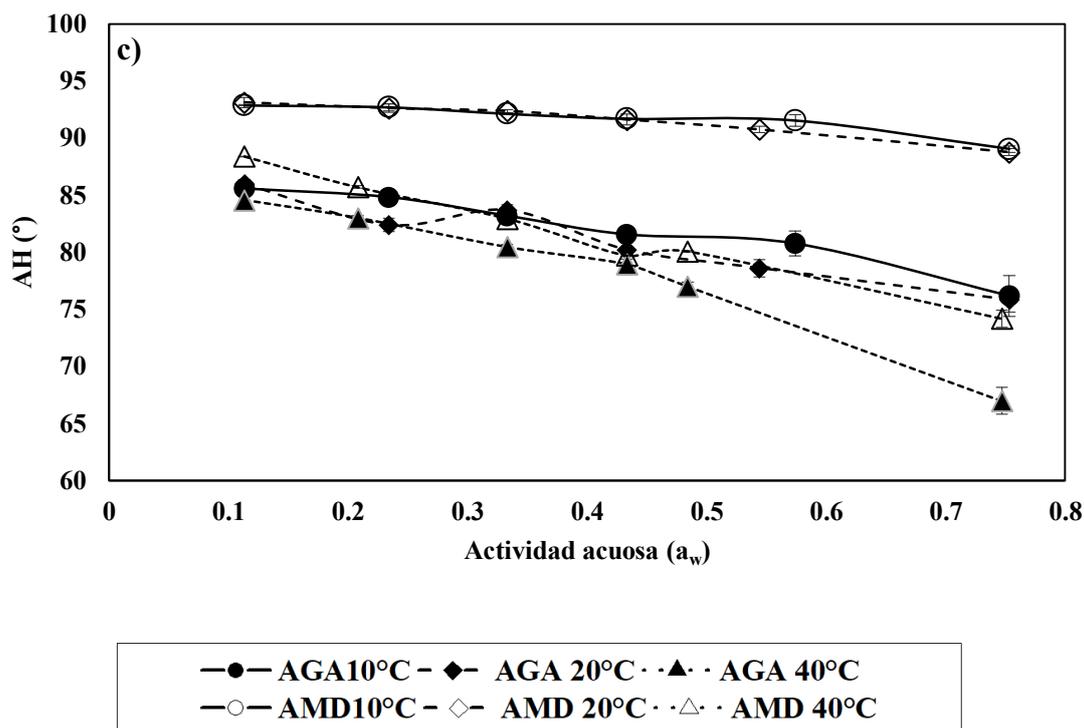


Figura 2.13. Influencia de la temperatura y la actividad de agua en la Luminosidad ( $L^*$ ; a), Índice de saturación (IS; b) y Ángulo de matiz ( $HA^\circ$ ; c) de muestras liofilizadas AGA y AMD

Para cada temperatura los incrementos iniciales de  $a_w$  no afectaron los atributos de color ( $P > 0.05$ ), la extensión de este período fue fuertemente dependiente de la temperatura y el tipo de “carrier” ( $P < 0.05$ ).

La **Tabla 2.6** muestra los rangos de actividad del agua correspondientes a los niveles más altos de  $L^*$ , IS y AH ( $P > 0.05$ ) y sus respectivos valores. Aunque a 10 y 20°C los intervalos de  $a_w$  para AMD fueron iguales o superiores a los de AGA, a 40°C las diferencias no fueron significativas ( $P > 0.05$ ) lo que sugiere que la influencia positiva de la maltodextrina no pudo compensar los efectos negativos de los incrementos de temperatura.

**Tabla 2.6.** Rangos de actividad acuosa ( $a_w$ ) correspondientes a los valores máximos de Luminosidad ( $L^*$ ); Índice de saturación (**IS**) y ángulo de matiz (**AH**)

Muestra	Temperatura °C	Rangos de $a_w$ /parámetros de color					
		$a_w$	$L^*$	$a_w$	IS	$a_w$	AH
AGA	10	0.11-0.23	82.68	0.11-0.54	33.09	0.11-0.33	85.21
	20	0.11-0.23	80.04	0.11-0.43	30.05	0.11-0.33	84.03
	40	0.11-0.23	78.44	0.11-0.43	31.41	0.11	84.58
AMD	10	0.11-0.54	85.47	0.11-0.76	35.88	0.11-0.54	92.20
	20	0.11-0.54	85.02	0.11-0.43	35.24	0.11-0.43	92.43
	40	0.11-0.23	84.07	0.11-0.43	33.53	0.11	88.49

AMD: Arazá + maltodextrina; AGA: Arazá + goma arábica

Las combinaciones de actividad acuosa/temperatura necesarias para prevenir los efectos indeseables producidos por la sorción de humedad fueron:

#### AGA

- 10/20°C  $a_w \leq 0.23$
- 40°C  $a_w \leq 0.11$

#### AMD

- 10°C  $a_w \leq 0.57$
- 20°C  $a_w \leq 0.43$
- 40°C  $a_w \leq 0.11$

El uso de maltodextrina (MD) en lugar de goma arábica (GA) extendió el intervalo de  $a_w$  correspondiente a los mejores atributos de color de 0.23 (10/20°C) a 0.54 (10°C) o 0.43 (20°C).

#### 4.4.2. Solubilidad

Las solubilidades de AMD y AGA en agua sin equilibrar fueron: 81.96%±0.38 y 80.06%±0.12 respectivamente; el efecto del “carrier” no fue significativo ( $P > 0.05$ ).

La **Figura 2.14** representa la influencia de la actividad acuosa en la solubilidad en agua a 4°C de AMD y AGA.

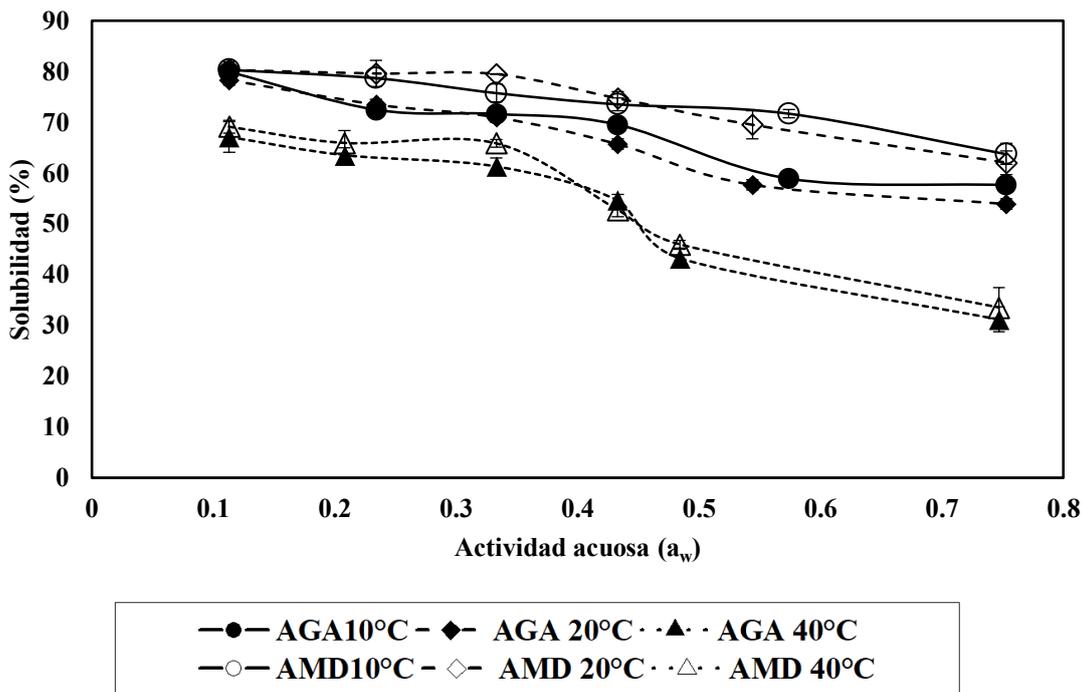


Figura 2.14. Efecto de la temperatura y la actividad de agua en la solubilidad en agua a 4°C de muestras liofilizadas AGA y AMD

Los resultados experimentales mostraron que el incremento de  $a_w$  de los valores iniciales (Tabla 2.3) a 0.11 no modificó ( $P > 0.05$ ) la solubilidad de las muestras equilibradas a 10/20°C, sin embargo, aumentos adicionales (0.23-0.76) ocasionaron pérdidas significativas ( $P < 0.05$ ). Este comportamiento podría deberse a que la absorción de agua aumenta el contenido de partículas cristalinas de menor solubilidad y disolución más lenta (Yu, 2001).

Los resultados experimentales mostraron que a 10/20°C y actividades de agua entre 0.23-0.76, la solubilidad de AMD era 5.5-13% más alta ( $P < 0.05$ ) que la de AGA; esta diferencia podría deberse a que la maltodextrina es más soluble que la goma arábica (Cano-Chauca y col., 2005).

El aumento de la temperatura de equilibrado a 40°C ocasionó una pérdida de solubilidad entre 15 - 46% en los dos polvos; en estas condiciones ambas muestras

alcanzaron valores similares ( $P > 0.05$ ) mostrando que la influencia positiva de la maltodextrina fue compensada por la alta temperatura.

El orden de solubilidad decreciente para cada polvo fue:

$$\text{AMD}^{10^{\circ}\text{C}} \approx \text{AMD}^{20^{\circ}\text{C}} > \text{AGA}^{10^{\circ}\text{C}} \approx \text{AGA}^{20^{\circ}\text{C}} \gg \text{AMD}^{40^{\circ}\text{C}} \approx \text{AGA}^{40^{\circ}\text{C}}$$

Al igual que en el color, el uso de maltodextrina como “carrier” extendió el límite de  $a_w$  correspondiente a la solubilidad máxima a las 3 temperaturas de 0.11 a 0.33. En estas condiciones, las solubilidades de AMD fueron 77.68 (10/20°C) y 65.89% (40°C) mientras que para AGA fueron: 71.64 (10/20°C) y 61.32% (40°C).

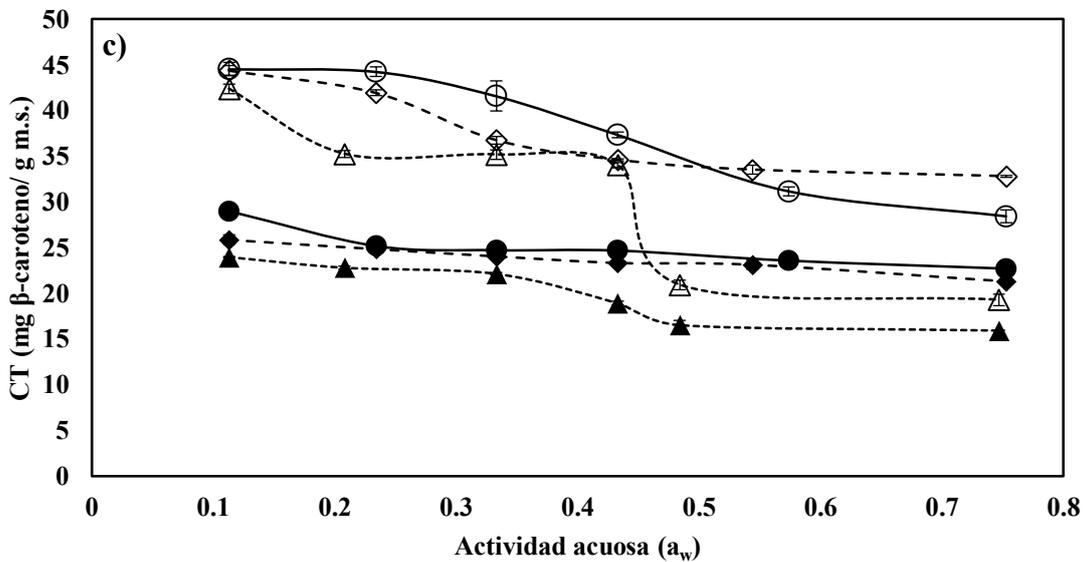
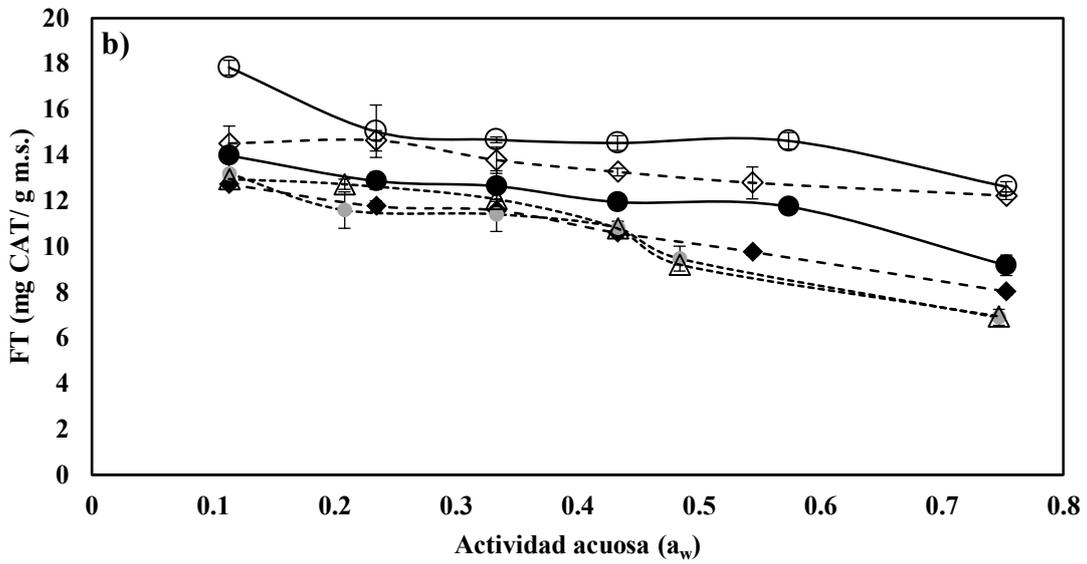
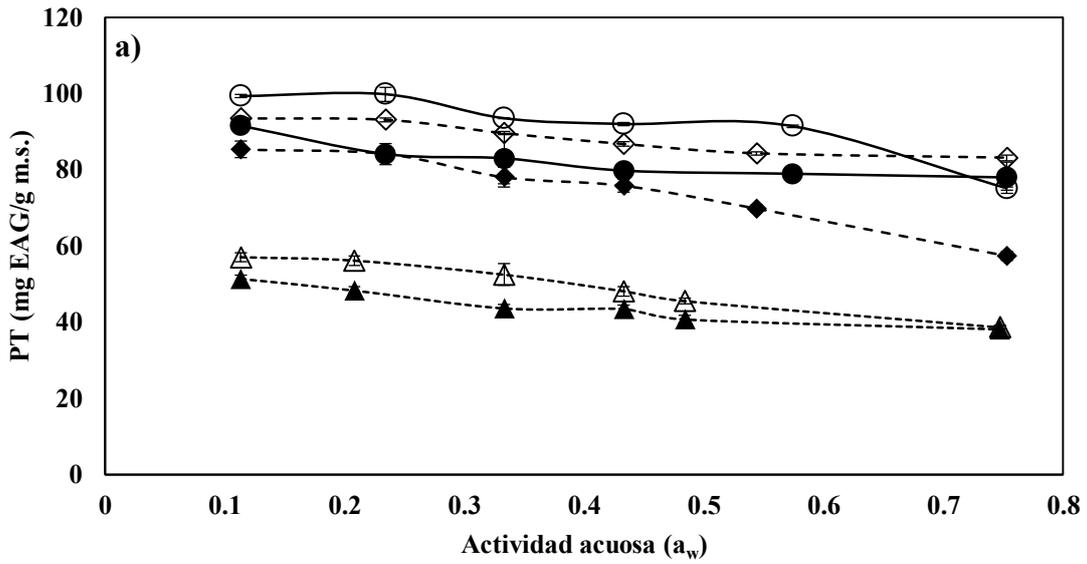
La combinación de temperatura/actividad acuosa necesaria para prevenir los efectos de la sorción de humedad en las solubilidades de los polvos fue: 10/20°C/0.11.

#### 4.4.3. Contenido de antioxidantes

La **Figura 2.15 (a, b, c, d)** muestra la influencia de la actividad acuosa en los niveles de polifenoles (PT; **a**), flavonoides (FT; **b**), carotenoides totales (CT; **c**) y de ácido ascórbico (AA; **d**) a 10, 20 y 40°C. A pesar de que los incrementos de temperatura redujeron los contenidos de bioactivos en AMD o AGA ( $P < 0.05$ ), el efecto fue fuertemente dependiente del tipo de “carrier” utilizado ( $P < 0.05$ ).

A 20°C, la maltodextrina compensó en exceso el efecto negativo de la temperatura para PT y CT (**Figuras 2.15 a, c**), por lo que el orden de estabilidad decreciente para estos antioxidantes fue:

$$\text{AMD}^{10^{\circ}\text{C}} > \text{AMD}^{20^{\circ}\text{C}} > \text{AGA}^{10^{\circ}\text{C}} > \text{AGA}^{20^{\circ}\text{C}} > \text{AMD}^{40^{\circ}\text{C}} > \text{AGA}^{40^{\circ}\text{C}}$$



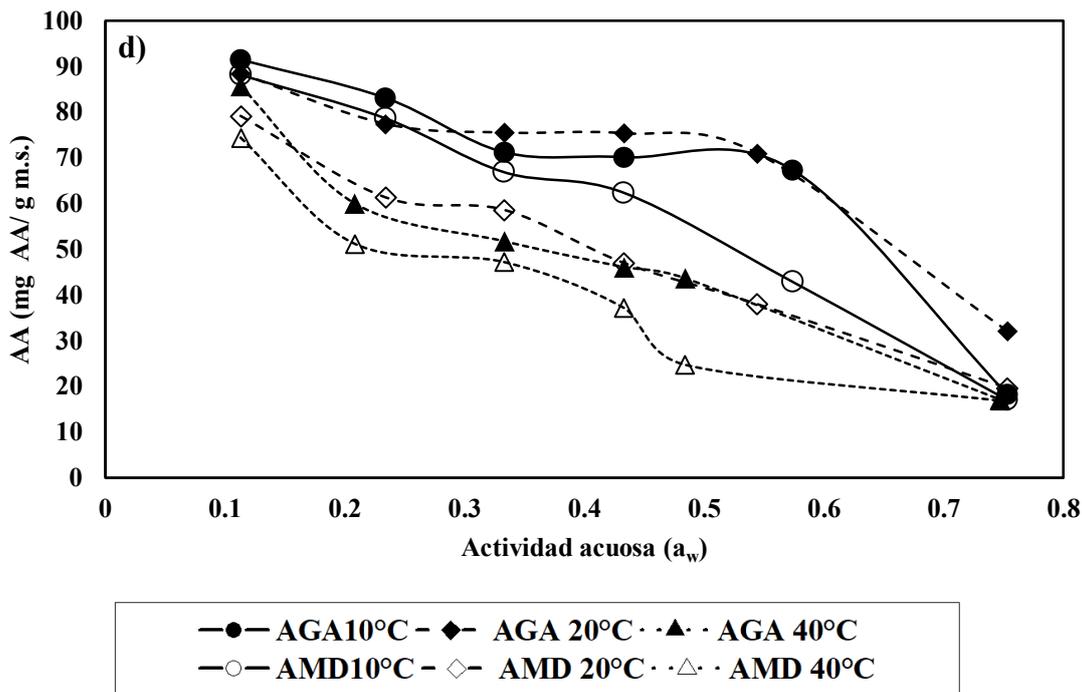


Figura 2.15. Efecto de la temperatura y la actividad acuosa en los polifenoles totales (PT; a), flavonoides totales (FT; b), carotenoides totales (CT; c), ácido ascórbico (AA; d) de arazá liofilizado con goma arábica (AGA) y maltodextrina (AMD)

En el caso de FT<sup>10-40°C</sup> (Figura 2.15b), la influencia del “carrier” siguió un patrón ligeramente diferente y el orden de estabilidad fue:

$$AMD^{10°C} > AMD^{20°C} > AGA^{10°C} > AGA^{20°C} > AMD^{40°C} \approx AGA^{40°C}$$

El grado de protección del coadyuvante varió entre los diferentes bioactivos, las diferencias (%) en el contenido de antioxidantes entre AMD y AGA a todas las temperaturas fueron: 0 - 44% (PT) y 21 - 77% (CT) mientras que para FT el rango fue entre 14 - 52%.

Las ventajas de encapsular con goma arábica (GA) en la capacidad de retención de AA fueron significativas ( $P < 0.05$ ; Figura 2.15d) y permitieron superar las pérdidas ocasionadas por el incremento de temperatura, ya que AGA<sup>10/20°C</sup> tuvieron un contenido de AA 14% más alto que AMD<sup>10°C</sup> y no se detectaron diferencias entre AGA<sup>40°C</sup> y AMD<sup>20°C</sup>. Silva y col. (2012) determinaron efectos similares en la concentración de ácido ascórbico de camu-camu secado por aspersión utilizando los mismos coadyuvantes.

La capacidad de retención de AA en AGA a través de todo el rango de  $a_w$  fue 3.6 – 56.8% (10°C), 11.6 – 86.8% (20°C) y 1.69 - 36% (40°C) mayor que en AMD.

Las combinaciones de temperatura/ $a_w$  necesarias para prevenir la pérdida de antioxidantes debido a la sorción de humedad en polvos de arazá fueron:

**AMD**

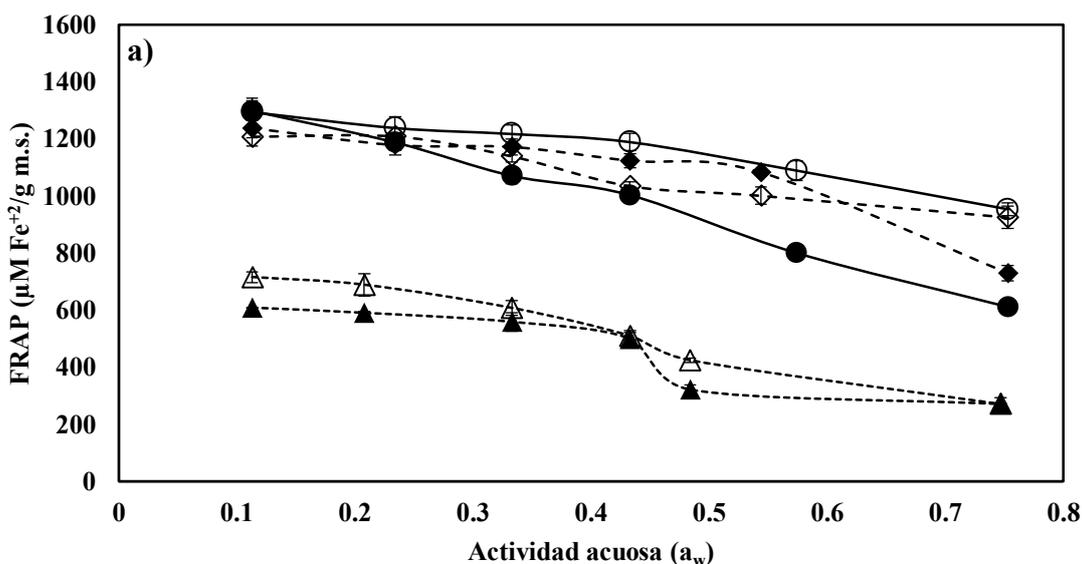
- PT 10°C  $a_w \leq 0.23$
- FT 10°C  $a_w \leq 0.11$
- CT 10°C  $a_w \leq 0.33$ / 20°C  $a_w \leq 0.23$
- AA 10/20°C  $a_w \leq 0.11$

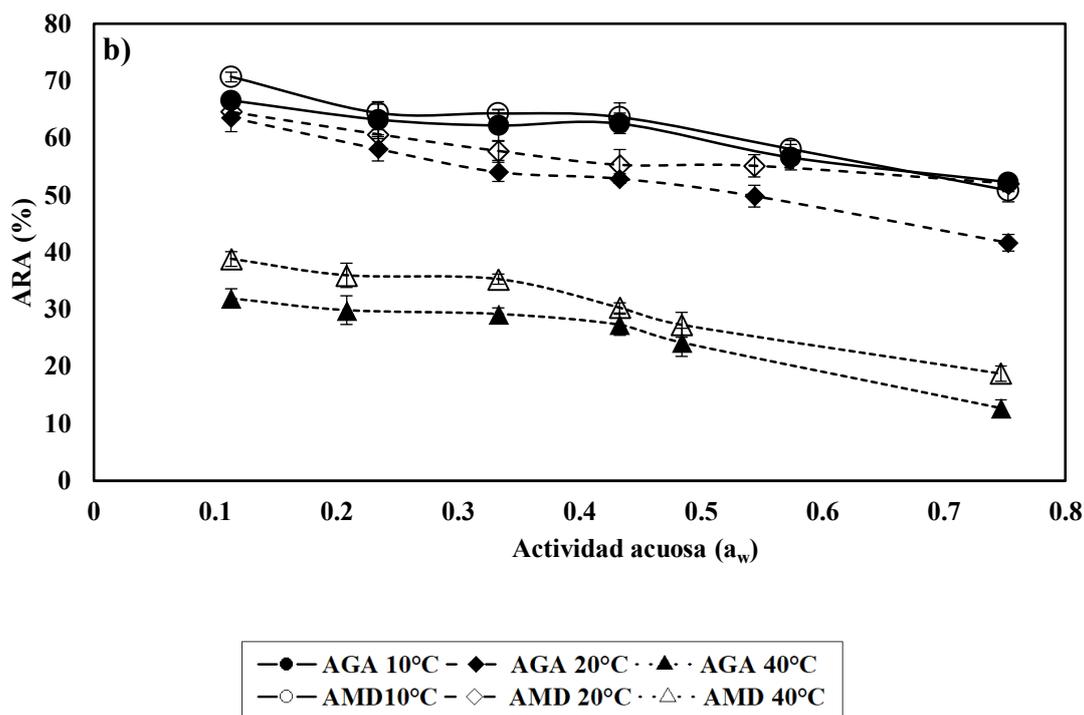
**AGA**

- PT 10°C  $a_w \leq 0.11$
- FT 10°C  $a_w \leq 0.11$
- CT 10°C  $a_w \leq 0.11$
- AA 10/20°C  $a_w \leq 0.11$

**4.4.4. Actividad antioxidante**

La **Figura 2.16 a-b** muestra la dependencia de la actividad antioxidante (FRAP, ARA) con  $a_w$  a las tres temperaturas.





**Figura 2.16.** Efecto de la temperatura y la actividad acuosa en la actividad antiradicalaria (ARA; **a**) y el poder reductor (FRAP; **b**) de arazá liofilizado con goma arábica (AGA) o maltodextrina (AMD)

Los resultados experimentales del poder reductor (FRAP; **Figura 2.16a**) mostraron que para una actividad acuosa entre 0.11 y 0.57, el efecto del “carrier” y su interacción con la temperatura no fueron significativos ( $P > 0.05$ ), sin embargo, a  $a_w = 0.76$  se detectó un fuerte efecto de la interacción temperatura\*actividad de agua ( $T * a_w$ ;  $P < 0.05$ ). El orden de estabilidad de FRAP fue:

$$a_w = 0.11 - 0.57$$

$$AMD^{10^\circ C} \approx AMD^{20^\circ C} \approx AGA^{10^\circ C} \approx AGA^{20^\circ C} \gg AMD^{40^\circ C} \approx AGA^{40^\circ C}$$

$$a_w = 0.76$$

$$AMD^{10^\circ C} \approx AMD^{20^\circ C} > AGA^{10^\circ C} \approx AGA^{20^\circ C} \gg AMD^{40^\circ C} \approx AGA^{40^\circ C}$$

Los resultados de la actividad antiradicalaria (**Figura 2.16b**) mostraron que aunque a cada temperatura  $ARA^{(AMD)}$  fue mayor que  $ARA^{(AGA)}$ , estas diferencias no

fueron significativas ( $P > 0.05$ ), excepto a  $a_w = 0.54 - 0.75$  a  $20^\circ\text{C}$  donde la actividad en AGA fue 11 – 26% menor ( $P < 0.05$ ). El aumento de la temperatura de 10 a  $20^\circ\text{C}$  no causó una pérdida significativa ( $P > 0.05$ ) en los niveles de ARA en ambas muestras, sin embargo, el incremento a  $40^\circ\text{C}$  fue extremadamente perjudicial ( $P < 0.05$ ), ya que los valores de actividad en todo el rango de  $a_w$  cayeron entre un 50 a 75%.

Los niveles de estabilidad fueron:

- $a_w = 0.11 - 0.43$

$$\text{AMD}^{10^\circ\text{C}} \approx \text{AGA}^{10^\circ\text{C}} \approx \text{AMD}^{20^\circ\text{C}} \approx \text{AGA}^{20^\circ\text{C}} \gg \text{AMD}^{40^\circ\text{C}} \approx \text{AGA}^{40^\circ\text{C}}$$

- $a_w = 0.54 - 0.76$

$$\text{AMD}^{10^\circ\text{C}} \approx \text{AGA}^{10^\circ\text{C}} \approx \text{AMD}^{20^\circ\text{C}} > \text{AGA}^{20^\circ\text{C}} \gg \text{AMD}^{40^\circ\text{C}} \approx \text{AGA}^{40^\circ\text{C}}$$

En comparación con las muestras no equilibradas, las pérdidas en la actividad antioxidante a causa de la sorción de agua en todo el intervalo  $a_w$  fueron:

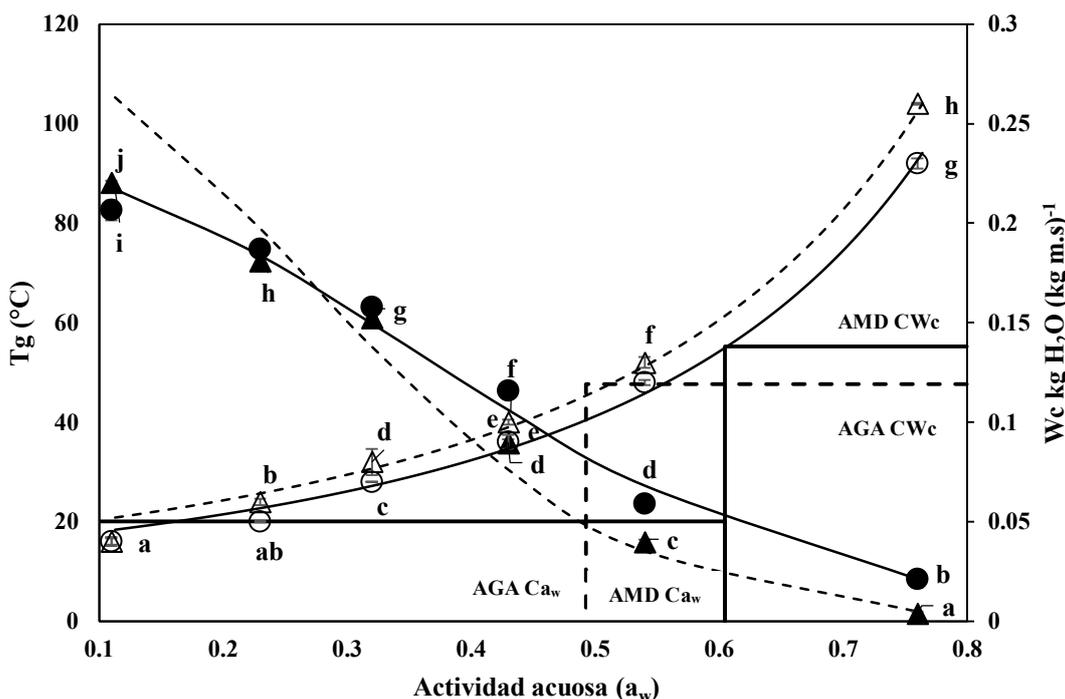
ARA		FRAP	
AMD/AGA <sup>10°C</sup>	3.5 - 28%	AMD <sup>10/20°C</sup>	3 - 24.5%
AMD <sup>20°C</sup>	10 - 27%	AGA <sup>10/20°C</sup>	3 - 48.5%
AGA <sup>20°C</sup>	10 - 42%		
AMD/AGA <sup>40°C</sup>	51 - 78%	AMD/AGA <sup>40°C</sup>	49.4 - 79.2%

Las ventajas de usar maltodextrina (MD) como “carrier” fueron detectables solo a  $20^\circ\text{C}$ . La temperatura y  $a_w$  límites para prevenir los efectos negativos de sorción de humedad en ARA y FRAP fueron  $10^\circ\text{C}/0.11$ .

#### 4.4.5. Relaciones entre la temperatura de transición vítrea, la humedad de equilibrio y la actividad acuosa

Los liofilizados de arazá presentaron altos valores de  $T_g$  ( $AMD = 116.89 \pm 3.33$ ;  $AGA = 99.12 \pm 0.41^\circ C$ ) debido posiblemente a su bajo nivel de azúcares reductores ( $5.55 \text{ mg GluE (g m.s)}^{-1}$ ). Tonon y col. (2009) informaron resultados similares para el açai secado por aspersión con 6% de maltodextrina.

La actividad del agua y el tipo de “carrier” afectaron fuertemente a la  $T_g$  (Figura 2.17,  $P < 0.05$ ); en  $a_w = 0.11$ , la caída de  $T_g$  en AMD fue 3 veces mayor que en AGA. Además, el incremento de la actividad de agua ( $a_w$ ) hasta 0.33 redujo la  $T_g$  de las muestras un 26.5%, sin embargo,  $a_w$  entre 0.43 - 0.76, la estabilidad  $T_g^{AGA}$  fue 14% menor.



**Figura 2.17.** Efecto de la actividad del agua sobre el contenido de humedad de equilibrio ( $W_c$ ; AMD (○); AGA (△)) y la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) de AMD (●) y AGA (▲). Las líneas representan los valores de  $W_c$  y  $T_g$  predichos por los modelos de GAB (Ec. 2.13) y Gordon-Taylor (Ec. 2.20).  $Ca_w$ ; actividad crítica de agua;  $CW_c$ : contenido crítico de humedad. Las líneas sólidas corresponden a los polvos AMD y las guionadas a AGA

La ecuación de Gordon-Taylor (Ec. 2.20) predijo satisfactoriamente la relación  $T_g/a_w$  (Figura 2.17; Tabla 2.7).  $k_{GT}$  representa el grado de efectividad de la capacidad de

plastificación del agua en una matriz dada (Ramoneda y col., 2011), por lo tanto, un incremento de esta propiedad implica una caída más rápida de  $T_g$  a bajos contenidos de agua. Los valores de  $k_{GT}$  en AMD y AGA fueron similares ( $P > 0.05$ ) por lo que el efecto de plastificación del agua no se vio afectado por el tipo de coadyuvante.

**Tabla 2.7.** Parámetros estimados de Gordon–Taylor ( $T_{gs}$ ,  $T_{gw}$ ,  $W_s$ ), valores críticos de contenido de agua ( $CW_c$ ) y actividad acuosa ( $Ca_w$ ) de arazá liofilizado encapsulado con maltodextrina (AMD) o goma arábica (AGA)

Parámetros	AGA <sup>a</sup>	Error	AMD <sup>b</sup>	Error
<b>Modelo de Gordon-Taylor</b>				
$T_{gs}$ (°C)	105.86	11.79	97.96	6.98
$k_{GT}$	2.84	0.59	2.48	0.37
$X_s$	0.43	$2.1 \times 10^{-3}$	0.4	$1.2 \times 10^{-3}$
$T_{gw}$ (°C)	-135		-135	
$R^2_{adj}$	0.98		0.95	
<b>Parámetros críticos</b>				
$Ca_w$	0.49		0.61	
$CW_c$ (kg H <sub>2</sub> O (kg m.s) <sup>-1</sup> )	0.12		0.14	

<sup>a</sup>AGA: arazá liofilizado encapsulado con goma arábica; <sup>b</sup>AMD: arazá liofilizado encapsulado con maltodextrina DE10; m.s.: materia seca;  $X_s$ : fracción de sólidos;  $T_{gw}/T_{gs}$ : temperaturas de transición vítrea del agua y del sólido anhidro

Para determinar la influencia de  $a_w$  y las transiciones de fase en la diferencia total de color ( $\Delta E$ , **Figura 2.18**), la concentración de los distintos grupos de antioxidantes (**Figura 2.19 a-d**) y la actividad antioxidante (**Figura 2.20 a-b**), se consideró el efecto  $T_g$  como  $\Delta T = T_{alm} - T_g$  ( $T_{alm} = 20^\circ\text{C}$ ).

Los resultados mostraron que dentro de la zona correspondiente al estado vítreo, la decoloración y las pérdidas de contenido/actividad antioxidante fueron considerables. A  $a_w = 0.43$ , los valores de  $\Delta E_{AGA}$  y  $\Delta E_{AMD}$  aumentaron 14.75 y 1.75 veces

respectivamente en comparación con los niveles de este parámetro en las muestras no equilibradas (Figura 2.18).

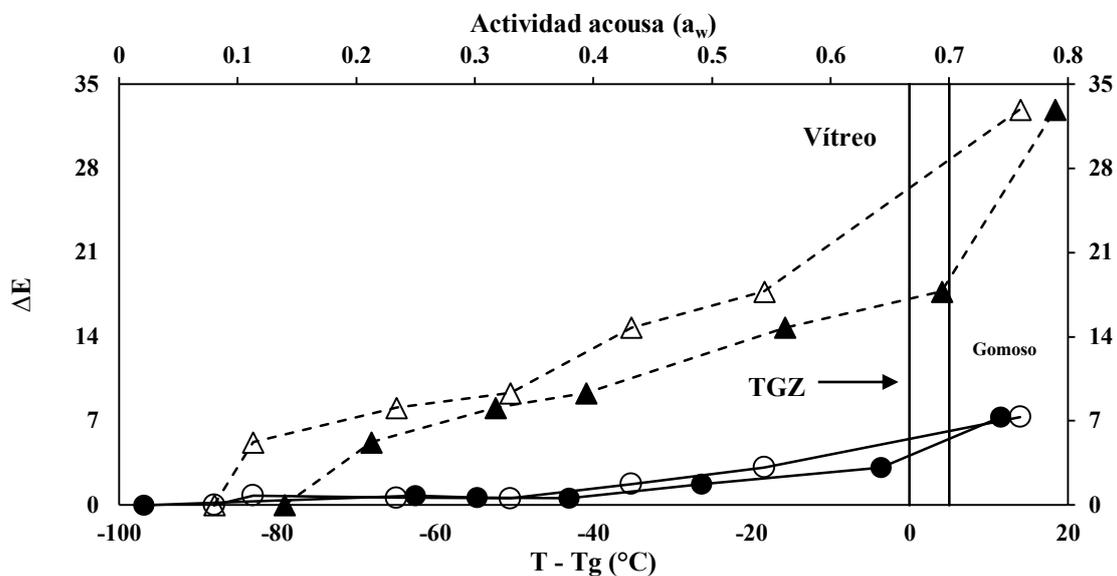
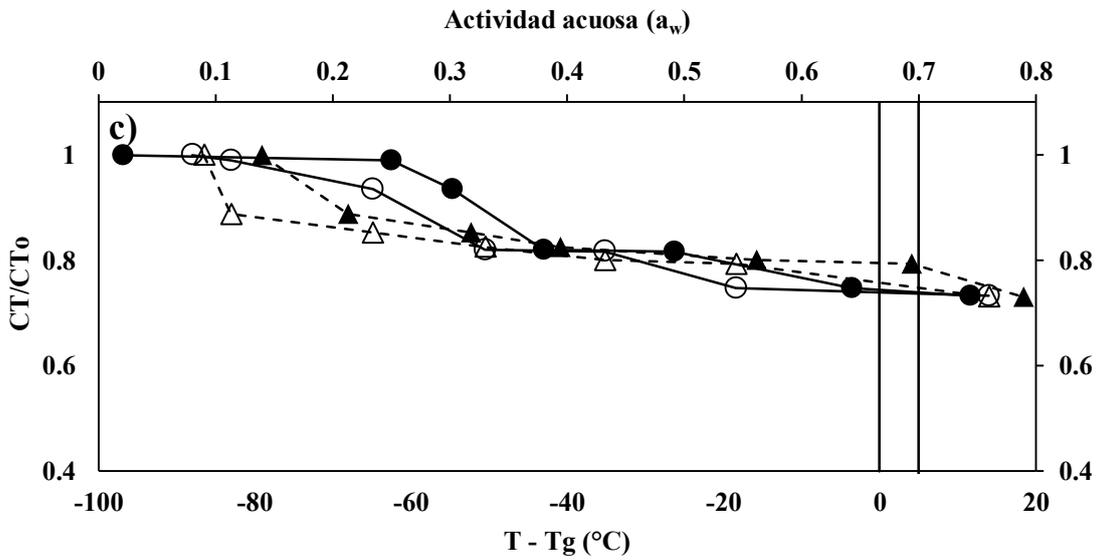
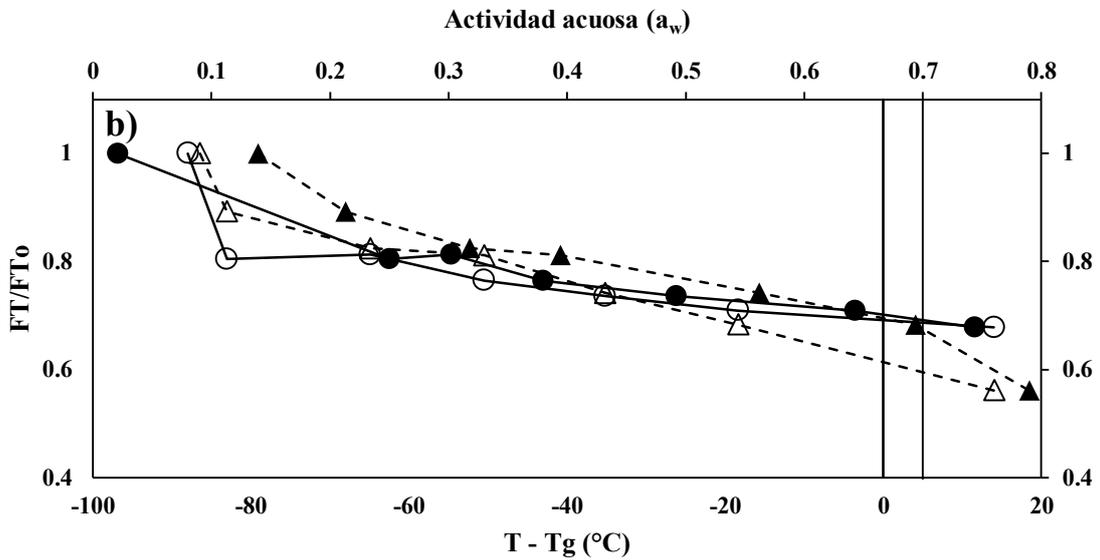
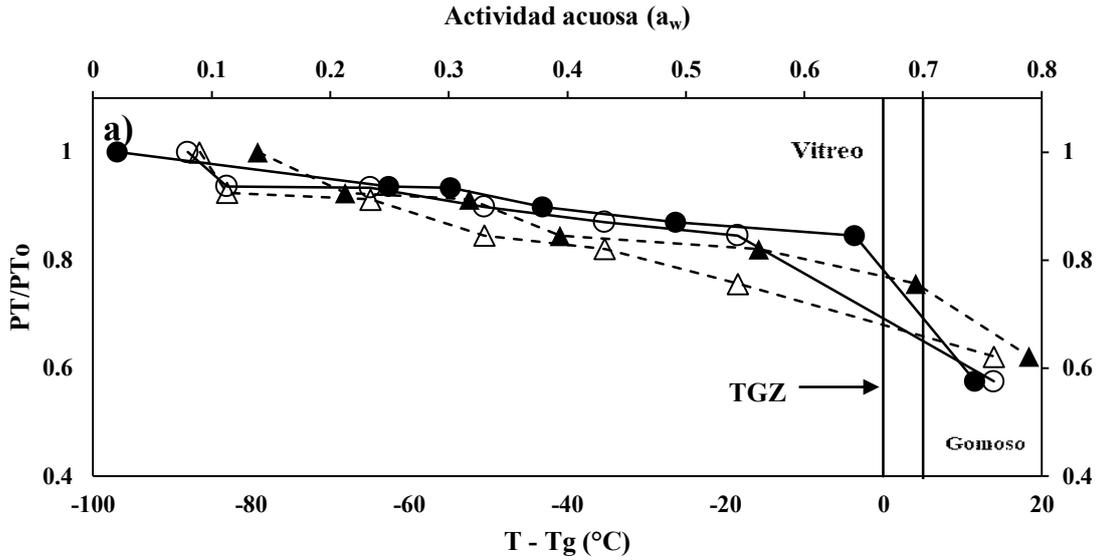


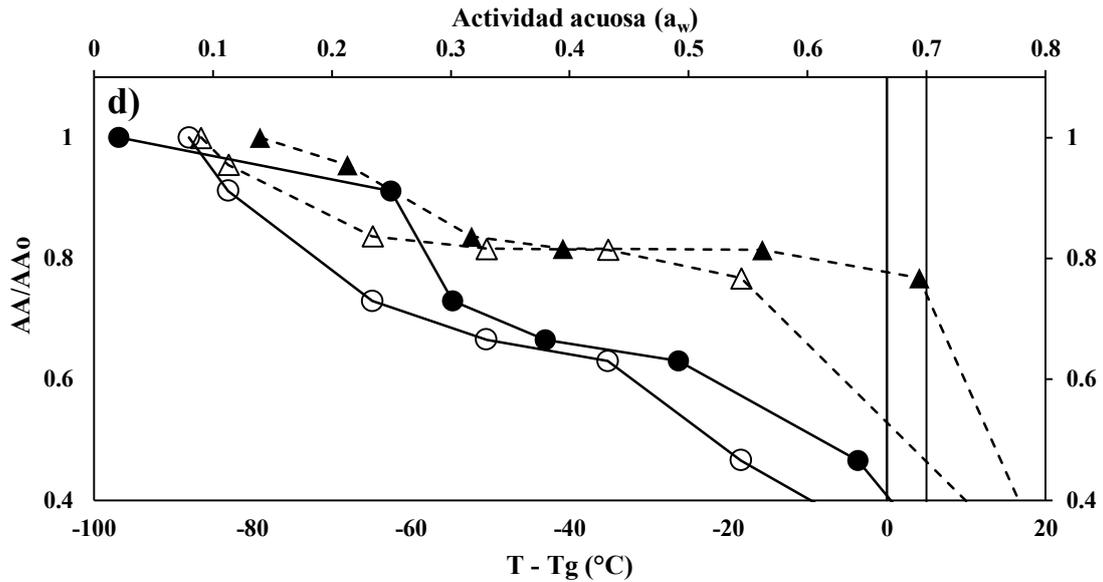
Figura 2.18. Actividad acuosa (AGA -  $\Delta$ ; AMD -  $\circ$ -) y T.alm - T<sub>g</sub> (AGA -  $\blacktriangle$ ; AMD -  $\bullet$ -), influencia en la diferencia total de color ( $\Delta E$ ) en AMD y AGA. TGZ: zona de transición vítrea T.alm = 20°C

Karmas y col. (1992) observaron una decoloración significativa causada por el pardeamiento no enzimático en papas liofilizadas en estado vítreo.

La retención de antioxidantes disminuyó en un 26% para PT y 20% para CT y FT (Figura 2.19 a - c). La influencia del tipo de "carrier" en el contenido de AA fue altamente significativa ( $P < 0.05$ ), con  $a_w = 0.43$  la retención de AA en AGA y AMD disminuyó 19 y 37% respectivamente (Figura 2.19d).

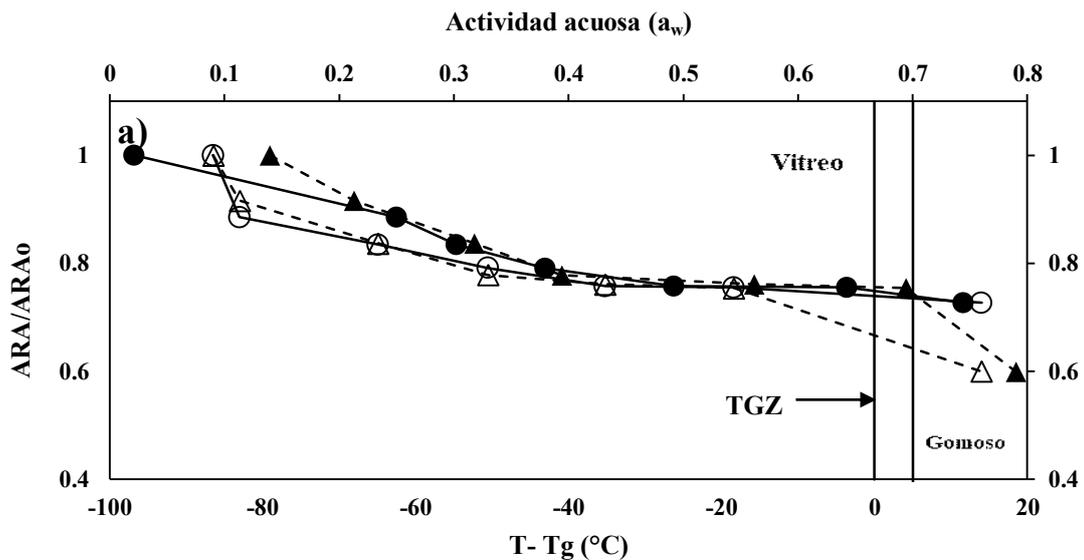
Ismail y Mauer (2019) detectaron una degradación significativa del ácido ascórbico en los sistemas modelo de estado vítreo, mientras que Prado y col. (2006) mostraron que la degradación del  $\beta$ -caroteno fue más rápida en el estado vítreo que en el estado gomoso.

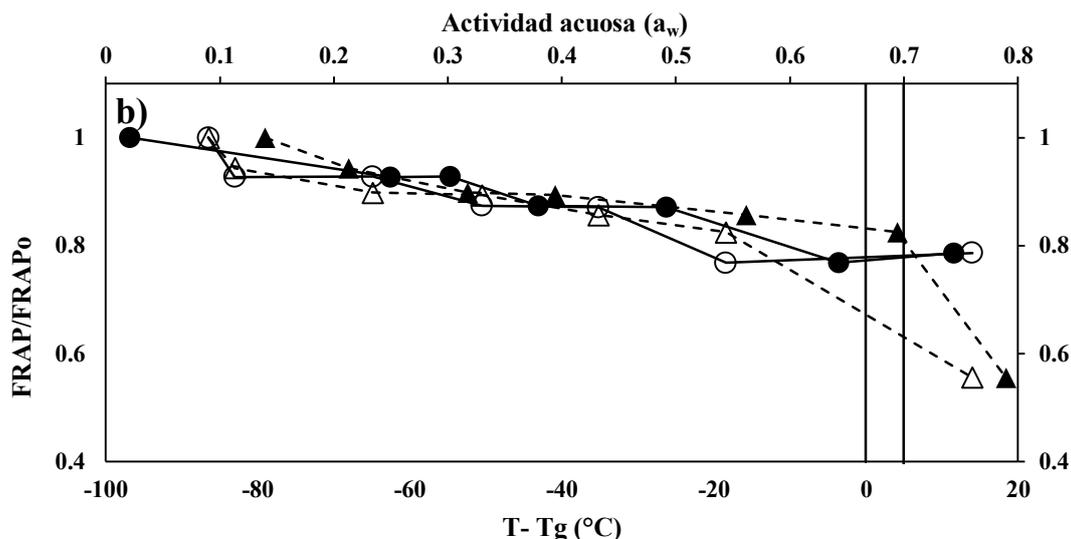




**Figura 2.19.** Influencia de la actividad acuosa (AGA - $\Delta$ -; AMD - $\circ$ -) y  $T_{alm} - T_g$  (AGA - $\blacktriangle$ -; AMD - $\bullet$ -) en la retención de polifenoles (PT, a), flavonoides (FT; b), carotenoides totales (CT; c) y ácido ascórbico (AA; d) de muestras liofilizadas con maltodextrina (AMD) o goma arábiga (AGA)  
TGZ: zona de transición vítrea.  $T_{alm}= 20^\circ\text{C}$

De acuerdo con los resultados del contenido de antioxidantes, ARA y FRAP también disminuyeron en el área vítrea ( $P < 0.05$ ; **Figura 2.20 a, b**), a un  $a_w = 0.43$  la retención de actividades antioxidantes disminuyó en un 14% y no se vio afectada por el tipo de “carrier” ( $P > 0.05$ ).





**Figura 2.20.** Influencia de la actividad acuosa (AGA - -Δ; AMD - -○) y T.alm - T<sub>g</sub> (AGA - -▲; AMD - -●) en la actividad antiradicalaria (ARA; **a**) y el poder reductor del hierro (FRAP; **b**) de muestras liofilizadas con maltodextrina (AMD) o goma arábica (AGA). TGZ: zona de transición vítrea. T. alm= 20°C

Syamaladevi y col. (2011) informaron que aunque la movilidad molecular se redujo considerablemente en el estado vítreo, aún pueden producirse reacciones químicas indeseables causadas por cambios en la actividad del agua. Bell y Hageman (1994) informaron que la degradación del aspartame estaba más afectada por  $a_w$  que por  $T_g$ .

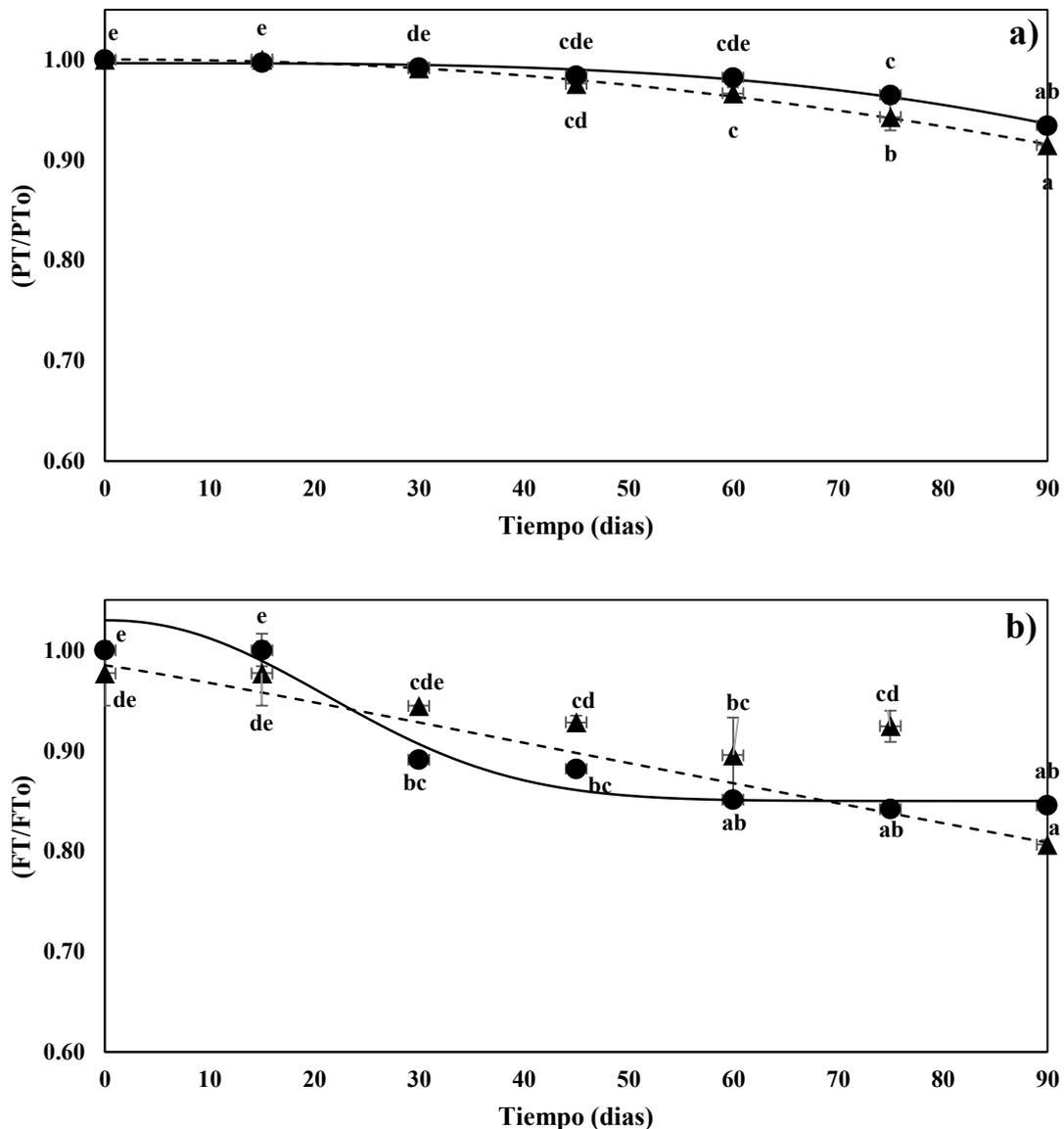
Deladino y col. (2007) concluyeron que aunque la maltodextrina y la goma arábica pueden encapsular los bioactivos protegiéndolos de las condiciones ambientales adversas, su eficiencia se reduce porque la encapsulación por secado por aspersión o liofilización deja una proporción significativa de los antioxidantes sin protección en la superficie de la microcápsula, ocasionando incrementos en las velocidades de degradación.

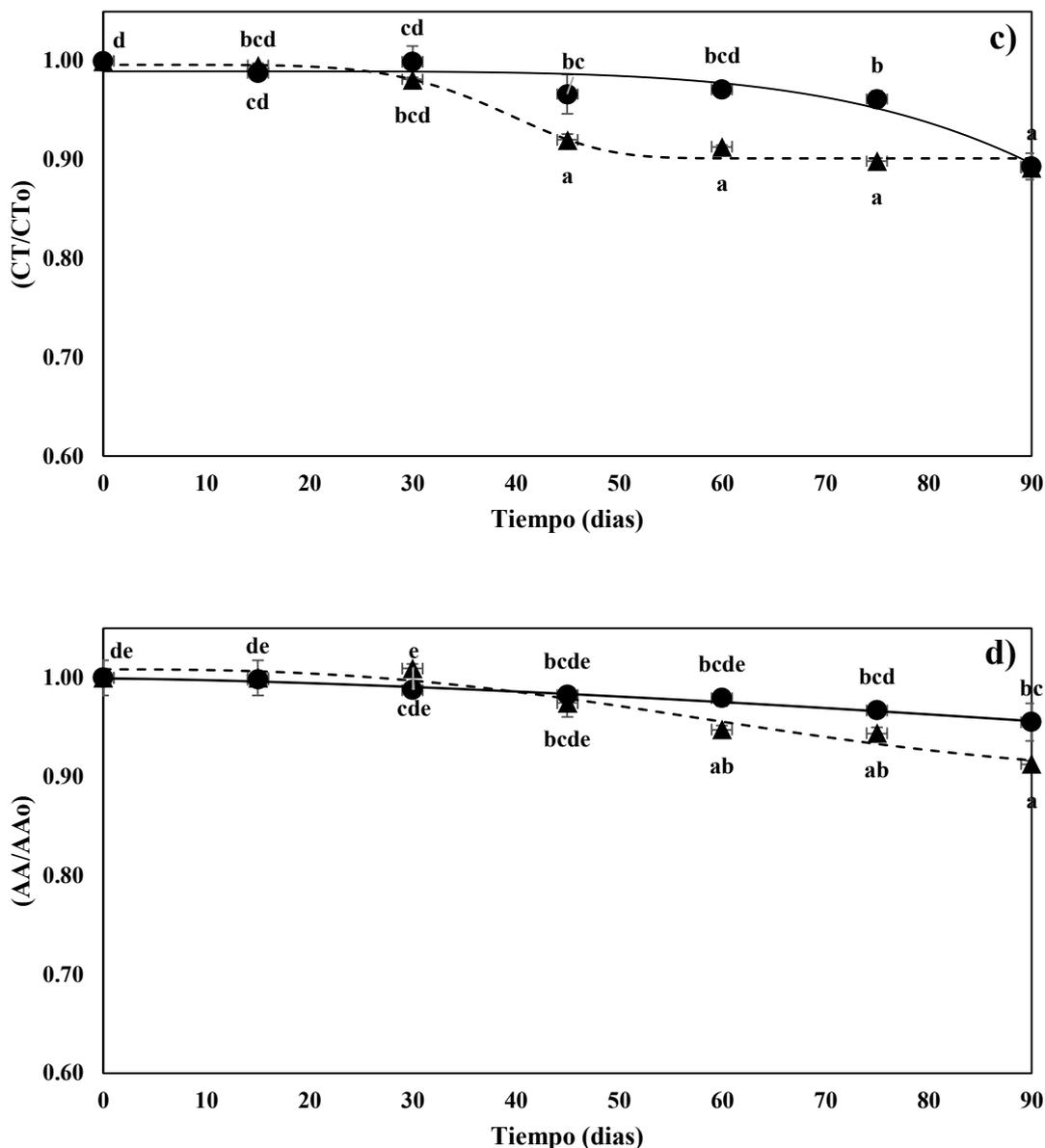
Las micrografías SEM (**Figuras 2.9 a, b**) muestran el efecto de  $a_w$  en la microestructura de los polvos, los incrementos de  $a_w$  hasta 0.33 (Estado vítreo) no produjeron signos visibles de aglomeración; las partículas tenían superficies arrugadas,

poros y formas de vidrio roto. En contraste, en las regiones de transición de fase ( $0^{\circ}\text{C} < \Delta T \leq 20^{\circ}\text{C} - T_{gf}$ ) y de estado gomoso ( $T - T_g > 20^{\circ}\text{C} - T_{gf}$ ), la formación de puentes entre partículas fue notable en  $a_w = 0.54$  siendo aún más visible 0.76.

#### 4.5. Estabilidad de almacenamiento

Para determinar el contenido de bioactivos (Figura 2.21 a-d) y las variaciones de actividad antioxidante (Figura 2.22 a, b) durante el almacenamiento, las muestras de AGA y AMD se mantuvieron durante 90 días a  $20^{\circ}\text{C}$  y  $a_w = 0.11$ .





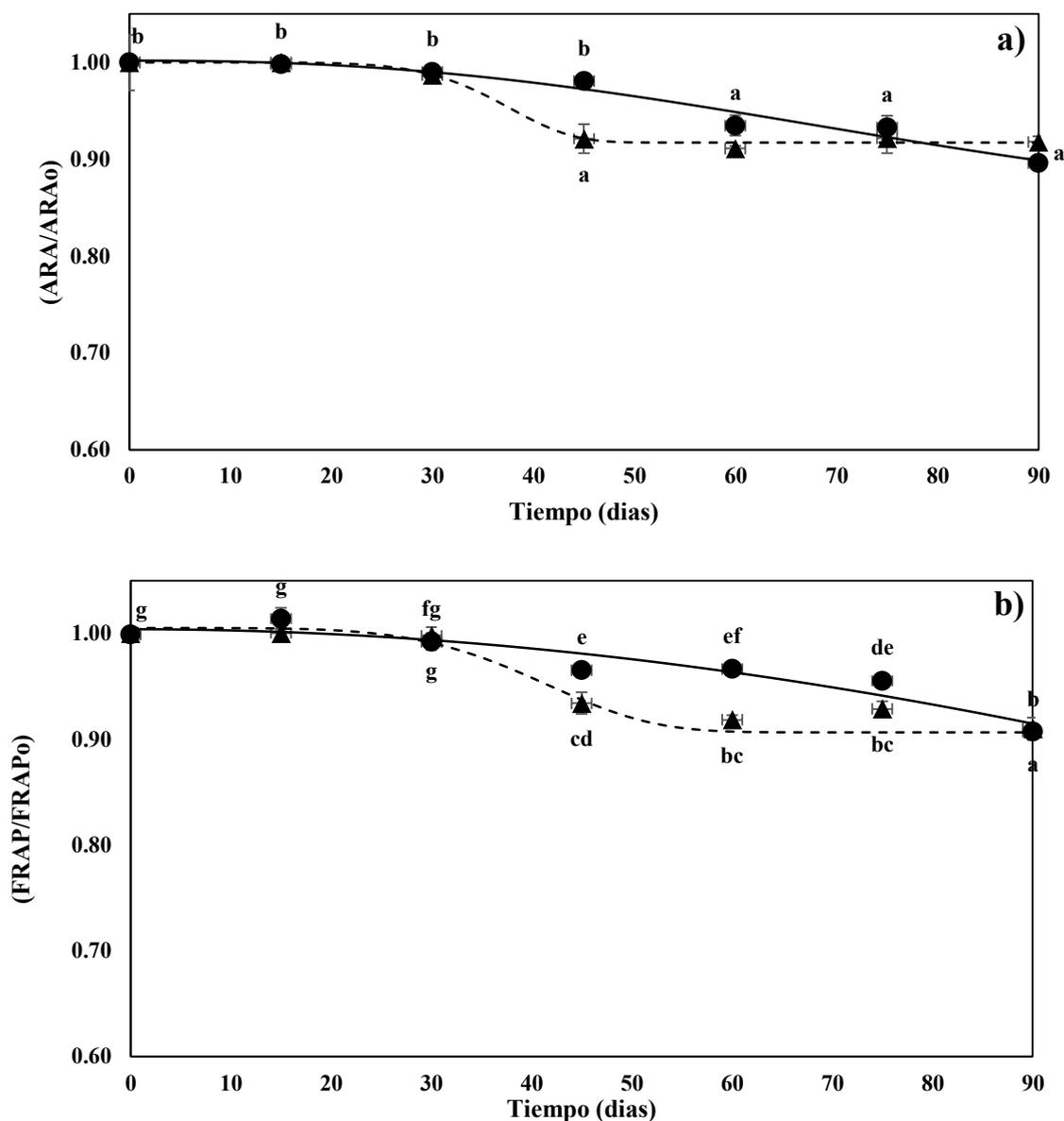
**Figura 2.21.** Efecto del tiempo de almacenamiento en la retención de polifenoles totales (PT; **a**), flavonoides totales (FT; **b**), carotenoides totales (CT; **c**) y ácido ascórbico (AA; **d**) de arazá liofilizado con maltodextrina (AMD ●) o goma arábica (AGA ▲). Líneas sólidas y guionadas representan los valores predichos por el modelo de Weibull (Ecs. 2.21 y 2.22)

Los resultados mostraron que las pérdidas de actividad/concentración de antioxidantes fueron: 10% (PT/CT/FT), 6 – 9% (AA), 9 – 12% (ARA) y 10 – 14% (FRAP).

Las velocidades de degradación siguieron dos patrones diferentes:

- a) Disminución continua (PT<sub>AMD/AGA</sub>, FT<sub>AGA</sub>, CT<sub>AMD</sub>, AA<sub>AMD</sub> y FRAP<sub>AMD</sub>)

- b) Un período inicial estable seguido de una fuerte caída hasta alcanzar un nivel asintótico ( $FT_{AMD}$ ,  $CT_{AGA}$ ,  $AA_{AGA}$ ,  $FRAP_{AGA}$  y  $ARA_{AMD/AGA}$ ).



**Figura 2.22.** Efecto del tiempo de almacenamiento en la retención de la actividad antirradical (ARA; **a**) y poder reductor del hierro (FRAP; **b**) de arazá liofilizadas con maltodextrina (AMD ●) o goma arábiga (AGA ▲) Líneas sólidas y guionadas representan los valores predichos mediante el modelo de Weibull (Ecs. 2.21 y 2.22)

Los resultados fueron predichos satisfactoriamente por la **Ec. 2.21** en el primer caso y **Ec. 2.22** en el segundo. La **Tabla 2.8** muestra los parámetros de regresión y los

errores correspondientes junto con los coeficientes de determinación ajustados de los modelos ( $R^2_{adj}$ ).

**Tabla 2.8.** Parámetros de Weibull correspondientes a la retención del contenido de bioactivos (PT, FT, CT, AA) y de la actividad antioxidante (ARA, FRAP) (Ecs. 2.21 y 2.22) de arazá liofilizado con maltodextrina (AMD) o goma arábiga (AGA) almacenados durante 90 días (20°C)

Muestra	Y	Parámetros de Weibull				$R^2_{adj}$	Vida útil (días)
		$RY_0$	$\gamma$	k (días <sup>-1</sup> )	$RY_f$		
AMD	PT	1.00	3.30	4.8x10 <sup>-3</sup>		0.96	>90
	FT	1.03	2.18	3x10 <sup>-2</sup>	0.84	0.92	34
	CT	0.99	5.17	7.1x10 <sup>-3</sup>		0.83	>90
	AA	1.00	1.48	1.35x10 <sup>-3</sup>		0.84	>90
	ARA	1.00	2.40	1.18x10 <sup>-2</sup>	0.85	0.92	>90
	FRAP	1.00	2.01	3.4x10 <sup>-3</sup>		0.87	>90
AGA	PT	1.00	2.10	3.49x10 <sup>-3</sup>		0.97	>90
	FT	0.97	2.51	5.31x10 <sup>-3</sup>		0.71	50
	CT	1.00	5.51	2.42x10 <sup>-2</sup>	0.90	0.96	>90
	AA	1.01	2.59	1.43x10 <sup>-2</sup>	0.90	0.86	>90
	ARA	1.00	7.08	2.59x10 <sup>-2</sup>	0.92	0.95	>90
	FRAP	1.01	5.00	2.29x10 <sup>-2</sup>	0.91	0.81	>90

AMD: Arazá + maltodextrina liofilizado; AGA: Arazá + goma arábiga liofilizada;  $RY_0$ - $RY_f$ : Y retención de 0-90 días; k/ $\gamma$ : cinética/constantes de forma; m.s: materia seca; PT: polifenoles totales (mg EAG (eq de ácido gálico\*g m.s)<sup>-1</sup>); FT: flavonoides totales (mg CAT (eq de catequina\*g m.s)<sup>-1</sup>); CT: carotenoides totales (mg de  $\beta$ -caroteno eq\*g m.s)<sup>-1</sup>); AA: Ácido ascórbico (mg AA\*100 g m.s<sup>-1</sup>). ARA: Actividad antirradical; FRAP: Poder reductor del hierro ( $\mu$ M Fe<sup>+2</sup>\*g m.s<sup>-1</sup>).

Los valores de retención de PT predichos por el modelo entre los días 0 y 90 fueron ligeramente más altos en AMD que en AGA, pero la diferencia fue no significativa ( $P > 0.05$ ). Por el contrario, después de un período inicial de 15 a 75 días en el que no se detectó efecto del coadyuvante ( $P > 0.05$ ), FT, CT y AA mostraron una fuerte interacción “carrier”\*tiempo ( $P < 0.05$ ). Desde los días 30 a 90 (CT) o los días 36 a 90 (AA), las estabildades de CT y AA fueron más pronunciadas en AMD que en AGA ( $P < 0.05$ ) mientras que entre los días 22 a 67, la retención de FT fue mayor en AGA que en AMD

( $P < 0.05$ ). Después de estos periodos, AGA tuvo mayores concentraciones de PT, CT y AA y menores de FT que AMD ( $P < 0.05$ ).

Las estabilidades de FRAP y ARA durante el almacenamiento tuvieron comportamientos similares: un período inicial de 30 días sin cambios ( $P > 0.05$ ) seguido de una caída, el orden de estabilidad para la actividad antioxidante fue:

$$ARA_{AMD} > ARA_{AGA} \text{ (31 - 77 días)}$$

$$FRAP_{AMD} > FRAP_{AGA} \text{ (31 - 90 días)}$$

Después de estos períodos AGA presentó niveles más altos de ARA y FRAP que AMD ( $P < 0.05$ ).

Las estimaciones de vida útil (VU) de AGA y AMD se calcularon considerando como límite de aceptabilidad una retención del 90% de las diferentes propiedades. Los resultados (**Tabla 2.8**) indicaron que el uso de goma arábica (GA) como coadyuvante incrementó la vida útil (VU) de 34 a 50 días; sin embargo, si solo se tiene en cuenta la contribución de la actividad antioxidante, los valores de vida útil fueron mayores a 90 días en ambos polvos.

El tiempo de almacenamiento y el tipo de “carrier”, produjeron cambios significativos ( $P < 0.05$ ) en el perfil de polifenoles de las muestras de arazá (**Tabla 2.9**).

Tabla 2.9. Efecto del tiempo de almacenamiento en la composición polifenólica de polvos liofilizados de arazá con goma arábiga (AGA) o maltodextrina (AMD)

Bioactivos	TR (min)†	AGA		AMD		Pérdida Alm. (%)‡	
		0 días	90 días	0 días	90 días	AGA	AMD
Ácido cafeico (CAF)*	11.3	66.49±5.52 <sup>b</sup>	21.14±3.09 <sup>a</sup>	187.87±7.07 <sup>c</sup>	70.64±4.62 <sup>b</sup>	68.21	62.42
Ácido clorogénico (CL)*	9.6	96.94±1.83 <sup>c</sup>	38.12±4.15 <sup>a</sup>	166.98±4.76 <sup>d</sup>	71.70±7.48 <sup>b</sup>	60.68	57.42
Ácido cinámico (CIN)*	27.5	126.58±2.54 <sup>c</sup>	41.82±0.84 <sup>a</sup>	288.95±5.07 <sup>d</sup>	87.72±1.29 <sup>a</sup>	66.96	69.58
Ácido coumarico (COU)*	15.1	128.55±3.48 <sup>b</sup>	67.86±2.04 <sup>a</sup>	354.23±6.19 <sup>c</sup>	121.24±2.75 <sup>b</sup>	47.21	65.77
Ácido coumarico-O-hexosido (COUHex) <sup>1</sup>	13.9	57.15±1.79 <sup>b</sup>	36.60±1.54 <sup>a</sup>	119.87±9.25 <sup>d</sup>	85.51±0.94 <sup>c</sup>	35.96	28.66
Ácido gálico (AG)*	4.4	166.02±3.39 <sup>d</sup>	106.01±0.88 <sup>c</sup>	81.08±2.45 <sup>b</sup>	68.19±1.83 <sup>a</sup>	36.15	15.90
Ácido trans-ferulico (tFER)*	17.4	468.44±10.10 <sup>b</sup>	395.21±10.86 <sup>a</sup>	524.68±6.99 <sup>c</sup>	419.15±6.12 <sup>a</sup>	15.63	20.11
Di-HHDP-galoil-glucosa (casuarictina/potentilina) derivado (CPD) <sup>2</sup>	14.7	235.21±6.94 <sup>b</sup>	164.242±2.57 <sup>a</sup>	586.78±3.69 <sup>c</sup>	170.06±10.79 <sup>a</sup>	30.17	71.02
Eriodictiol-7-O-glucosido (EGlu) <sup>3</sup>	25.0	575.15±13.37 <sup>c</sup>	281.15±8.14 <sup>a</sup>	581.21±4.79 <sup>c</sup>	455.75±8.57 <sup>b</sup>	51.12	21.59
Quercetina 3-O-rutinosido (QRut) <sup>4</sup>	3.1	699.75±11.82 <sup>d</sup>	643.63±5.14 <sup>c</sup>	417.51±4.02 <sup>b</sup>	347.27±4.28 <sup>a</sup>	8.02	18.02
Rutina (trihidrato; R3H <sub>2</sub> O) <sup>5</sup>	18.9	171.81±8.14 <sup>c</sup>	143.21±3.68 <sup>b</sup>	132.53±8.57 <sup>b</sup>	100.81±3.06 <sup>a</sup>	16.65	23.93
Rutina (hidrato; RH <sub>2</sub> O) <sup>5</sup>	3.5	413.33±12.34 <sup>b</sup>	395.75±5.99 <sup>b</sup>	214.78±4.97 <sup>a</sup>	192.72±5.14 <sup>a</sup>	4.25	10.26

†TR: Tiempo de retención; \*mg (100g m.s (materia seca))<sup>-1</sup>; COUHex<sup>1</sup>: mg COU eq (100g m.s)<sup>-1</sup>; CPD<sup>2</sup>: mg ácido gálico eq (EAG) (100g m.s)<sup>-1</sup>; EGlu<sup>3</sup>: mg EAG (100g m.s)<sup>-1</sup>; QRut<sup>4</sup>: mg R3H<sub>2</sub>O eq (100g m.s)<sup>-1</sup>; RH<sub>2</sub>O/R3H<sub>2</sub>O<sup>5</sup>: mg R3H<sub>2</sub>O

En concordancia con el trabajo de Soares y col (2019), se detectaron 6 ácidos fenólicos: gálico (AG), clorogénico (CL), coumarico (COU), cinámico (CIN), cafeico (CAF) y trans-ferulico (tFER), así como un derivado de ácido coumarico identificado como ácido coumarico hexósido (COUHex). Además, ambas muestras contenían 4 flavonoides (monohidrato (RH<sub>2</sub>O) y trihidrato (R3H<sub>2</sub>O) de rutina; quercetina-3-O-rutinosido (QRut), eriodictiol -7-O-glucósido (EGlu)) y un elagitanino; derivado di-HHDP-galoil-glucosa (casuarictina/potentilina) (CPDer).

El tipo de “carrier” influyó en el contenido de polifenoles (**Tabla 2.9**; P< 0.05). La comparación entre las muestras mostró que AGA contenía 130 - 204% más AG, QRut, R3H<sub>2</sub>O y RH<sub>2</sub>O, mientras que CAF, CL, CIN, COU, COUHex y CPDer fueron 172 - 283% más altos en AMD.

En el día 90, las pérdidas de ácidos fenólicos fueron 16 - 68% para AGA y 16 - 70% para AMD, en el caso de los flavonoides y el derivado di-HHDP-galoil-glucosa, las reducciones fueron: 4 - 51% (AGA) y 10 - 71% (AMD; **Tabla 2.9**), mientras que el contenido de rutina monohidratada se mantuvo constante durante todo el período de almacenamiento.

La clasificación de estabilidad de los ácidos fenólicos fue:

#### **AGA**

- RH<sub>2</sub>O > QRut > R3H<sub>2</sub>O > CPDer > EGlu

#### **AMD**

- RH<sub>2</sub>O > QRut > EGlu > R3H<sub>2</sub>O > CPDer

Los resultados obtenidos al contrastar los efectos del coadyuvante en la estabilidad de los polifenoles mostraron que el uso de goma arábiga redujo las pérdidas de QRut,

COU, CPDer y RH<sub>2</sub>O/R3H<sub>2</sub>O durante el almacenamiento 28 - 59%, mientras que la maltodextrina (MD) mejoró las estabilidades de COUHex, AG y EGlu 20 - 58%.

#### 4.6. Biodigestibilidad in-vitro

La **Tabla 2.10** muestra la concentración de compuestos bioactivos (PT, FT, CT,) y la actividad antioxidante (ARA, FRAP) obtenidos antes (control) y después de cada etapa de la digestión gastrointestinal in-vitro.

**Tabla 2.10.** Efecto de la digestión in-vitro en la concentración de compuestos bioactivos y actividad antioxidante en polvos de arazá AMD y AGA

	Control		Digestión Gástrica		Digestión Gastrointestinal	
	AMD	AGA	AMD	AGA	AMD	AGA
<b>PT</b>	99.72±0.79 <sup>f</sup>	92.36±0.34 <sup>c</sup>	41.14±0.88 <sup>a</sup>	33.27±1.71 <sup>b</sup>	79.97±2.13 <sup>d</sup>	72.12±2.92 <sup>c</sup>
<b>FT</b>	18.01±0.28 <sup>d</sup>	15.91±0.48 <sup>bc</sup>	7.31±1.02 <sup>a</sup>	6.72±0.84 <sup>a</sup>	17.27±0.30 <sup>cd</sup>	14.59±0.42 <sup>b</sup>
<b>CT</b>	44.85±0.78 <sup>d</sup>	38.83±0.28 <sup>c</sup>	12.79±1.37 <sup>a</sup>	10.21±1.65 <sup>a</sup>	27.13±0.15 <sup>b</sup>	26.69±0.46 <sup>b</sup>
<b>ARA</b>	72.96%±2.04 <sup>c</sup>	69.43%±1.21 <sup>bc</sup>	37.94±2.80 <sup>a</sup>	35.21±0.51 <sup>a</sup>	65.33±3.40 <sup>b</sup>	63.01±1.42 <sup>b</sup>
<b>FRAP</b>	1311.37±5.69 <sup>c</sup>	1302.56±6.98 <sup>c</sup>	285.70±4.34 <sup>a</sup>	162.89±0.62 <sup>a</sup>	665.39±10.23 <sup>b</sup>	720.19±5.58 <sup>b</sup>

AMD: Arazá + maltodextrina liofilizado; AGA: Arazá + goma arábica liofilizada; PT: polifenoles totales (mg EAG (eq de ácido gálico\*g m.s)<sup>-1</sup>); FT: flavonoides totales (mg CAT (eq de catequina\*g m.s)<sup>-1</sup>); CT: carotenoides totales (mg de β-caroteno eq\*g m.s)<sup>-1</sup>); AA: Ácido ascórbico (mg AA\*100 g m.s<sup>-1</sup>). ARA: Actividad antiradical; FRAP: Poder reductor del hierro (μM Fe<sup>+2</sup>\*g m.s<sup>-1</sup>). \*Supraíndices con diferente letra en la misma fila son significativamente diferentes (P< 0.05; Tukey)

La condiciones de la fase gástrica mostraron un descenso significativo (P< 0.05) del nivel de PT (59 - 64%), FT (62 - 56%) y CT (75 - 71%) para AMD y AGA respectivamente, así como caídas de la actividad de 44% (ARA) y 83% en el poder reductor frente al nivel inicial en ambos polvos (**Tabla 2.10**).

Por su parte la etapa intestinal mostró un aumento de 94 - 116% en el nivel de PT, 146 - 108% para FT, así como de 134% para CT, además de incrementos de la actividad (ARA y FRAP) frente a la etapa gástrica de 76 y 208% respectivamente en ambos polvos (**Tabla 2.10**). Según Rodríguez-Roque y col. (2013) las condiciones ácidas de la fase gástrica afectan de distinta manera a la estabilidad de los compuestos bioactivos en

función de su naturaleza pudiendo favorecer su oxidación química o enzimática, o protegerlos de la misma. Así, algunos flavonoides como la hesperidina, la quercetina o la catequina disminuyen durante la digestión gástrica y otros compuestos como la naringenina o la rutina aumentan (Rodríguez-Roque y col., 2013).

Las Figuras 2.23 y 2.24 muestran la retención (%) de bioaccesibilidad y de actividad luego de cada etapa de la digestión gastrointestinal considerando los niveles de los parámetros de la muestra sin digerir como 100%.

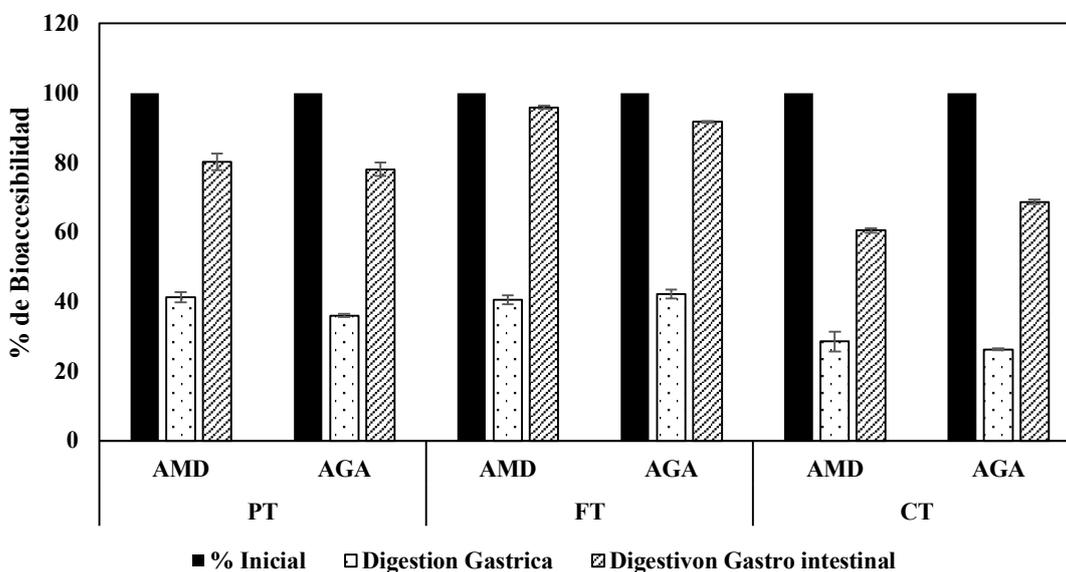


Figura 2.23. Porcentaje de bioaccesibilidad de compuestos bioactivos en las distintas etapas de la digestión “in-vitro” de polvos AMD y AGA

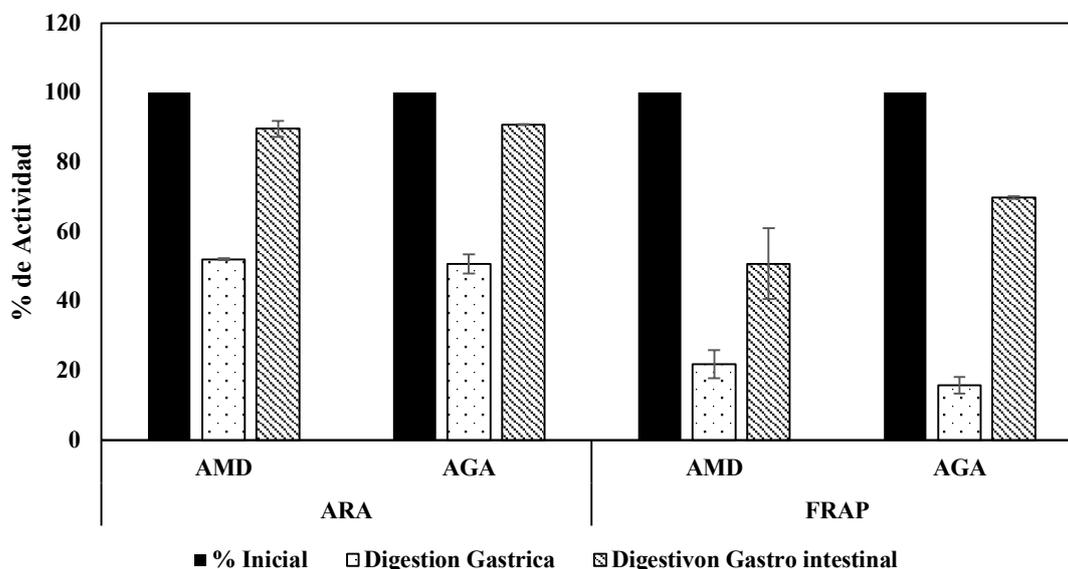
Los carotenoides fueron los compuestos más sensibles a la etapa gástrica con caídas del % bioaccesibilidad de 71 (AMD) y 74% (AGA), mientras que PT y FT tuvieron descensos de 58 (AMD) y 64% (AGA) (Figura 2.23). La etapa intestinal mostró aumentos importantes en la bioaccesibilidad (Figura 2.23), los niveles de retención respecto del contenido inicial fueron:

PT: 79% (AMD/AGA)

FT: 92 (AMD) y 96% (AGA)

CT: 60 (AMD) y 69% (AGA).

La **Figura 2.24** muestra el efecto de la digestión simulada en la actividad antiradical (ARA) y la capacidad de reducción del  $\text{Fe}^{3+}$  de las muestras.



**Figura 2.24.** Porcentaje de actividad antioxidante en distintas etapas de la digestión “in-vitro” de polvos AMD y AGA

La actividad antioxidante tuvo un patrón de comportamiento similar al de los compuestos antioxidantes: una caída pronunciada en la etapa gástrica seguido por una recuperación parcial luego de la fase intestinal. El balance neto del efecto de la digestión en la retención de actividad con respecto a la muestra sin digerir fue:

ARA: 90.14% (AMD/AGA)

FRAP: 50.74 (AMD) y 69.75% (AGA)

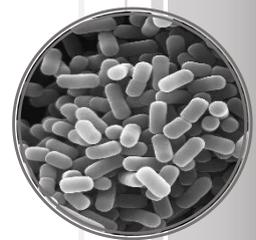
Los resultados sugieren que los cambios detectados en el nivel de antioxidantes durante la digestión y la actividad antioxidante de ambas muestras están fuertemente relacionados. Andrés (2019) obtuvo resultados similares analizando el efecto de la digestión gastrointestinal in-vitro en jugo de naranja.

## 5. Conclusiones

- El tipo de coadyuvante (maltodextrina, goma arábiga) y la concentración (5%) utilizada en el presente estudio permitieron la elaboración de polvos con buena estabilidad.
- Los valores críticos de actividad del agua pronosticados por la interrelación  $T_g/a_w$  (0.61 (AMD), 0.49 (AGA)) sobreestimaron los rangos de  $a_w$  correspondientes al color de las muestras y los niveles de estabilidad del contenido/actividad del antioxidante. La validación de estos resultados mostró que la estabilidad óptima de estas propiedades a 20 °C correspondía a  $a_w \leq 0.11$ , lo que indica que en estos casos, la  $T_g$  no era un criterio confiable para la predicción de la estabilidad.
- La ecuación de Weibull predijo satisfactoriamente el comportamiento de la actividad y el contenido de antioxidantes durante el almacenamiento. Suponiendo una retención del 90% de las diferentes propiedades como límite de aceptabilidad, los tiempos de conservación de AGA y AMD (20°C,  $a_w = 0.11$ ) fueron 50 y 34 días.
- Aunque AGA tuvo la vida útil más larga, AMD tuvo un mayor contenido de PT, FT y CT, por lo tanto, el uso de una mezcla de maltodextrina/goma arábiga podría mejorar la estabilidad del contenido/actividad antioxidante y extender la vida útil de las muestras.

## **Capítulo 3**

# **Factibilidad del uso de arazá liofilizado para obtener una bebida con bacterias lácticas y compuestos prebióticos**



## Capítulo 3. Factibilidad del uso de arazá liofilizado para obtener una bebida con bacterias lácticas y compuestos prebióticos

### 1. Introducción

En los últimos años la demanda de los consumidores ha impulsado la creación de productos funcionales que además de su valor nutritivo intrínseco, puedan tener un efecto benéfico adicional en la salud (Olagnero y col., 2007).

El ILSI (*International Life Sciences Institute*, 2002) define como alimento funcional a todo aquel producto que además de sus efectos nutritivos intrínsecos, ejerce un efecto benéfico sobre una o más funciones selectivas del organismo, de modo tal que resulte apropiado para mejorar el estado de salud y bienestar, reducir el riesgo de enfermedades, o tenga ambos efectos.

Un alimento natural o procesado se considera funcional si cumple los siguientes requisitos (ILSI, 2002):

- La adición al alimento de componentes para que produzcan beneficios como pre y probióticos.
- Producir efectos benéficos en el organismo, además de sus efectos nutricionales intrínsecos.
- Reduce o elimina componentes que produzcan efectos adversos sobre la salud (ej. grasas trans).
- La naturaleza de uno o más de sus componentes ha sido modificada químicamente para dar un aporte para la salud (ej. hidrolizados proteicos).
- Aumenta la biodisponibilidad de uno o más de sus componentes, mejorando la asimilación de compuestos benéficos.

A la fecha, la legislación Argentina no cuenta con una definición consensuada sobre los alimentos funcionales (Secretaría de Agroindustria Argentina, 2013). Sin embargo, el Código Alimentario Argentino (CAA) en los artículos 1389 y 1390 definen a los alimentos probióticos y prebióticos respectivamente.

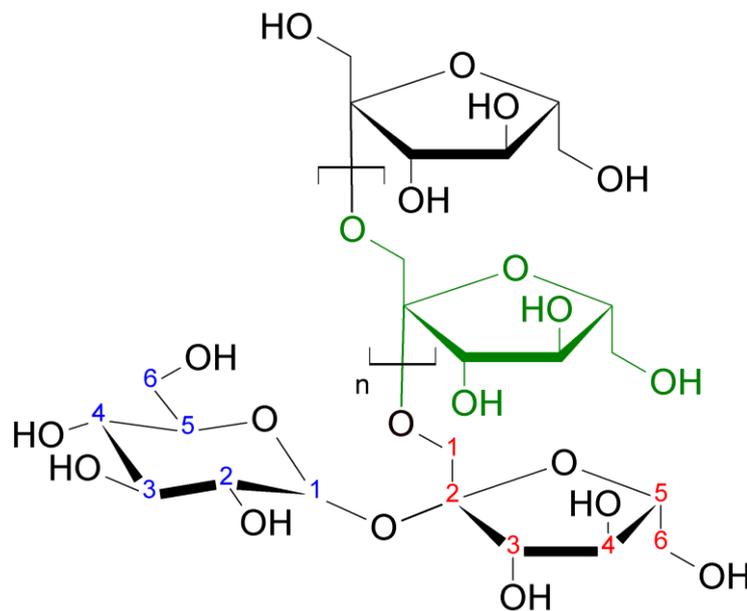
Los productos probióticos están enriquecidos con microorganismos vivos, que ingeridos en cantidades recomendadas causan efectos benéficos a la salud. Estos microorganismos tiene que ser: no patógenos, resistentes a las secreciones gástricas y biliares, ser capaces de colonizar el tracto gastrointestinal, además de poder resistir algunas aplicaciones tecnológicas (CAA). Según el código alimentario, para tener la denominación de probiótico el alimento debe tener una carga de células viables comprendida entre  $10^6$  y  $10^9$  UFC/g.

Las bacterias del género *Lactobacillus* y *Bifidobacterium* son las más usadas en la elaboración de lácteos o derivados como yogures, leches fermentadas, leches maternizadas, quesos y postres (Romano, 2016). Sin embargo, su consumo presenta ciertos factores limitantes como el alto contenido de colesterol y la presencia de lactosa o proteínas alergénicas de la leche. Al respecto, se estima que más del 75% de la población mundial presenta algún tipo de intolerancia a la lactosa debido a la ausencia de una o más enzimas requeridas para su digestión (Petrušáková y Valík, 2015).

Por otra parte, los prebióticos son ingredientes alimenticios no digeribles en el intestino delgado y que estimulan el crecimiento selectivo y/o la actividad de un número limitado de bacterias de la flora colónica produciendo beneficios para la salud (Manning y Gibson, 2004).

Por lo general son hidratos de carbono, entre ellos fibras solubles, lignina y oligosacáridos no digeribles (Hill y col., 2014). La inulina es uno de los polisacáridos más

usado como prebiótico, es un fructano polidisperso que consiste en una mezcla de oligómeros y polímeros mayores formados por uniones  $\beta$ -(2-1) fructosil-fructosa (Arrizón y col., 2014; **Figura 3.1**).



**Figura 3.1.** Estructura química de la inulina (Arrizon y col., 2014)

El grado de polimerización (GP) oscila entre 3 y 60, con un valor promedio aproximado de 10. Este polisacárido puede ser extraído de la raíz de la achicoria. Tiene diversas aplicaciones en la industria de alimentos, como sustituto del azúcar, reemplazante de las grasas, agente texturizante y/o estabilizador de espumas y emulsiones. Por este motivo son incorporados a los productos lácteos, fermentados, jaleas, postres aireados, mousses, helados y productos de panadería. (Olagnero y col., 2007).

Entre las aplicaciones mencionadas, diversos trabajos han reportado que compuestos como fructo (FOS) o galacto-oligosacáridos (GOS), y maltodextrinas son buenos agentes encapsulantes de bacterias, que además de actuar como prebióticos en algunos casos, pueden ser coadyuvantes de secado por aspersion o liofilización, evitando una pérdida significativa en la viabilidad bacteriana (Montes-Ramírez, 2013). La

encapsulación genera un microambiente que protege a los microorganismos luego de la elaboración, procesamiento y almacenamiento, permitiendo su liberación durante la reconstitución (Fuentes-Zaragoza y col., 2011; Homayouni y col., 2008).

Los simbióticos son alimentos funcionales que contienen pre y probióticos que influyen de manera positiva en el organismo mejorando el establecimiento y la supervivencia de microflora benéfica en el tracto gastrointestinal (Correia-Calpe, 2013).

La oferta de alimentos funcionales con prebióticos y probióticos en matrices no lácteas es escasa y está dominada por productos tradicionales. En todo el mundo se producen una variedad de bebidas tradicionales no lácteas fermentadas, tales como Boza, Bushera, Mahewu, Pozol y Togwa Hardaliye (Bernal-Castro, 2017). Otros productos de origen vegetal son los encurtidos fermentados de origen étnico como Tursu de Turquía (fermentación de repollo y tomate verde por acción de bacterias ácido lácticas y levaduras como *Torulopsis sp.*, *Hansenula sp.* y *Saccharomyces sp.*) y el Pak-Gard-Dong (fermentación de hojas de mostaza por bacterias autóctonas ácido lácticas; Bernal-Castro, 2017).

El crecimiento y la viabilidad de las bacterias probióticas en bebidas de frutas depende, entre otros factores, de la especie y cepa de la bacteria utilizada, el pH y las concentraciones de ácidos láctico y acético del producto final (Shori, 2016). La adición de probióticos en estos productos es más compleja que en las formulaciones lácteas, ya que las bacterias necesitan protección de las condiciones ácidas imperantes en ellas (Pimentel y col., 2015).

## 2. Objetivo

- Obtener una bebida instantánea en polvo con propiedades pre y probióticas a partir de pulpa de arazá liofilizada utilizando bacterias lácticas e Inulina como agente prebiótico.
- Caracterizar las propiedades fisicoquímicas (color, capacidad de flujo, solubilidad, grado de apelmazamiento) y nutricionales (concentración y actividad de antioxidantes) de los productos
- Evaluar las condiciones de inclusión, viabilidad y estabilidad de probióticos y prebióticos en los polvos de arazá.
- Determinar las propiedades químicas y microbiológicas de la bebida deshidratada y reconstituida luego de la exposición a condiciones gastrointestinales simuladas.

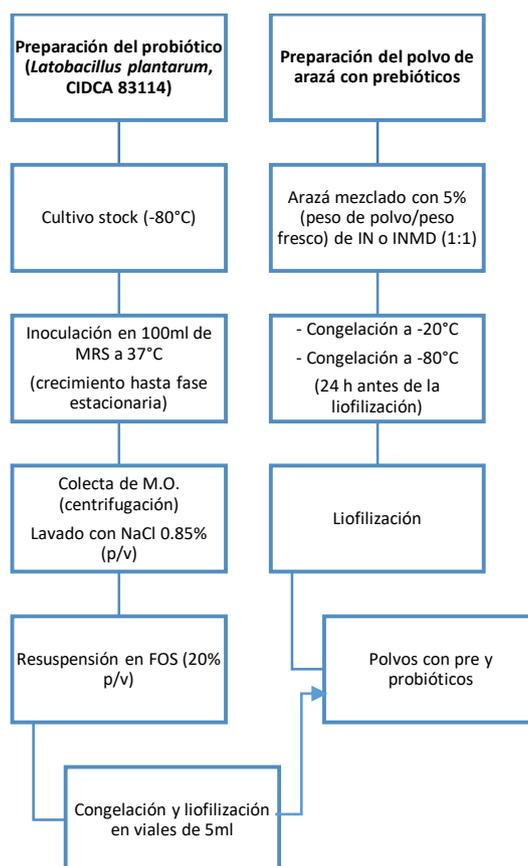
### 3. Materiales y métodos

#### 3.1. Preparación de las muestras liofilizadas de arazá sin y con probióticos

La pulpa de arazá se mezcló con 5% p/p b.h de (a) inulina (AIN) o (b) inulina/MD 1:1 (AINMD, **Figura 3.2**), ambos compuestos actúan como coadyuvantes de la liofilización pero tanto la inulina y en menor escala la maltodextrina tienen propiedades prebióticas (Correia-Calpe, 2013). El proceso de liofilización se realizó según lo descrito en el **Capítulo 2, Sec. 3.1**.

Como agente probiótico se utilizó la cepa *Lactobacillus plantarum* CIDCA 83114 previamente aislada por el grupo de Microbiología del CIDCA a partir de leches fermentadas (Garrote y col., 2001; Gómez-Zavaglia y col., 1999). Las bacterias se mantuvieron congeladas a -80 °C en leche descremada (120 g/L de sólidos) (cultivo stock). Para la obtención de la biomasa se inoculó 1% v/v del cultivo stock en 100 ml de caldo MRS (de Man y col., 1960). El cultivo se realizó a 37°C en aerobiosis, hasta alcanzar  $2 \times 10^{13}$  UFC/ml, concentración de microorganismos correspondiente a la fase estacionaria temprana de crecimiento bacteriano. Al finalizar el cultivo los

microorganismos se cosecharon mediante centrifugación ( $7000 \times g$  durante 10 min) y se sometieron a dos lavados sucesivos con solución fisiológica (NaCl 0.85 % p/v) (Golowczyc y col., 2011). El pellet obtenido se resuspendió en soluciones de 20 % p/v de fructooligosacáridos (FOS) (Orafti Beneo, Mannheim, Alemania; **Figura 3.2**) previamente esterilizadas por filtración con filtros estériles de  $0.22 \mu\text{m}$ .



**Figura 3.2.** Esquema de producción y liofilización del cultivo bacteriano y del polvo de arazá con prebióticos

### 3.1.1. Liofilización de las suspensiones bacterianas

Un mililitro de cada suspensión (bacterias + FOS) se transfirió a viales de vidrio de 5 ml. Posteriormente las soluciones bacterianas se liofilizaron en las condiciones descritas en el **Capítulo 2; Sec.3.1** para obtener un polvo con bacterias (PB).

## 3.2. Análisis fisicoquímicos

La **Figura 3.3** describe los análisis realizados para determinar la factibilidad del uso de pulpa de arazá para obtener bebidas con propiedades pre y probióticas.

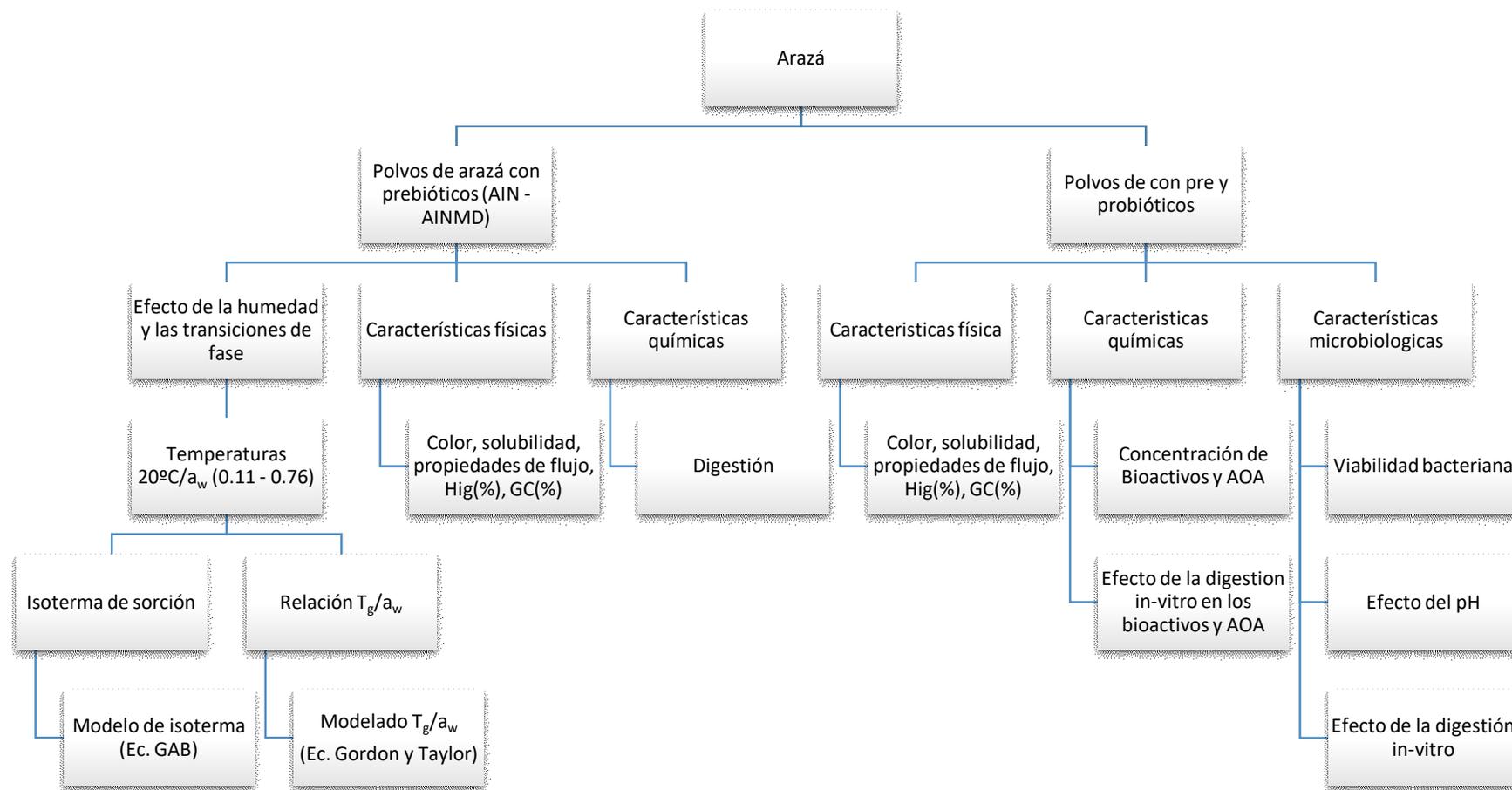


Figura 3.3. Diagrama de análisis experimental de los polvos de arazá liofilizado con inulina (AIN) e inulina/maltodextrina (AINMD)

### 3.2.1. Caracterización fisicoquímica de la bebida instantánea en polvo

Los cambios en el color, solubilidad, ángulo de reposo, índice de Hausner, higroscopicidad y grado de apelmazamiento de los polvos (**Figura 3.3**) se determinaron siguiendo los protocolos mencionados en el **Capítulo 2, Sec. 3.3.4; 3.3.5; 3.3.6; 3.3.7; 3.3.8 y 3.3.10** respectivamente.

La concentración de antioxidantes (PT, FT, CT, AA) y su actividad (ARA y FRAP) se midieron según lo descrito en el **Capítulo 2 Sec. 3.4.1; 3.4.2; 3.4.3**.

### 3.2.2. Propiedades de sorción (Isotermas de sorción de agua y temperatura de transición vítrea) a 20°C

Debido a la falta de información acerca de las propiedades de sorción del arazá usando inulina como coadyuvante, se decidió determinar las condiciones de  $a_w$ /humedad relativa a 20°C necesarias para obtener un polvo con buena coloración y altos niveles de antioxidantes/actividad. Estos resultados son necesarios para determinar un rango de actividad acuosa que permita estudios de estabilidad a largo plazo en condiciones más acotadas que incluyan tanto las propiedades fisicoquímicas como la viabilidad de los probióticos.

Las isotermas de sorción y la temperatura de transición vítrea de los polvos liofilizados AIN y AINMD a 20°C se determinaron según lo descrito en **Capítulo 2; Sec. 3.5.1, 3.5.3**.

Los datos experimentales de las isotermas y de la relación  $T_g$  vs  $a_w$  se modelaron mediante las ecuaciones de GAB y Gordon y Taylor (**Capítulo 2; Ecs. 2.13, 2.20**) respectivamente. Todas las mediciones se realizaron por triplicado. Los valores críticos del contenido de humedad ( $CW_c$ ) y de actividad de agua ( $Ca_w$ ) se determinaron según lo descrito en el **Capítulo 2, Sec. 3.5.3**.

### 3.3. Evaluación de la viabilidad bacteriana en polvos de arazá/inulina o arazá/inulina/maltodextrina

50 mg del polvo con bacterias y 250 mg de AIN o AINMD se rehidrataron en 5 ml de NaCl 0.85 % p/v durante 10 min. Las suspensiones obtenidas, previa dilución en serie, se sembraron en medio solido de agar MRS e incubaron a 37 °C por 24 h. Este proceso se repitió toda vez que se evaluó la viabilidad bacteriana. Como control se utilizó una suspensión de las bacterias en buffer fosfato salino (PBS; K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>/KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>; 0.15 mol/L NaCl, pH 7 y pH del jugo de arazá).

### 3.4. Biodigestibilidad in-vitro

Las muestras de arazá (AIN y AINMD) y los polvos con bacterias se reconstituyeron en 2.5 ml de NaCl 0.85 % (p/v) y se homogenizaron con agitación constante por 5 minutos. Para analizar el efecto de la digestión in-vitro en la concentración y actividad de antioxidantes así como en la viabilidad bacteriana se usó el protocolo propuesto en el **Capítulo 2. Sec. 3.7**.

Para determinar la viabilidad, las muestras reconstituidas, diluidas en serie, se sembraron en placas con agar MRS y posteriormente se incubaron a 37 °C por 24 h. Este procedimiento se realizó antes de la digestión y después de cada etapa de la misma (etapa gástrica y gastrointestinal).

La viabilidad del *L. plantarum* CIDCA 83114 se expresó como porcentaje de supervivencia a las condiciones de la digestión gastrointestinal simulada, mediante el cociente entre el valor logarítmico del recuento viable en el jugo luego de la etapa de digestión gástrica o intestinal (**N<sub>t</sub>**) y el recuento antes de la digestión (**N<sub>0</sub>**; **Ec. 3.1**) en el jugo (Montes-Ramírez, 2013).

$$\% Viabilidad = \frac{\log N_t}{\log N_0} \times 100 \quad (\text{Ec 3.1})$$

### 3.5. Análisis estadístico

Los resultados experimentales se analizaron mediante análisis de varianza (ANOVA) de una vía, mientras que la comparación de medias se determinó con el ensayo de Tukey para un nivel de significancia  $P < 0.05$  (Infostat v. 2013; Grupo InfoStat, FCA, Argentina). Los parámetros de los diferentes modelos empleados se estimaron por medio de análisis de regresión no lineal (Origin Pro v 8.0; OriginLab Corp., Northhampton, MA USA).

## 4. Resultados y discusión

### 4.1. Caracterización inicial de los polvos con pre y probióticos

La **Tabla 3.1** muestra las propiedades fisicoquímicas de los polvos sin equilibrar de arazá, mezclados con inulina (AIN) o inulina/maltodextrina (AINMD) sin y con agregado de bacterias lácticas (*L. plantarum* CIDCA 83114).

No se detectó efecto significativo ( $P > 0.05$ ) del agregado de bacterias en todos los parámetros fisicoquímicos evaluados, debido posiblemente a que la proporción polvo de arazá/polvo con bacterias era muy baja (5:1).

El tipo de carrier no influyó en los niveles de solubilidad, higroscopicidad y grado de apelmazamiento, así como en los indicadores de flujo (índice de Hausner, ángulo de reposo). Los valores de estos últimos indicaron que, al igual que en los polvos de arazá con maltodextrina (AMD) o goma arábiga (AGA), la fluidez de AIN y AINMD cumplieron con las condiciones propuesta por la UPS “United States Pharmacopeia Convention” (2012) y Geldart y col. (2006) (ángulo de reposos  $\leq 50$ ;  $Ha < 1.5$ ), por lo que estos polvos también podrían ser aceptables para fines de producción.

Tabla 3.1. Propiedades fisicoquímica iniciales de los polvos AIN y AINMD sin y con probióticos

Parámetros iniciales	Tipo de muestra					
	AIN/AINMD	AIN	AINMD	AIN(P)/AINMD(P)	AIN(P)	AINMD(P)
Solubilidad (Sol %)	84.77±2.34			85.01±1.10		
Índice de Hausner (Ha)	1.32±0.04			1.34±0.01		
Angulo de reposo (°)	53.60±0.44			53.57±0.20		
Higroscopicidad (Hig (%))	28.19±1.96			28.23±0.92		
GC (%)	54.46±2.88			53.98±1.35		
H (kg H <sub>2</sub> O (kg m.s) <sup>-1</sup> )		0.04±1.4x10 <sup>-3b</sup>	0.03±1.4x10 <sup>-3a</sup>		0.04±4.7x10 <sup>-3b</sup>	0.03±2.3x10 <sup>-3a</sup>
Actividad acuosa (a <sub>w</sub> )		0.08±7.1x10 <sup>-4b</sup>	0.09±7.1x10 <sup>-4a</sup>		0.08±3.4x10 <sup>-4b</sup>	0.09±2.5x10 <sup>-4b</sup>
T <sub>g</sub> (°C)		85.53°C ±2.28 <sup>b</sup>	97.87°C ±1.64 <sup>a</sup>		85.61±1.07 <sup>b</sup>	97.63±0.77 <sup>a</sup>
Luminosidad (L*)	97.23±0.38			97.63±0.65		
IS		31.84±0.36 <sup>b</sup>	37.00±0.16 <sup>a</sup>		31.84±0.16 <sup>b</sup>	37.28±0.75 <sup>a</sup>
AH (°)		100.32±0.09 <sup>b</sup>	95.90±0.05 <sup>a</sup>		100.67±0.27 <sup>b</sup>	96.02±0.29 <sup>a</sup>
PT (mg EAG (g m.s) <sup>-1</sup> )	96.53±1.39			96.13±0.65		
FT (mg (CAT (g m.s) <sup>-1</sup> )	20.93±0.39			20.74±0.17		
CT (mg β-caroteno (g m.s) <sup>-1</sup> )		45.42±0.52 <sup>b</sup>	48.44±0.49 <sup>a</sup>		45.68±0.24 <sup>b</sup>	48.14±0.22 <sup>a</sup>
AA (mg AA (100g m.s) <sup>-1</sup> )	95.81±0.89			95.57±0.41		
ARA (%)	77.56%±0.65			76.78±0.30		
FRAP (μM Fe <sup>+2</sup> (g m.s) <sup>-1</sup> )		1356.02±2.36 <sup>b</sup>	1220.88±5.02 <sup>a</sup>		1361.37±4.45 <sup>b</sup>	1231.59±9.46 <sup>a</sup>
SST	6.81±0.53			6.93±2.45		

AIN: arazá + inulina; AINMD: arazá + inulina/maltodextrina; AIN(P): arazá + inulina con probióticos; AINMD(P): arazá + inulina/maltodextrina con probióticos; GC: grado de apelmazamiento; H: Contenido de agua; T<sub>g</sub>: Temperatura de transición vítrea; IS: Índice de saturación; AH: Angulo de matiz; PT: Polifenoles totales; FT: Flavonoides totales; CT: Carotenoides totales AA: Ácido ascórbico; ARA: Actividad antirradical; FRAP: Poder reductor del hierro; SST: Solidos solubles totales; \*Propiedades con letras distintas son significativamente diferentes (P < 0.05; Tukey)

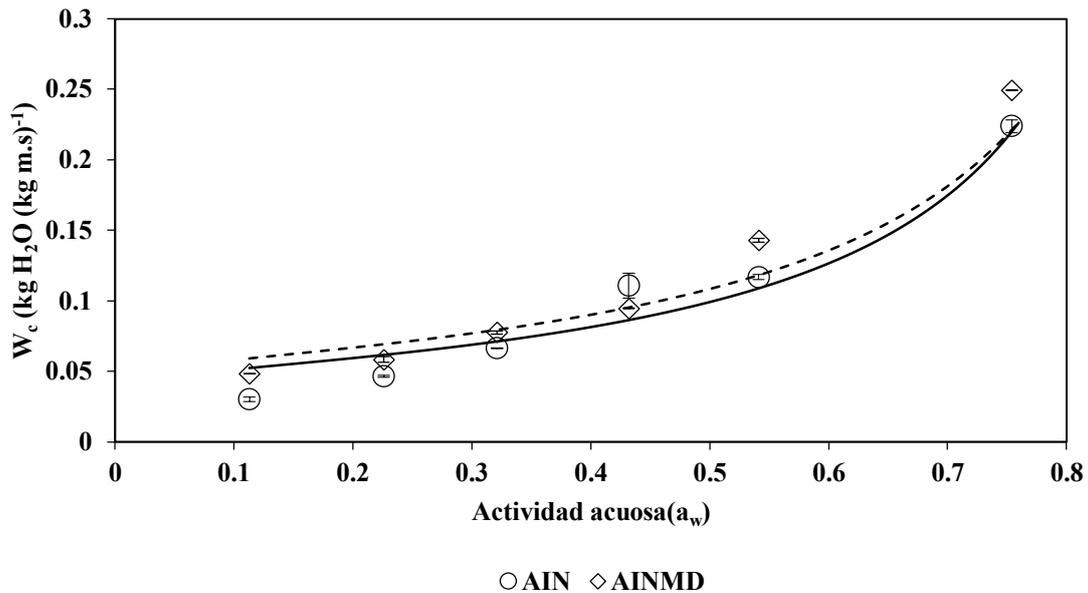
Al igual que con los polvos de arazá con maltodextrina (AMD) o goma arábica (AGA) (**Capítulo 2, Sec. 4.1**) el tipo de coadyuvante influyó ( $P < 0.05$ ) en la actividad de agua ( $a_w$ ), el contenido de humedad (H) y la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ). El agregado de maltodextrina al “carrier” disminuyó la humedad pero aumentó el  $a_w$  y la  $T_g$  en AINMD ( $P < 0.05$ ). El efecto de la incorporación de maltodextrina en la  $T_g$  de AINMD podría deberse a que como tiene una  $T_g$  ( $160^\circ\text{C}$ ; Bhandari y Howes, 1999) mucho mayor que la de la inulina ( $89.3^\circ\text{C}$ ; Yousefi y col., 2011), al incluirla en el “carrier”, incrementa la temperatura de transición vítrea del producto final.

La comparación de los parámetros de color de ambas muestras indicó que el agregado de MD no afectó  $L^*$  ( $P > 0.05$ ), aumentó el índice de saturación (7%) y redujo el ángulo de matiz (5%; **Tabla 3.1**;  $P < 0.05$ ). Por otra parte, los valores de  $L^*$ , IS y AH de AIN/AINMD fueron mayores que los correspondientes a AMD/AGA.

Los análisis químicos mostraron que el tipo de coadyuvante no influyó en los contenidos de PT, FT y AA de ambas muestras ( $P > 0.05$ ) mientras que el de CT fue mayor en AINMD ( $P < 0.05$ ). En el caso de la actividad antioxidante, ambas muestras tuvieron valores similares de ARA ( $P > 0.05$ ) pero la capacidad de reducir  $\text{Fe}^{3+}$  fue 11% mayor en AIN (**Tabla 3.1**;  $P < 0.05$ ).

#### 4.2. Isotermas de sorción de humedad

La **Figura 3.4** muestra las isotermas de adsorción de agua a  $20^\circ\text{C}$  de los polvos de arazá con inulina (AIN) o inulina/maltodextrina (AINMD).



**Figura 3.4.** Efecto del tipo de “carrier” en las isoterma de sorción de AIN y AINMD liofilizados. Las líneas entera y punteada representan el contenido de humedad en equilibrio predicho

Inicialmente ( $a_w = 0.11 - 0.23$ ), la humedad de equilibrio era mayor en AINMD que en AIN ( $P < 0.05$ ) mientras que entre  $0.33-0.44$ , no se detectaron diferencias significativas ( $P > 0.05$ ). En la zona de alta humedad ( $a_w: 0.76$ ), la humedad de equilibrio ( $W_c$ ) en AINMD fue 6% mayor que en AIN ( $P < 0.05$ ).

Al igual que con AGA y AMD (**Capítulo 2, Sec. 4.2**) las isoterma mostraron un buen ajuste de los datos experimentales al modelo de GAB ((AIN  $R^2: 0.95$ ; AINMD  $R^2: 0.97$ ; **Tabla 3.2**).

Aunque los niveles de humedad de monocapa ( $W_m$ ) de AIN y AINMD fueron 30% más altos que los correspondientes a AMD y AGA, eran menores que el límite de humedad ( $W_m > 0.1 \text{ kg } H_2O \text{ (kg m.s.)}^{-1}$  recomendado por Labuza y Ball (2002) para la preservación de la estabilidad del producto, por consiguiente las condiciones de procesamiento utilizadas eran apropiadas para obtener polvos con buena estabilidad.

**Tabla 3.2.** Parámetros de regresión y test estadístico ( $R^2$ ; %E) predichos mediante el modelo de GAB para AIN y AINMD

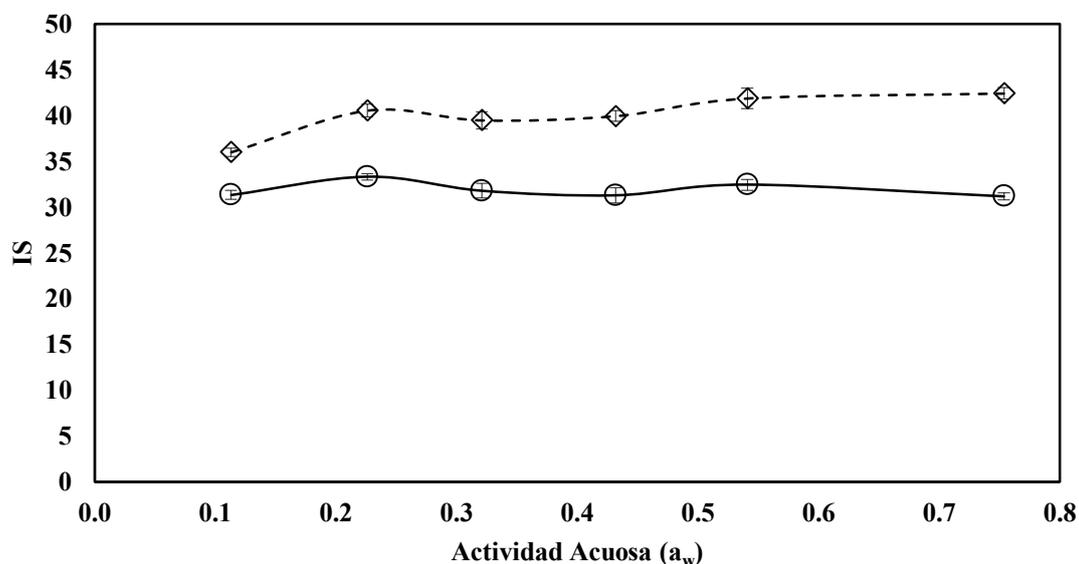
Ecuación	Parámetros		
		AIN	AINMD
GAB	$W_m$	0.064	0.066
	$K$	0.96	0.95
	$C$	9.98	17.22
	$R^2$	0.95	0.97
	$E\%$	5.72	6.17

$W_m$ : humedad de la monocapa ( $\text{kg H}_2\text{O (kg m.s)}^{-1}$ );  $K$ : factor relacionado con el calor de sorción multicapa;  $C$ : constante de GAB;  $R^2$ : Coeficiente de correlación;  $E\%$ : error medio relativo

### 4.3. Efectos de la humedad en los parámetros fisicoquímicos de AIN y AINMD

#### 4.3.1. Color

El índice de saturación fue el único parámetro de color afectado por el tipo de coadyuvante, los valores de IS (AIN) fueron 12-33% más bajos que IS (AINMD) ( $P < 0.05$ ; Figura 3.5).



**Figura 3.5.** Influencia de la actividad acuosa ( $a_w$ ) en el índice de saturación (IS) de las muestras liofilizadas AIN (○) y AINMD (◇)

El incremento de  $a_w$  de 0.11 a 0.76 no influyó en IS (AIN) ( $P > 0.05$ ) mientras que IS (AINMD) aumentó 14% ( $a_w = 0.11 - 0.23$ ) pero luego se mantuvo constante hasta  $a_w = 0.76$  ya que las variaciones detectadas entre 0.55-0.76 no fueron significativas ( $P > 0.05$ ). Por otro lado, los cambios en  $L^*$  y AH dentro de todo el rango de  $a_w$  estudiado no fueron significativos (datos no mostrados;  $P > 0.05$ ), sin embargo en AH se presentaron diferencias entre los polvos sin equilibrar y  $a_w = 0.11$  en ambos casos.

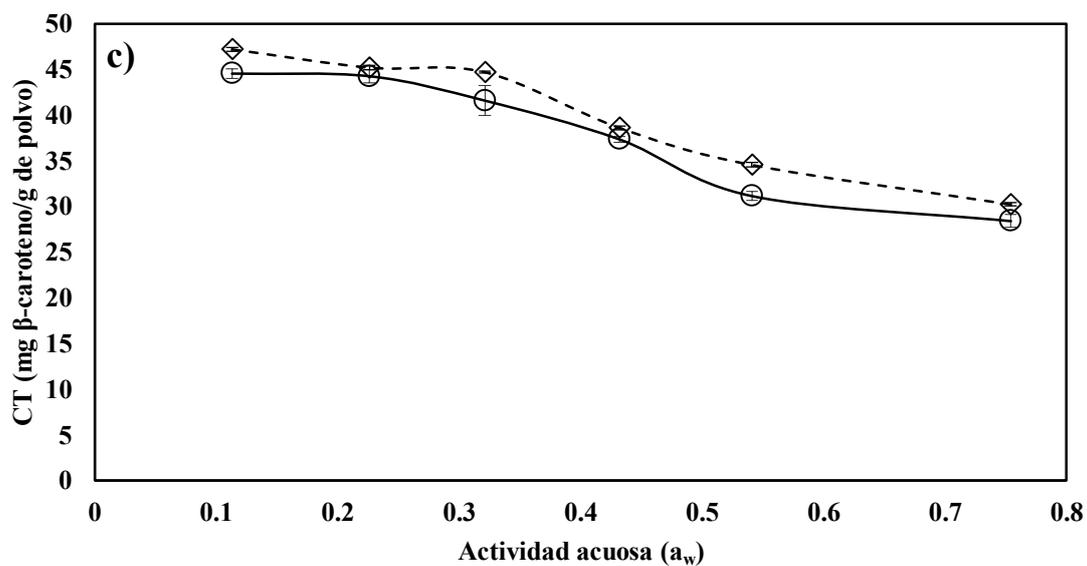
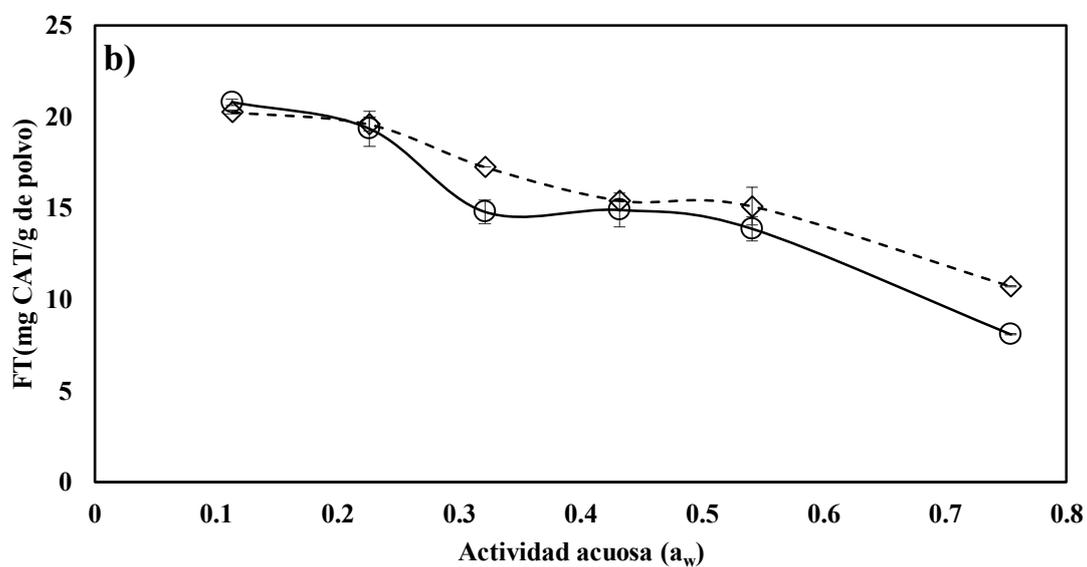
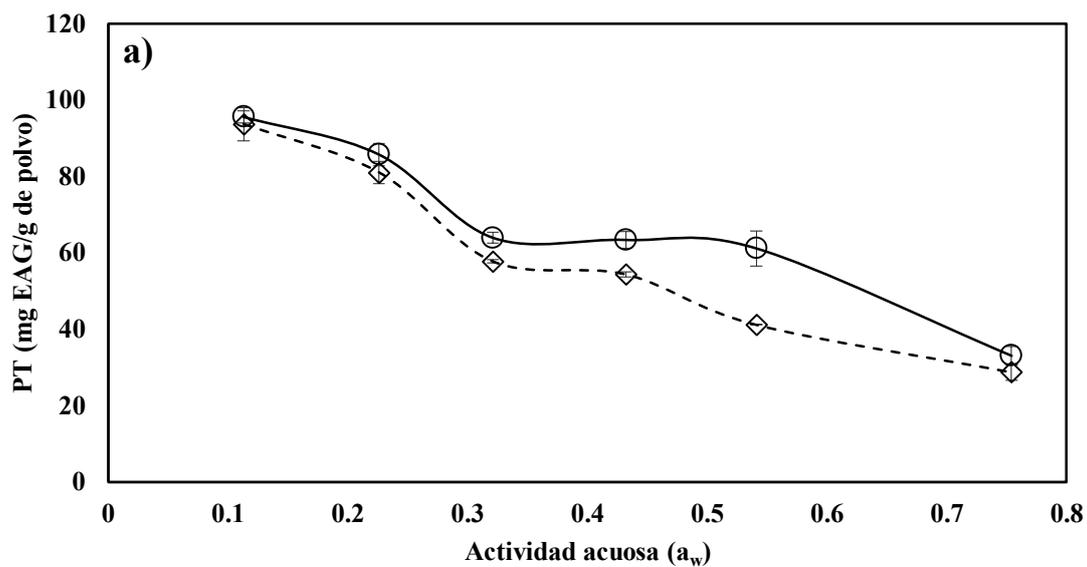
#### 4.3.2. Efecto de la humedad en la concentración y actividad antioxidante

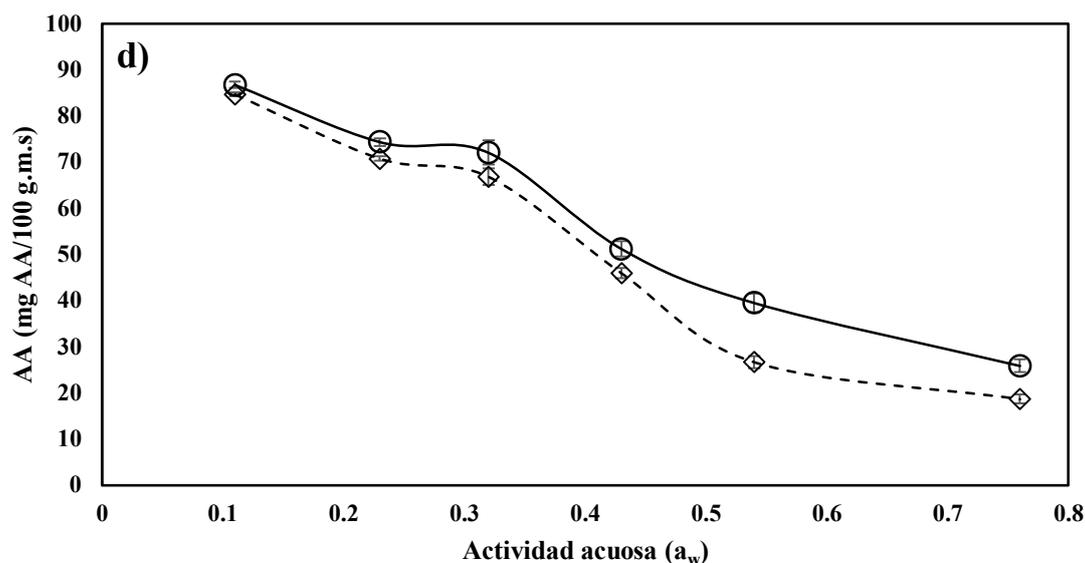
La **Figura 3.6** muestra el efecto de la actividad de agua ( $a_w$ ) en la concentración (PT: **a**; FT: **b**; CT: **c**; AA: **d**) y actividad antioxidante (ARA: **e**; FRAP: **f**) de los polvos de arazá con inulina (AIN) o inulina/maltodextrina (AINMD).

No se detectó efecto del coadyuvante ( $P > 0.05$ ) en la concentración de PT, FT y AA para valores de  $a_w$  entre 0.11- 0.23, (**Figura 3.6 a, b, d**). A partir  $a_w \geq 0.33$  hubo pérdidas significativas ( $P < 0.05$ ) en PT [AINMD (28%) y AIN (34%)] y de FT [AINMD (14%) y AIN (29%)].

En las zonas de  $a_w \geq 0.54$  se observaron caídas de 6 (AINMD y 20% (AIN) en PT así como de 8 (AINMD) y 14% (AIN) en FT. La pérdida de carotenoides totales no fue afectada por el tipo de carrier ( $P > 0.05$ ) alcanzando un valor de 37.5% en ambas muestras.

La variación del contenido de AA fue significativa en todo el rango de actividad acuosa utilizado y además dependió del tipo de coadyuvante ya que la pérdida fue 71 (AIN) y 78% (AINMD) ( $P > 0.05$ ).



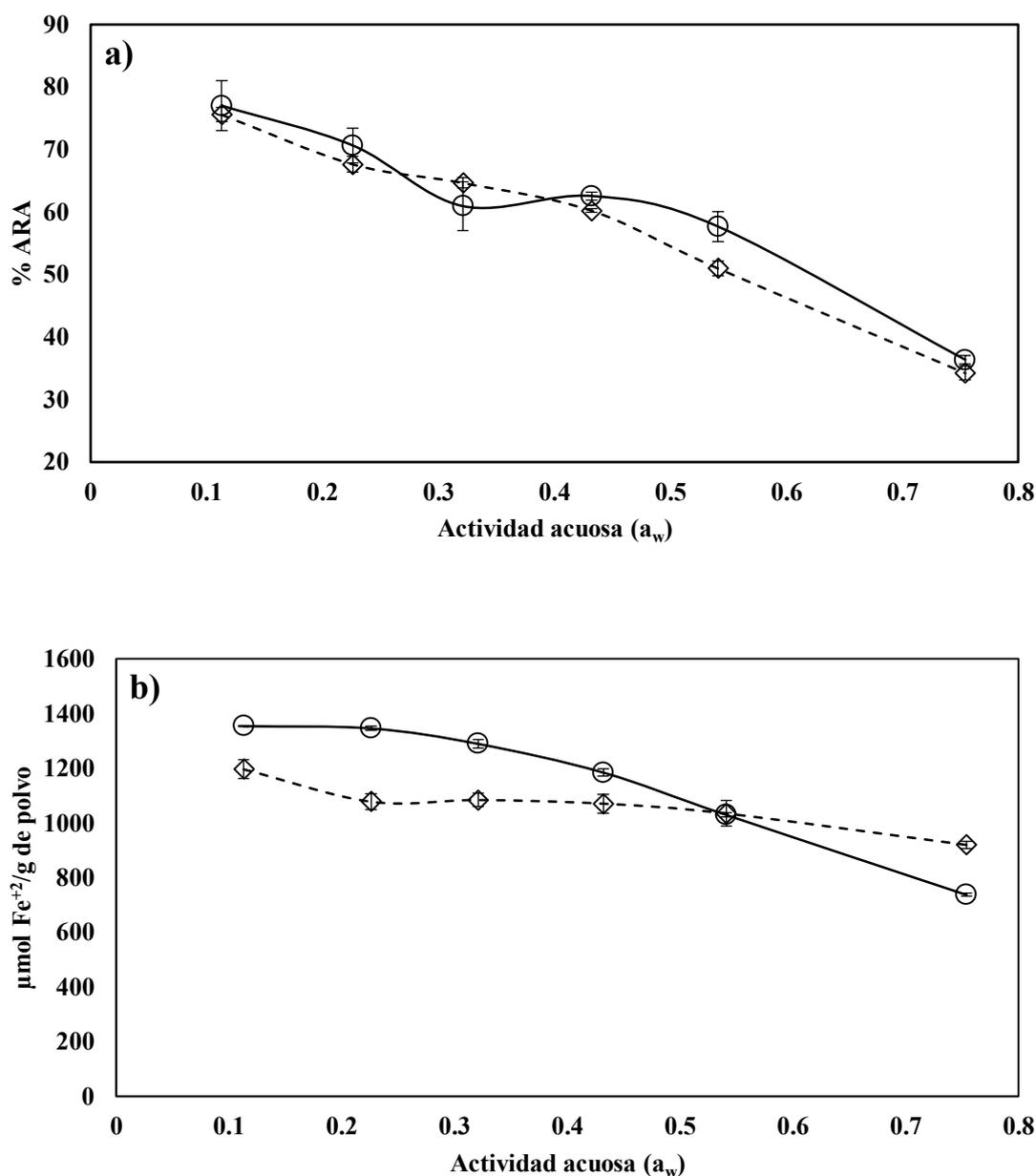


**Figura 3.6.** Efecto de la actividad acuosa en los polifenoles (PT, **a**), flavonoides (FT, **b**), carotenoides totales (CT, **c**), ácido ascórbico (AA; **d**) de muestras liofilizadas AIN (○) y AINMD (◇).

Los rangos de estabilidad para evitar las pérdidas por efecto de la humedad de cada antioxidante evaluado fueron:

- | AIN              | AINMD            |
|------------------|------------------|
| • $PT \leq 0.23$ | • $PT \leq 0.11$ |
| • $FT \leq 0.23$ | • $FT \leq 0.23$ |
| • $CT \leq 0.33$ | • $CT \leq 0.33$ |
| • $AA \leq 0.11$ | • $AA \leq 0.11$ |

La influencia del tipo de coadyuvante en ARA fue no significativa ( $P < 0.05$ ) para  $a_w = 0.11 - 0.43$ , con caídas del 20% en su actividad. Incrementos posteriores redujeron la actividad de ambas muestras ya que en zonas de alta humedad ( $a_w = 0.76$ ) AIN y AINMD presentaron pérdidas de 53 y 55% respectivamente respecto de su valor inicial (**Figura 3.7a**).



**Figura 3.7.** Efecto de la actividad acuosa en la actividad antiradical (ARA; **a**) y el poder reductor (FRAP; **b**) en los liofilizados de arazá con inulina ( $\circ$ ) e inulina/maltodextrina ( $\diamond$ )

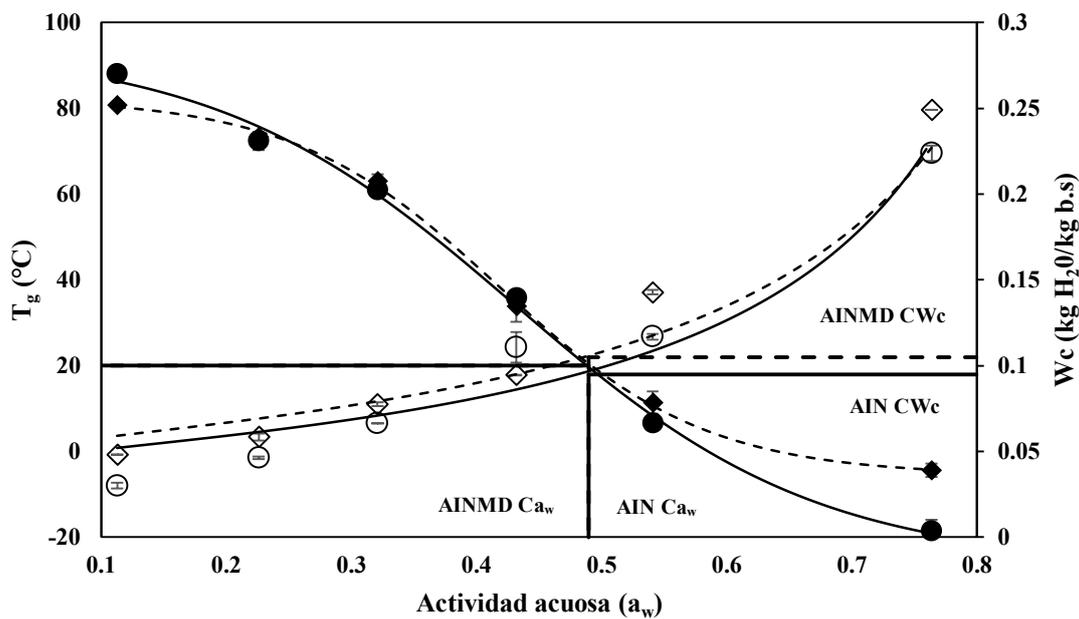
En cuanto al poder reductor (FRAP; **Figura 3.7b**) se observó un efecto del “carrier” durante todas las humedades evaluadas, con un valor inicial mayor en AIN que en AINMD (**Tabla 3.1**), sin embargo, los polvos de arazá mezclados con inulina/maltodextrina (AINMD) fueron más estables en  $a_w$  entre 0.23 y 0.54 (**Figura 3.7b**). Aumentos del  $a_w$  de 0.11 a 0.76 causaron caídas de FRAP de 46% en AIN y 24% en AINMD.

El rango de estabilidad en la actividad antioxidante con respecto a la humedad fue:

- | AIN                | AINMD              |
|--------------------|--------------------|
| • $ARA \leq 0.23$  | • $ARA \leq 0.11$  |
| • $FRAP \leq 0.33$ | • $FRAP \leq 0.11$ |

#### 4.4. Efecto de la temperatura de transición vítrea/contenido de humedad de equilibrio/actividad acuosa en AIN y AINMD

Inicialmente ( $a_w = 0.11$ ) se detectó un efecto significativo del coadyuvante en la temperatura de transición vítrea (**Figura 3.8**,  $P < 0.05$ ), la  $T_g$  de AIN fue mayor que la de AINMD ( $P < 0.05$ ) mientras que entre 0.23 - 0.54, ambas muestras tuvieron valores similares ( $P > 0.05$ ).



**Figura 3.8.** Efecto de  $a_w$  en la  $T_g$  (AIN (●); AINMD (◆) y el contenido de humedad en equilibrio ( $W_c$ : AIN (○); AINMD (◇)) en los polvos AIN y AINMD. Las líneas representan los valores predichos por GAB y Gordon-Taylor;  $Ca_w$ : actividad de agua crítica;  $CW_c$ : contenido de humedad crítico

Los resultados experimentales indicaron que incrementos de  $a_w$  hasta 0.54 produjeron una caída 91% en la  $T_g$  de ambas muestras, pero que entre 0.54 -0.76 la

pérdida fue mayor ( $P < 0.05$ ) en los polvos de arazá mezclado con inulina/maltodextrina (AINMD).

Al igual que en los polvos estudiados en el **Capítulo 2**, la ecuación de Gordon-Taylor predijo satisfactoriamente la relación  $T_g/a_w$  (**Figura 3.8; Tabla 3.3**) en AIN y AINMD. Los valores de  $k_{GT}$  en AIN y AINMD fueron similares ( $P > 0.05$ ) por lo que el efecto de plastificación del agua no se vio afectado por el tipo de “carrier”.

**Tabla 3.3.** Parámetros estimados de Gordon–Taylor ( $T_{gs}$ ,  $T_{gw}$ ,  $W_s$ ), valores críticos de contenido de agua ( $CW_c$ ) y actividad acuosa ( $Ca_w$ ) de arazá liofilizado encapsulado con inulina (AIN) o inulina/maltodextrina (AINMD)

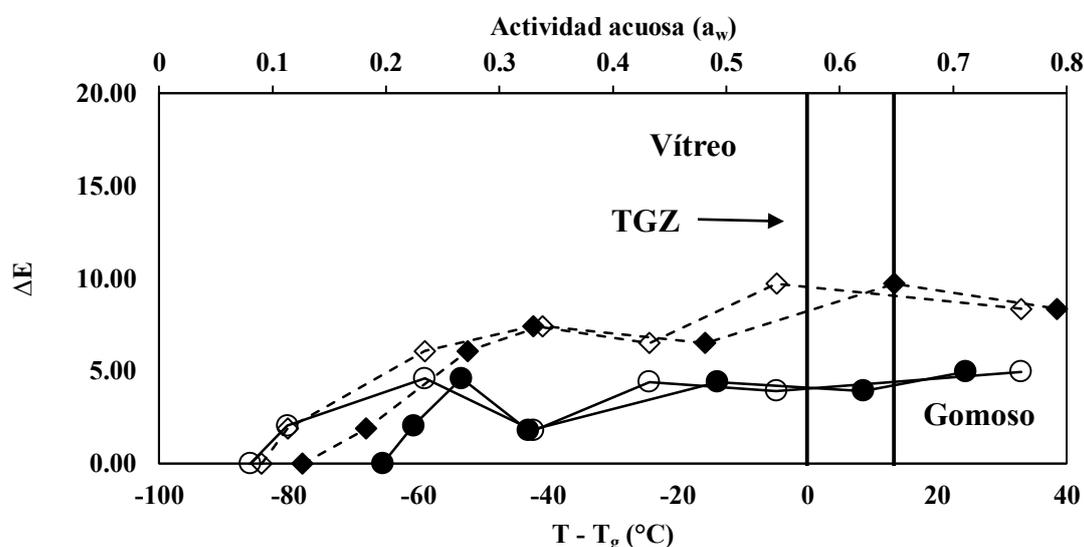
Parámetros	AIN <sup>a</sup>		AINMD <sup>b</sup>	
	Valor	Error	Valor	Error
<b>Modelo de Gordon-Taylor</b>				
$T_{gs}$ (°C)	112.85	11.79	162.33	6.98
$k_{GT}$	2.58	0.59	2.14	0.37
$X_s$	0.57	$2.1 \times 10^{-3}$	0.29	$1.2 \times 10^{-3}$
$T_{gw}$ (°C)	-135		-135	
$R^2_{adj}$	0.92		0.95	
<b>Parámetros críticos</b>				
$Ca_w$	0.49		0.49	
$CW_c$ (kg H <sub>2</sub> O (kg m.s) <sup>-1</sup> )	0.095		0.105	

<sup>a</sup>AIN: arazá liofilizado encapsulado con inulina; <sup>b</sup>AINMD: arazá liofilizado encapsulado con inulina/maltodextrina; m.s.: materia seca;  $X_s$ : fracción de sólidos;  $T_{gw}/T_{gs}$ : temperatura de transición vítrea del agua y del sólido anhidro

Los valores críticos de contenido de humedad ( $CW_c$ ) y la actividad de agua crítica ( $Ca_w$ ) para una temperatura de almacenamiento de 20°C (**Tabla 3.3; Figura 3.8**) indicaron que para conservar el estado vítreo de los polvos con inulina (AIN) o inulina/maltodextrina (AINMD) durante un almacenamiento, las muestras deben

mantenerse en humedades relativas inferiores al 49% pero con contenidos de humedad hasta 0.085 y 0.105 kg H<sub>2</sub>O (kg m.s)<sup>-1</sup>, respectivamente. Estos valores críticos de actividad de agua (Ca<sub>w</sub>) fueron similares a los obtenidos en polvos de arazá con goma arábica (AGA; **Capítulo 2, Sec. 4.4.6**), sin embargo los valores críticos de contenido de humedad fueron menores en AIN y AINMD respecto a los de AGA y AMD (0.12 y 0.14 kg H<sub>2</sub>O (kg m.s)<sup>-1</sup>, respectivamente). Schaller-Povolny y col. (2000) informaron valores críticos de actividad acuosa entre 0.44 y 0.49 en inulina HP.

La **Figura 3.9**, muestra el efecto de la actividad de agua y la temperatura de transición vítrea en la diferencia total de color. De la misma forma que se describió en el **Capítulo 2, Sec. 4.4.6**, se consideró el efecto T<sub>g</sub> como  $\Delta T = T_{\text{almacenamiento}} - T_g$  (T.alm= 20°C).



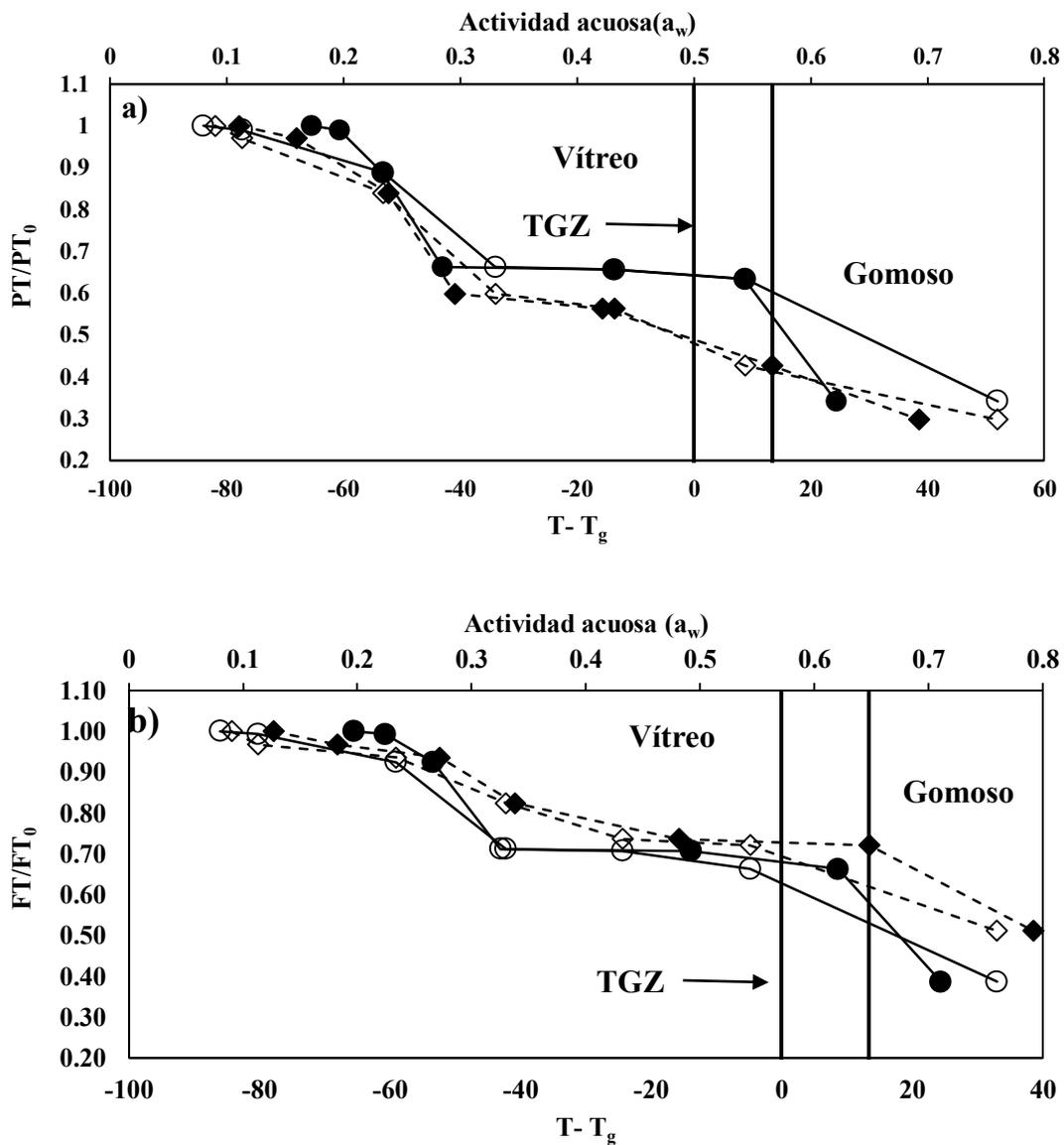
**Figura 3.9.** Efecto de a<sub>w</sub> (AIN-○-; AINMD-◇-) y T.alm - T<sub>g</sub> (AIN-●-; AINMD-◆-), en la diferencia total de color (ΔE) en AIN y AINMD. TGZ: zona de transición vítrea T.alm= 20°C

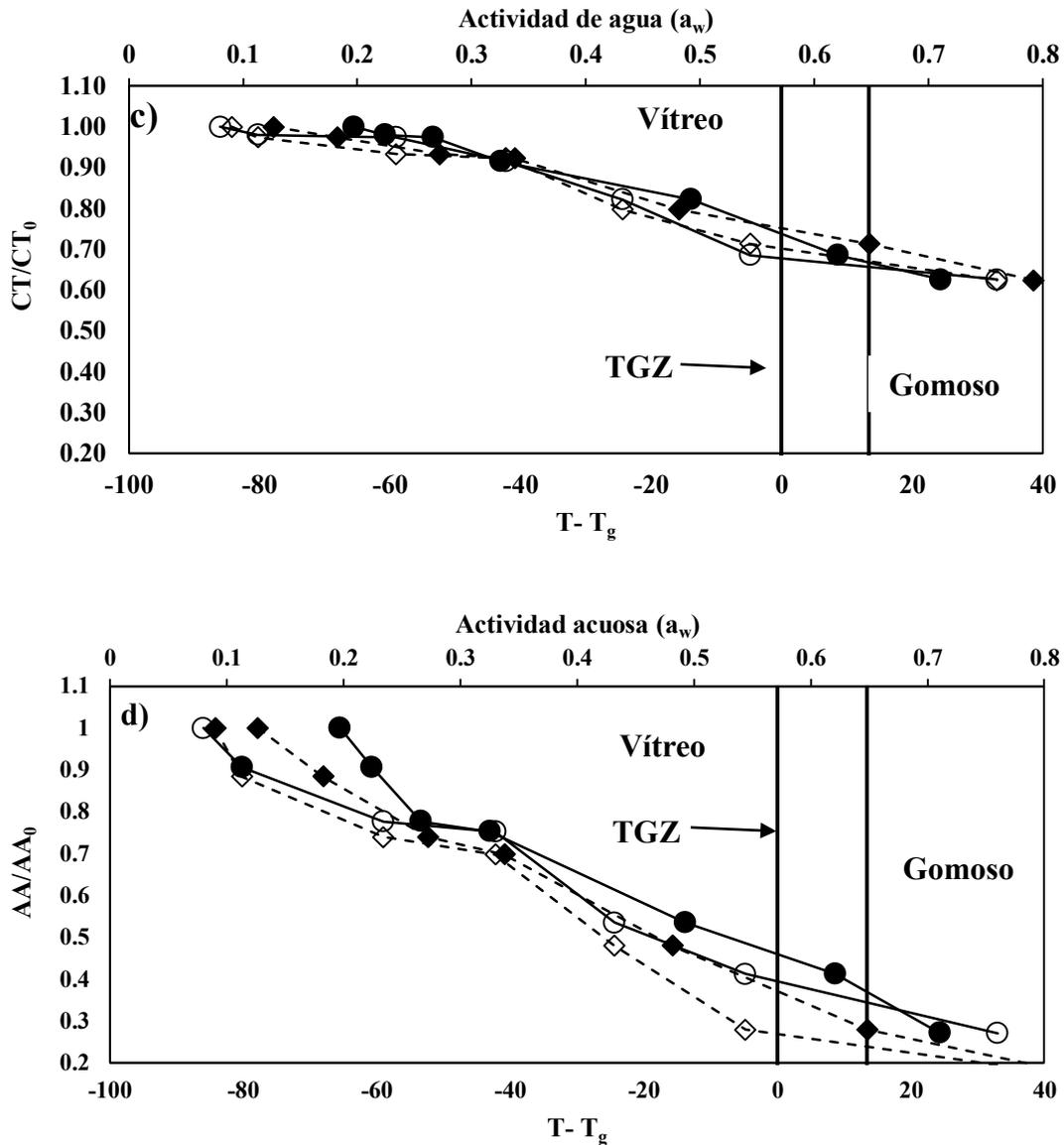
Al igual que en las muestras de arazá liofilizado con maltodextrina o goma arábica, la pérdida de color total (ΔE) en la zona vítrea fue significativa (P < 0.05) con incrementos respecto del valor inicial de 125 (AIN) y 221% (AINMD; **Figura 3.9**).

Si se comparan con los valores obtenidos para AGA y AMD (Capítulo 2, Sec. 4.4.6), puede concluirse que el uso de inulina como coadyuvante tuvo efectos positivos en la pérdida de  $\Delta E$  ya que el orden de estabilidad de este parámetro fue:

$$\Delta E (\text{AIN}) < \Delta E (\text{AMD}) < \Delta E (\text{AINMD}) < \Delta E (\text{AGA})$$

La Figura 3.10 muestra el efecto de la humedad ( $a_w$ ) y la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) en la retención de PT (a), FT (b), CT (c), y de ácido ascórbico (d) en AIN y AINMD.

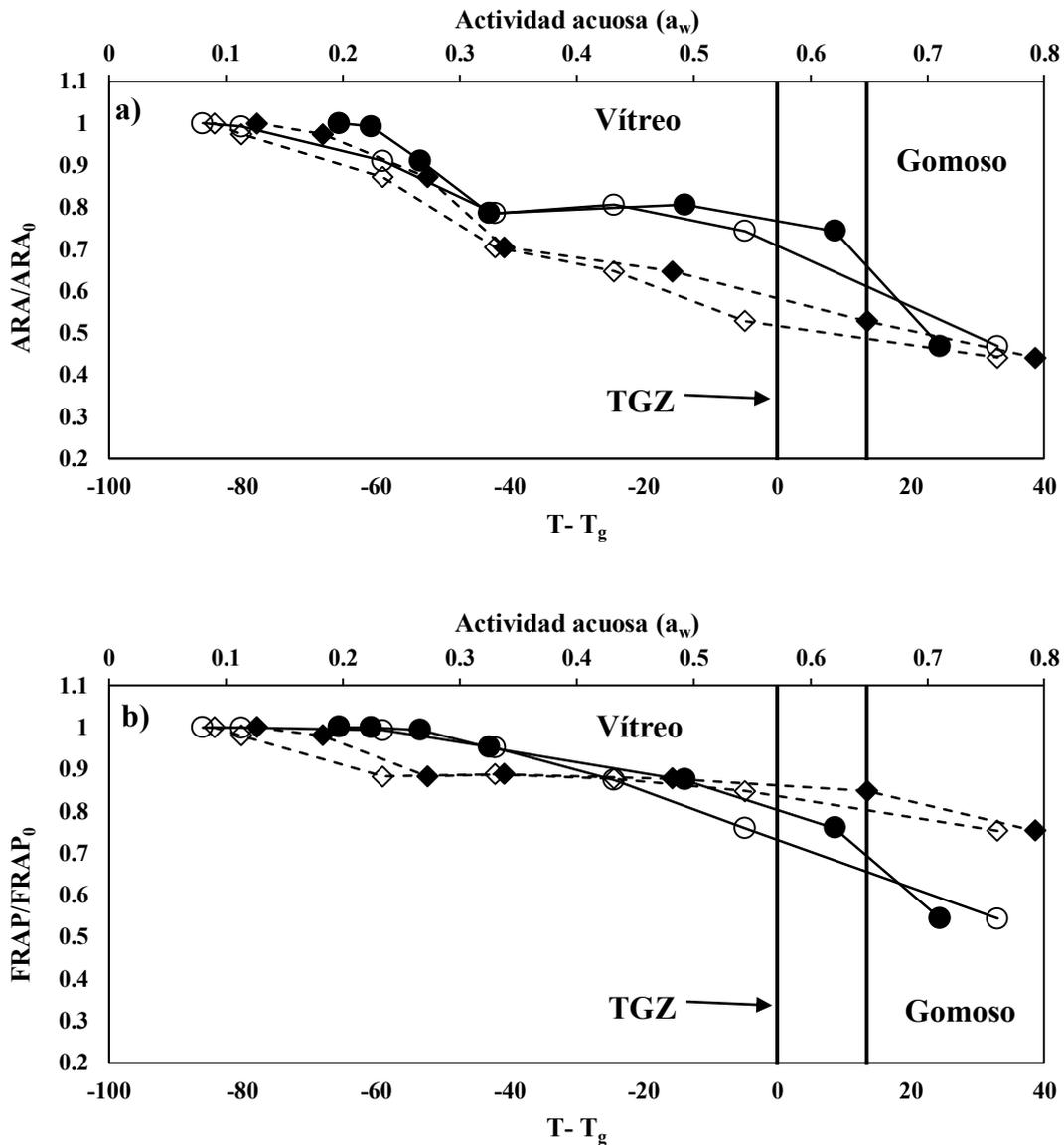




**Figura 3.10.** Efecto de  $a_w$  (AIN-○-; AINMD-◇-) y  $T_{alm} - T_g$  (AIN-●-; AINMD-◆-) en la retención de PT (a), FT (b), CT (c) y AA (d) de los polvos de arazá AIN y AINMD. TGZ: zona de transición vítrea.  $T_{alm}= 20^\circ\text{C}$

En la zona de baja humedad ( $a_w$ : 0.11 – 0.23), la retención de PT, FT y CT se mantuvo estable, sin embargo estos valores disminuyeron marcadamente para  $a_w = 0.23$  y 0.33 con caídas entre 33 y 40% (PT), 28 y 36% (FT), 8 y 20% (CT) en AIN y AINMD respectivamente (Figura 3.10 a, b c), con descensos mayores a su vez que los registrados en AGA y AMD.

De manera similar a lo observado en el **Capítulo 2, Sec. 4.4.6**, la influencia del tipo de coadyuvante en el contenido de AA fue altamente significativa ( $P < 0.05$ ), entre 0.11-0.43, la retención de AA en AIN y AINMD cayó 51(AIN) y 58% (AINMD) (**Figura 3.10d**), mientras que con goma arábica o maltodextrina la pérdida fue 19 (AGA) y 37% (AMD).



**Figura 3.11.** Influencia de  $a_w$  (AIN- $\circ$ -; AINMD- $\diamond$ ) y  $T_{alm} - T_g$  (AIN- $\bullet$ -; AINMD- $\blacklozenge$ ) en ARA (a) y FRAP (b) de los polvos AIN y AINMD. TGZ: zona de transición vítrea.  $T_{alm} = 20^\circ\text{C}$

La actividad antioxidante (ARA, FRAP) en AIN y AINMD mostró una tendencia en los cambios de la retención presentados en la zona vítrea similar a la observada en

AMD y AGA (**Capítulo 2, Sec. 4.4.6**); **Figura 3.11a, b**), con pérdidas de 19 (ARA (AIN)) y 36% (ARA (AINMD)) y de FRAP de 12% (FRAP (AIN/AINMD)) en  $a_w = 0.43$ . Resultados similares se obtuvieron en la retención del poder reductor de los polvos de arazá AGA y AMD (**Capítulo 2, Sec. 4.4.6**) con caídas en la retención del poder reductor de 14% independientemente del tipo de “carrier” ( $P > 0.05$ ).

Estos resultados indican que para obtener la mayor estabilidad en el color, el contenido de antioxidantes, la actividad antiradicalaria y la capacidad de reducir el  $Fe^{3+}$  los polvos de arazá liofilizado utilizando inulina o inulina/maltodextrina como coadyuvantes a 20°C, la actividad acuosa debe ser  $\leq 0.11$  que equivale a 11% .humedad relativa.

#### **4.5. Elaboración de una bebida funcional de arazá con inulina o inulina y maltodextrina, en polvo**

Para determinar la relación polvo de arazá liofilizado (PAL)/polvo con bacterias (PB) que permita obtener un producto con buen color y niveles de palatabilidad y viabilidad bacteriana que satisfagan los requisitos para que la bebida sea considerada funcional (CAA; Hill y col., 2014) se utilizaron las siguientes condiciones.

- a) Conc. final 110 mg/ml (PAL/PB = (100 /10) mg/ml)
- b) Conc. final 60 mg/ml (PAL/PB = (50 /10) mg/ml)
- c) Conc. final 30 mg/ml (PAL/PB = (20 /10) mg/ml)

Al reconstituir el polvo en una concentración de 110 mg/ml (100 mg de AIN o AINMD y 10 mg de polvo con bacterias) el crecimiento bacteriano fue nulo, mientras que con 30 mg/ml (PAL/PB = 20/10), hubo crecimiento de las bacterias pero tanto el color como la palatabilidad del producto eran inaceptables. Los resultados indicaron que la concentración de polvo de arazá/polvo con bacterias necesaria para obtener un producto

con buen color, alta palatabilidad y baja pérdida de viabilidad sería de 60 mg/ml (50 mg/ml de PAL y 10 mg/ml PB).

Para determinar la influencia el pH y la digestión gastrointestinal in-vitro en la viabilidad bacteriana de la bebida simbiótica de arazá, 50 mg de polvos con bacterias obtenidos en la **Sec 3.1** se incorporaron a muestras de AIN y AINMD (250 mg), la mezcla obtenida se reconstituyó con 5ml de solución fisiológica (NaCl 0.85%).

La **Tabla 3.4** muestra el efecto del pH del jugo en la viabilidad de las bacterias probióticas adicionadas a los polvos AIN y AINMD.

**Tabla 3.4.** Efecto del pH en la viabilidad bacteriana en los jugos de arazá con inulina (AIN) o inulina y maltodextrina (AINMD)

N <sub>0</sub>				
	PBS pH 2.52	PBS pH 3.48	PBS pH 3.58	PBS pH 6.5
UFC/g	9.55x10 <sup>10</sup>	1.38x10 <sup>11</sup>	1.25x10 <sup>11</sup>	2.10x10 <sup>11</sup>
LogUFC/g	10.98±0.08	11.14±0.03	11.10±0.05	11.32±0.10
N <sub>t</sub>				
	AIN(P)		AINMD(P)	
UFC/g	1.06x10 <sup>11</sup>		8.98x10 <sup>10</sup>	
LogUFC/g	11.03±0.02		10.95±0.04	
Supervivencia (%)				
	pH 2.52	pH 3.48	pH 3.58	pH 6.5
AIN(P)	101.24 %	100.17 %	99.80 %	98.18 %
AINMD(P)	99.75 %	98.70 %	98.34 %	96.74 %

PBS: Buffer fosfato salino; N<sub>0</sub>: Recuento en los controles; N<sub>t</sub>: Recuento en la muestra; AIN: Arazá con inulina; AINMD: Arazá con inulina/maltodextrina; P: Probióticos (*lactobacillus plantarum* CIDCA 83114)

No se detectó un efecto del pH en el % de supervivencia de las bacterias en los jugos de arazá con inulina o inulina/maltodextrina, los porcentajes de supervivencia estuvieron por encima del 95% (**Tabla 3.4**) por consiguiente AIN y AINMD son una matriz apropiada para el desarrollo de *L. plantarum* CIDCA 83114. Cabe señalar que los

polvos de arazá sin el agregado del probiótico (AIN y AINMD) no presentaron crecimiento en los medios de cultivo.

#### 4.6. Efecto de digestión in-vitro en la concentración, actividad antioxidante y viabilidad del probiótico en los polvos AIN(P) y AINMD(P)

La **Tabla 3.5** muestra el efecto de la digestión in-vitro en la concentración de compuestos bioactivos (PT, FT, CT,) y actividad antioxidante (ARA, FRAP) de los polvos AIN y AINMD con probióticos.

Al igual que en la caracterización inicial, no se detectaron diferencias significativas en los niveles de bioactivos y de actividad entre las muestras con y sin agregado de probióticos correspondientes a cada etapa de la digestión simulada por lo tanto los valores presentados en la tablas corresponden a los promedios de los polvos con y sin probióticos.

**Tabla 3.5.** Efecto de la digestión in-vitro en la concentración de compuestos bioactivos y actividad antioxidante en polvos de arazá con AIN(P) y AINMD(P)

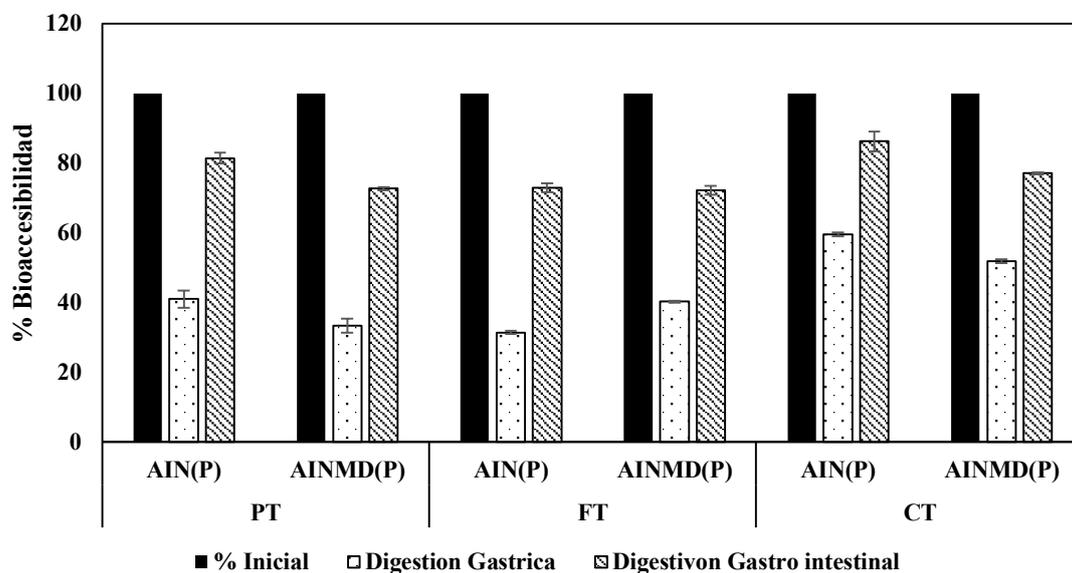
	Valores iniciales		Digestión Gástrica		Digestión Gastrointestinal	
	AIN(P)	AINMD(P)	AIN(P)	AINMD(P)	AIN(P)	AINMD(P)
<b>PT</b>	97.46±0.16 <sup>c</sup>	95.76±0.56 <sup>c</sup>	39.96±0.17 <sup>b</sup>	31.93±0.76 <sup>a</sup>	79.40±0.79 <sup>d</sup>	69.61±2.21 <sup>c</sup>
<b>FT</b>	22.67±1.05 <sup>c</sup>	21.34±1.30 <sup>c</sup>	7.13±0.71 <sup>a</sup>	8.61±1.57 <sup>a</sup>	16.53±0.97 <sup>b</sup>	15.41±0.36 <sup>b</sup>
<b>CT</b>	45.17±2.66 <sup>c</sup>	47.83±1.62 <sup>c</sup>	26.91±1.09 <sup>a</sup>	24.81±0.62 <sup>a</sup>	38.96±1.09 <sup>b</sup>	36.87±0.62 <sup>b</sup>
<b>ARA</b>	79.82±4.56 <sup>c</sup>	76.40±1.22 <sup>c</sup>	38.96±2.37 <sup>a</sup>	37.19±1.94 <sup>a</sup>	66.87±1.50 <sup>b</sup>	65.01±0.88 <sup>b</sup>
<b>FRAP</b>	1356.66±9.38 <sup>c</sup>	1221.22±3.02 <sup>d</sup>	247.10±10.54 <sup>a</sup>	226.05±13.02 <sup>a</sup>	725.26±9.30 <sup>b</sup>	635.78±31.63 <sup>c</sup>

AIN(P): Arazá + inulina con probióticos; AINMD(P): Arazá inulina/maltodextrina con probióticos; PT: Polifenoles totales mg EAG/g m.s; FT: Flavonoides totales mg CAT/g m.s; CT) Carotenoides totales mg β-caroteno/g m.s; AA: Ácido ascórbico mg AA/100 g m.s; ARA: Actividad antiradical % de inhibición; FRAP: Poder reductor μM Fe<sup>3+</sup>/g m.s. \*Superíndice con letras diferentes en cada columna representan diferencias significativas (P< 0.05; Tukey)

La **Figura 3.12** muestra la bioaccesibilidad de los polifenoles (PT), flavonoides (FT) y carotenoides totales (CT) correspondientes a las etapas gástrica e intestinal de la

digestión simulada de AIN(P) y AINMD(P), considerando que 100% de bioaccesibilidad corresponde a la concentración del bioactivo en la muestra sin digerir.

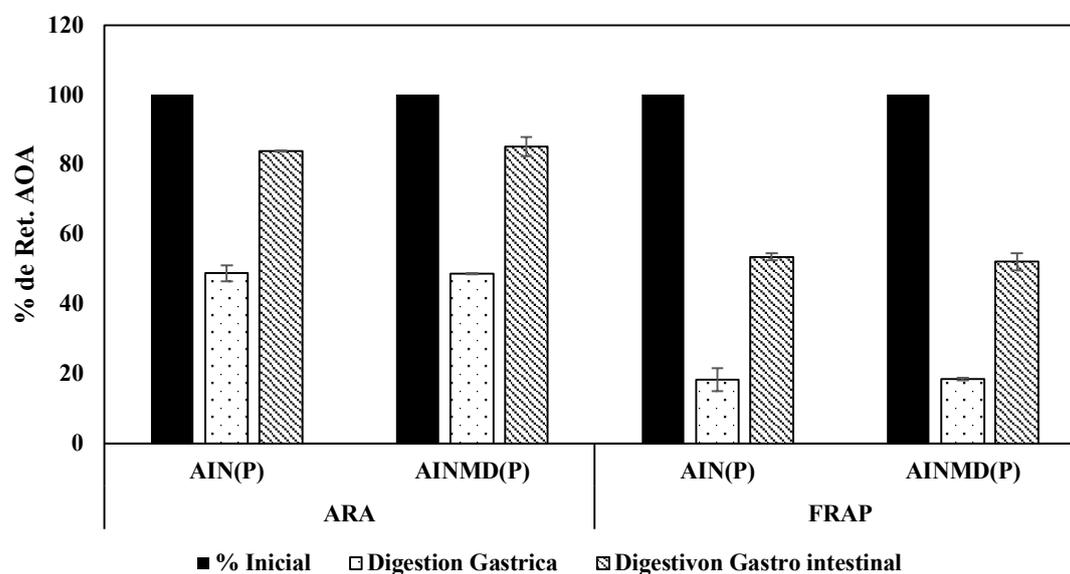
La digestión gástrica redujo el contenido de bioactivos de AIN(P) (41- 69%) y de AINMD(P) (49 - 67%), pero esta pérdida fue parcialmente compensada en la etapa intestinal ya que la bioaccesibilidad de PT, FT y CT aumentó a niveles mayores al 70% (Figura 3.12). El efecto del coadyuvante fue significativo solo para el contenido de polifenoles totales, en ambas etapas la bioaccesibilidad de PT era mayor en AIN(P) que en AINMD(P) ( $P < 0.05$ ).



**Figura 3.12.** Retención de la bioaccesibilidad (%) de compuestos bioactivos (polifenoles (PT), flavonoides (FT) y carotenoides (CT)) en las distintas etapas de la digestión in-vitro de polvos de arazá/inulina (AIN(P)) y arazá/inulina/maltodextrina (AINMD(P)) con probióticos (P). retención 100% = (PT/FT/CT) en muestras sin digerir

La Figura 3.13 muestra el efecto de las etapas digestivas (gástrica e intestinal) en la actividad antioxidante (ARA y FRAP) del arazá liofilizado con inulina e inulina/maltodextrina con el agregado de bacterias lácticas liofilizadas (*L. plantarum* CIDCA 83114). La influencia de la digestión gastrointestinal in-vitro en la actividad antioxidante del arazá liofilizado siguió un patrón de comportamiento similar al de los bioactivos. La etapa gástrica produjo una pérdida pronunciada de ARA(51%) y FRAP

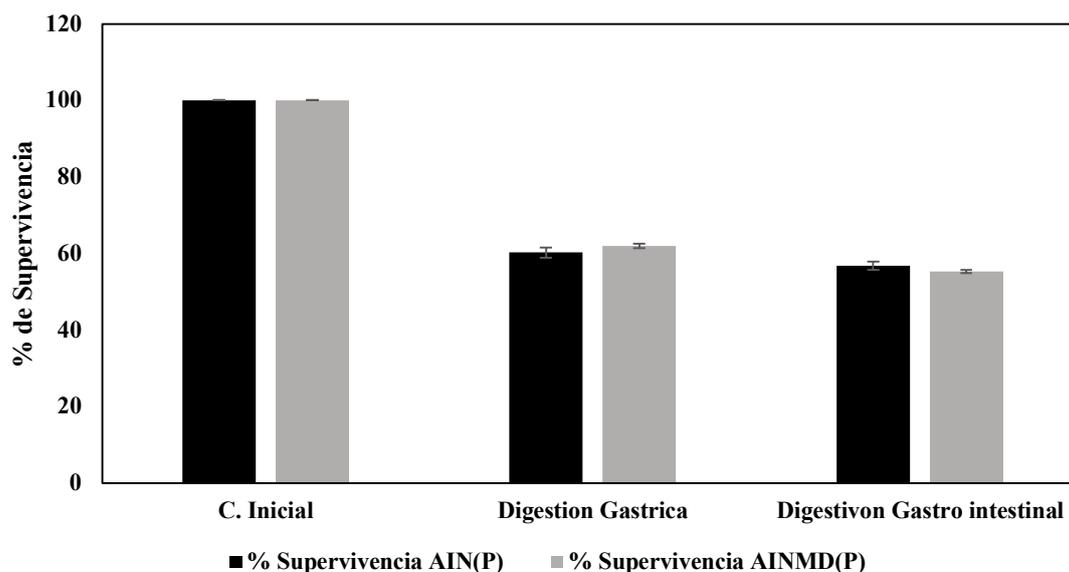
(82%) en ambas muestras mientras que las condiciones existentes en la fase intestinal favorecieron una recuperación significativa ( $P < 0.05$ ) en ARA (84.5%), y en FRAP el efecto fue del 52% del valor del producto sin digerir.



**Figura 3.13.** Efecto de la digestión in-vitro en la retención (%) de actividad antioxidante (ARA, FRAP) de polvos de arazá/inulina (AIN(P)) y arazá/ inulina/maltodextrina (AINMD(P)) con probióticos (P). 100% retención = ARA/FRAP muestras sin digerir

Para lograr ejercer su efecto probiótico, las bacterias deben llegar vivas y en cantidades suficientes al intestino, superando las condiciones gástricas (pH bajo, acción de proteasas) e intestinales (sales biliares, proteasas, lipasas, nucleasas). Por lo tanto, antes de asegurar que un alimento funcional posee potencial probiótico debe evaluarse la viabilidad de los microorganismos durante la digestión gastrointestinal (Romano, 2016).

En esta etapa, se evaluó el efecto de la digestión gastrointestinal en la viabilidad de las bacterias (*L. plantarum* CIDCA 83114) incorporadas en el jugo de arazá (**Figura 3.14**).



**Figura 3.14.** Porcentaje de supervivencia del *Lactobacillus plantarum* CIDCA 83114 en las condiciones simuladas de digestión gástrica e intestinal para los jugos de arazá con inulina (AIN) o inulina/maltodextrina (AINMD) con probióticos (P)

Los jugos de arazá con inulina (AIN) e inulina/maltodextrina (AINMD) tenían una carga inicial ( $N_0$ ) de  $9.13 \pm 0.08 \times 10^{13}$  UFC/g y de  $2.36 \pm 0.03 \times 10^{14}$  UFC/g, respectivamente. Esta concentración disminuyó 39 y 41% en la etapa gástrica, llegando a un contenido de bacterias de  $3.50 \times 10^8$  UFC/g (AIN(P)) y  $4.60 \times 10^8$  UFC/g (AINMD(P)). No se detectaron pérdidas significativas ( $P > 0.05$ ) en la viabilidad luego de la digestión intestinal simulada, los valores obtenidos {[AIN ( $6.75 \pm 0.13$ ) $\times 10^7$  UFC/g; AINMD ( $1.24 \pm 0.05$ ) $\times 10^8$  UFC/g]; **Figura 3.14**} son mayores que los requeridos por los organismos nacionales e internacionales ( $10^6$  - $10^7$  UFC/g; Hill y col., 2014; Código Alimentario Argentino art. 1389, 2011) para ser considerada una bebida probiótica.

Coghetto y col. (2016) evaluaron la resistencia de *Lactobacillus plantarum* en jugo de naranja a las condiciones gastrointestinal simuladas y encontraron que después de una incubación de 120 min en jugos gástricos e intestinales simulados, la resistencia a estos ambientes disminuyó la viabilidad en 2.4 y 1.3 unidades logarítmicas respectivamente. Kalita y col. (2018) informaron que las condiciones gastrointestinales

simuladas redujeron el recuento de microorganismos de jugos de litchi con pre (maltodextrina, fructooligosacáridos) y probióticos (*Lactobacillus plantarum*) en 5.0 y 1.9 ciclos logarítmicos a valores de pH de 2.5 y 3.0, mientras que en presencia de sales biliares la reducción fue de 0.67 log UFC/g.

Los resultados experimentales obtenidos confirman la capacidad de las bacterias para superar las barreras fisiológicas dentro de la matriz compuesta por arazá/inulina o arazá/inulina/maltodextrina con porcentaje de supervivencia de 56.73 y 55.27%, respectivamente. Por esta razón, la determinación del efecto de las condiciones gastrointestinales simuladas sobre la viabilidad bacteriana en el jugo de arazá constituye una evaluación importante.

A pesar de las pérdidas de viabilidad mencionadas, es importante destacar que aun en las condiciones de estrés evaluadas, la concentración de *L. plantarum* CIDCA 83114 que llega al intestino es lo suficientemente alta en AIN(P)  $[(6.75 \pm 0.13) \times 10^7$  UFC/g] y AINMD(P)  $[(1.24 \pm 0.05) \times 10^8$  UFC/g] para ejercer un efecto benéfico (Anekella y Orsat, 2013; Chávez y Ledebøer, 2007).

## 5. Conclusiones

- Los polvos de arazá con pre y probióticos obtenidos tenían altos niveles de compuestos antioxidantes y buena actividad. Tanto su coloración como sus propiedades de fluidez eran apropiadas
- Al igual que en los polvos de arazá liofilizados con maltodextrina o goma arábiga, el estado físico del polvo (vítreo/gomoso) no fue un factor determinante en la estabilidad del color, el contenido de bioactivos y la actividad antioxidante ya que se detectaron cambios indeseables en estas propiedades durante el estado vítreo

- Los valores críticos de actividad del agua pronosticados para AIN y AINMD (0.49) sobreestimaron los rangos de  $a_w$  correspondientes al color y los niveles de estabilidad del contenido/actividad del antioxidante.
- Las condiciones de máxima estabilidad para garantizar el 90% de la retención de color, contenido de antioxidantes, actividad antiradicalaria y la capacidad de reducir el  $Fe^{3+}$  en los polvos de arazá liofilizados utilizando inulina o inulina/maltodextrina como coadyuvantes a 20°C, deben ser a  $a_w \leq 0.11$ .
- Los polvos de arazá/inulina y arazá/inulina/maltodextrina son matrices adecuadas para la incorporación de bacterias probióticas como *L. plantarum* CIDCA 83114, satisfaciendo las condiciones nacionales e internacionales para ser considerados alimentos funcionales.
- Nuestros resultados indican que el jugo de arazá con pre y probióticos muestra grandes posibilidades como alimento funcional, pero este trabajo debe completarse con un ensayo de vida útil, con el fin de determinar el efecto del tiempo y las condiciones de almacenamiento en el producto. Al respecto, considerando los resultados de estabilidad fisicoquímica de las matrices AIN y AINMD (Sec. 4.4), se esperaría que en condiciones de humedad relativa  $\leq 11\%$ , temperatura  $\leq 20^\circ C$  y envasado en películas de baja permeabilidad al agua, las variaciones fisicoquímicas y la pérdida de la viabilidad del probiótico sean bajas, cumpliendo los criterios evaluados por Romano (2016) que analizó la viabilidad de *L. Plantarum* a bajos  $a_w$ .

## Capítulo 4

**Preservación de arazá  
mediante deshidratación  
osmótica sola o como  
pretratamiento del secado  
convectivo, liofilización o  
congelación**



## Capítulo 4. Preservación de arazá mediante deshidratación osmótica sola o como pretratamiento del secado convectivo, liofilización o congelación

### 1. Introducción

La deshidratación osmótica (DO) es un método de procesamiento mínimo comúnmente usado en frutas con una vida útil corta y una alta tasa metabólica (Torres-Oquendo, 2007). Está caracterizado por la difusión simultánea de sólidos entre el alimento y la solución hipertónica en la que se sumerge y la pérdida de agua del fruto hacia la solución, permitiendo la deshidratación parcial de los tejidos (Gamboa-Santos y Campañone, 2018).

Entre sus ventajas se encuentra:

- El uso de temperaturas moderadas que favorece la preservación de compuestos termosensibles y atenúa la incidencia de alteraciones químicas no deseadas como las reacciones de pardeamiento (Ponting, 1966).
- Alta retención de color y prevención del oscurecimiento lo que reduce o elimina la aplicación de aditivos químicos como los sulfitos (Ponting, 1966).
- Mejora del sabor mediante el incremento de la relación azúcar/acidez sobre todo en productos ácidos, así como la retención de ciertos nutrientes hidrosolubles como la vitamina C (Ponting, 1966).
- Aumento de la vida útil (especialmente en frutas) (Heng y col., 1990; Ponting, 1966).

Estudios realizados por Forni y col. (1986) en damasco osmodeshidratado indicaron que los productos tratados presentaron niveles de vitamina C similares a los de la fruta sin tratar, mostrando un efecto protector del tratamiento en la retención de este antioxidante. Por otra parte, Quiles y col. (2005) observaron que usando una

concentración de sacarosa de 65°Brix (Bx) y 25°C, la actividad de la enzima polifenoloxidasa (PPO) en manzanas osmodeshidratadas disminuyó 49% respecto de la fruta sin tratar, ya que la contracción de sus tejidos a causa de la solución osmótica en estos, permitió la reducción de la disponibilidad de oxígeno en la microestructura alrededor de enzimas degradativas como la polifenoloxidasa, disminuyendo la degradación de polifenoles.

Pereira y col. (2006) estudiaron la influencia de la concentración de sacarosa o maltosa, temperatura del proceso y adición de sales de calcio en la cinética de deshidratación osmótica (pérdida de agua y ganancia de solutos) y en la textura, color de trozos de guayaba, melón y papaya. Los autores informaron que los incrementos en la concentración de agente deshidratante (40 a 60°Bx) y la temperatura (30 a 40°C) produjeron aumentos significativos en la pérdida de agua de las frutas analizadas (20 – 60%; Pereira y col., 2006). La presencia de sales de calcio en las soluciones osmóticas evitaron alteraciones no deseadas en la luminosidad y el croma, aunque promovieron el aumento de la dureza en las frutas (Pereira y col., 2006). Giraldo y col. (2003) informaron que la influencia de la concentración de soluciones de sacarosa y la aplicación de pulsos de vacío afectaron el rendimiento del proceso osmótico en mango osmodeshidratado, influyendo fuertemente en el transporte de solutos en los tejidos de la fruta, induciendo una alta proporción de ganancia de sólidos y pérdida de agua. Por otra parte, Atares y col. (2011) informaron que tanto la concentración de sacarosa como la temperatura tuvieron un impacto lineal en el aumento de la eficiencia de deshidratación, sin afectar los parámetros de color de bananas osmodeshidratadas.

El nivel de antioxidantes es un factor importante a tener en cuenta en las frutas, ya que son una fuente natural de gran cantidad de este tipo de compuestos, por lo tanto, se debe considerar el efecto global de la deshidratación osmótica en la composición y

actividad antioxidante del producto. Devic y col. (2010) observaron que el aumento de la temperatura de 45 a 60°C y el tiempo de residencia hasta 180 min, produjo una caída del 60% en los polifenoles de manzanas osmodeshidratadas, según los autores posiblemente causado por la reducción de la permeabilidad y selectividad de la membrana, lo que facilita la lixiviación de compuestos fenólicos hacia la solución osmótica junto con la difusión del agua. A su vez la reducción del contenido de humedad y la absorción de azúcares puede promover la aparición de pigmentos marrones, relacionados también con la oxidación de compuestos fenólicos en los tejidos del producto deshidratado (Bobbio y Bobbio, 2003).

Bolin y col. (1983) estudiaron el efecto de la concentración y composición de la solución osmótica en la calidad sensorial de manzanas y melocotones osmodeshidratados con sacarosa y jarabe de alta fructosa. Los autores informaron que el panel evaluador tuvo preferencias por las muestras deshidratadas con sacarosa. Torres-Oquendo (2007) analizó la influencia de la osmodeshidratación en el perfil de volátiles, las propiedades mecánicas y la aceptación sensorial del mango e informó que los panelistas destacaron la claridad, el aroma y el color de las muestras procesadas.

## **1.2. Uso de la deshidratación osmótica como tratamiento previo a la congelación, secado convectivo o liofilización**

El uso de la deshidratación osmótica como pretratamiento de la congelación (dehidro-congelación) o de procesos de secado como el secado convectivo o la liofilización podrían ser una estrategia válida para elaborar alimentos innovadores de óptima calidad nutricional y sensorial (Cieurzyńska y col., 2016). La aplicación de la osmodeshidratación además de reducir el contenido de agua del producto permite mejorar el rendimiento del procesamiento posterior y la calidad del producto, incluyendo la preservación de las características estructurales y de textura (Ben Haj Said y col., 2016).

La congelación es una de las formas más usadas para la conservación de frutas, sin embargo el alto contenido de agua congelable presente en ellas puede causar daños en su estructura celular causando alteraciones fisicoquímicas y organolépticas indeseables en el producto final (Blanda y col., 2009). Chiralt y col. (2001) informaron que la aplicación de deshidratación osmótica antes de la congelación (dehidro-congelación, DO/Cong) redujo el contenido de agua congelable y limitó el daño de los cristales de hielo en la matriz de los alimentos. Esta metodología puede utilizarse para obtener productos que puedan almacenarse durante largos períodos de tiempo con buena retención de textura, color y sabor, después de la descongelación (Dalla-Rosa y Spiess, 2000).

Blanda y col. (2009) evaluaron el efecto de la dehidro-congelación en la retención de compuestos saludables (polifenoles) y calidad sensorial de frutilla y demostraron que la aceptabilidad sensorial de las muestras dehidro-congeladas era mayor que la de las congeladas. (Ramallo y Mascheroni, 2010) informaron que el uso de la deshidratación osmótica y el secado con aire caliente como pretratamientos de la congelación redujeron los tiempos de congelación en el ananá, pero que las pérdidas por exudados eran mayores en las muestras osmodeshidratadas que en las secadas con aire caliente.

El secado por convección es un método comúnmente utilizado para la deshidratación de productos perecederos sin embargo, las altas temperaturas de proceso pueden causar cambios indeseables en el color y la estructura, así como en los compuestos aromáticos y nutritivos, reduciendo la calidad y aceptabilidad del producto (Cui y col., 2003; Ratti, 2001). El tratamiento con DO aplicado antes del secado convectivo (secado osmo-convectivo, DO/Sec) reduce la cantidad de agua que se evaporará durante el secado por convección y por consiguiente la duración del proceso lo que mejoraría la retención

de productos termo-sensibles y de los atributos de calidad como sabor, color, relación de rehidratación y contenido de bioactivos (Grabowski y col., 2007; Oliveira y col., 2006).

La aplicación exitosa del secado osmo-convectivo requiere una cuidadosa selección de los parámetros de operación y el contenido de humedad intermedio en base a las características del producto y así poder optimizar la calidad del producto y el consumo de energía (Grabowski y col., 2007). Grabowski y col. (2007) aplicaron tratamientos osmo-convectivos en arándanos, obteniendo bayas secas de alta calidad a bajas temperaturas. Mandala y col. (2005) estudiaron la influencia del secado osmo-convectivo en las características de calidad de manzanas y concluyeron que las muestras pretratadas con 45% de sacarosa presentaron mayor porosidad, incremento de la firmeza y mayor retención del color al final del secado.

Los tratamientos con deshidratación osmótica seguida de liofilización (osmo-liofilización, DO/Lio) en frutas permiten mejorar el rendimiento del proceso y la retención de volátiles así como aumentar la carga del liofilizador (Hawkes y Flink, 1978). Pucuhuayla (2018) investigó el efecto de la osmodeshidratación y el secado por aire caliente como pretratamiento de la liofilización en la capacidad antioxidante, cinética y rehidratación de carambola (*Averrhoa carambola* L.), informando que la pérdida de la capacidad antioxidante (48%) fue menor en fruta osmo-liofilizada que en la fruta pretratada con aire caliente (60%). Piasecka y col. (2013) estudiaron el efecto del almacenamiento en el contenido de polifenoles y ácido ascórbico de manzanas, cerezas y grosellas procesadas por osmo-convección y osmo-liofilización, informando que la estabilidad de los antioxidantes durante el almacenamiento era mayor en las frutas osmo-liofilizadas que en las tratadas con secado osmo-convectivo.

Arroyo (2017) estudió el efecto de la liofilización y el secado con aire en los compuestos bioactivos de murtilla (*Ugni molinae*. Turcz) y su bioaccesibilidad e informó

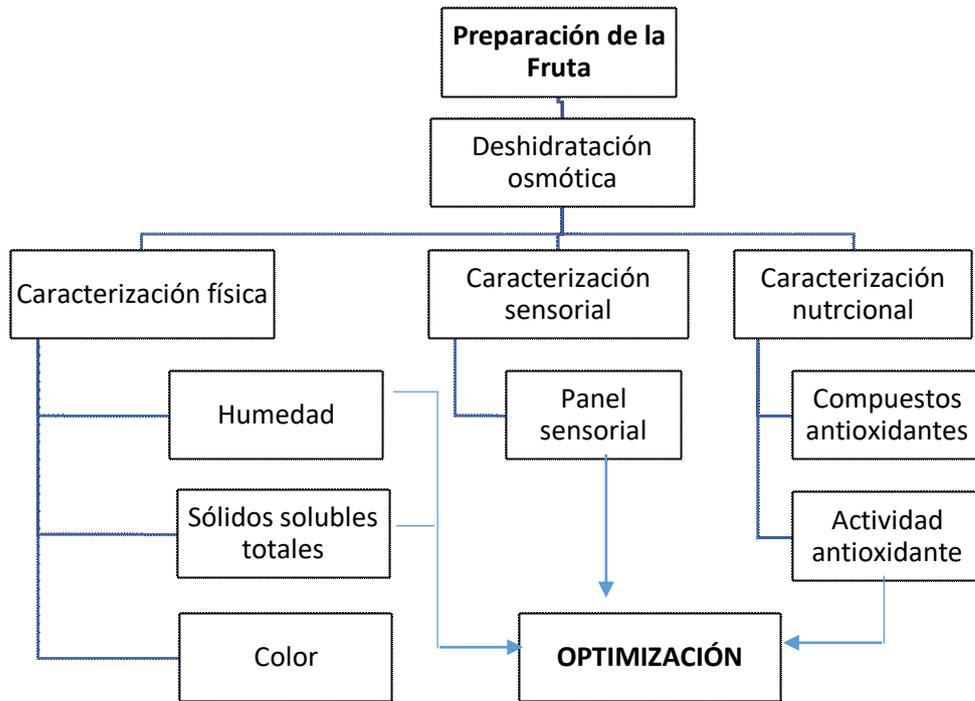
que el porcentaje bioaccesible al final de la digestión fue un 30% mayor en la fruta liofilizada que en las muestras secadas por aire caliente. Por otra parte Pinazo (2015) analizó los cambios experimentados por las propiedades antioxidantes del fruto, hojas y fibra de caqui secadas por aire caliente y liofilización durante la digestión gastrointestinal, obteniendo los mayores valores de bioaccesibilidad en la pulpa liofilizada.

## 2. Objetivos

- Optimizar las condiciones de proceso (temperatura (T); tiempo de residencia (t); concentración de la solución deshidratante (C)) de osmodeshidratación del arazá con el fin de maximizar:
  - a) La relación pérdida de agua/ganancia de sólidos (eficiencia del proceso).
  - b) La aceptabilidad del producto medida como el grado de gusto o disgusto de los siguientes descriptores: sabor, dulzor, acidez, sensación residual, textura y aceptabilidad global.
  - c) La concentración de antioxidantes (polifenoles totales (PT), carotenoides totales (CT), flavonoides totales (FT), ácido ascórbico (AA)) así como su actividad antioxidante (ARA, FRAP) mediante la metodología de superficie de respuesta múltiple (SRM) con el fin de obtener un producto de elevada calidad nutricional y sensorial.
- Evaluar el efecto de los métodos de secado (secado por convección, liofilización) y de la congelación, solos y combinados con una osmodeshidratación previa en las propiedades fisicoquímicas del producto.
- Analizar el efecto de la congelación, liofilización y secado convectivo sin y con deshidratación osmótica previa en la bioaccesibilidad y la actividad antioxidante de las muestras mediante un modelo de digestión gastrointestinal simulada *in vitro*.

### 3. Materiales y métodos

La obtención y almacenamiento de la fruta se realizó según lo descrito en el **Capítulo 2, Sec. 3.1**. La fruta lavada, pelada y cortada en segmentos de 6 cm de largo y 1 cm de grosor aproximadamente, fue procesada siguiendo el diagrama de la **Figura 4.1**.



**Figura 4.1.** Diagrama de los tratamientos y determinaciones correspondientes a la optimización de las condiciones operacionales (tiempo, temperatura, concentración sol. osmótica) de la deshidratación osmótica del arazá

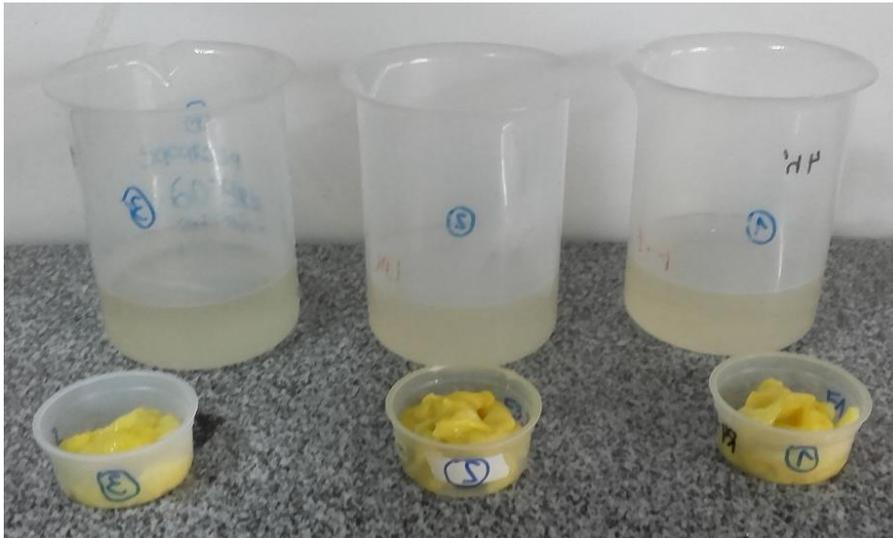
#### 3.1. Deshidratación osmótica (DO)

Los tratamientos de DO (**Figura 4.2**) se llevaron a cabo utilizando sacarosa comercial (Ledesma, Jujuy, Argentina) como agente osmótico. Las condiciones operacionales fueron:

Concentración solución osmótica (C): 20, 40 y 60 °Bx.

Tiempo de residencia (t): 60, 120 y 180 minutos.

Temperatura (T): 20, 30 y 40°C.



**Figura 4.2.** Soluciones de sacarosa previa al tratamiento de DO en arazá y fruta en porciones de 80 g por triplicado

La relación muestra/solución fue de 1:10 (peso/peso (p/p)) y la agitación se realizó en un agitador termostatzado (Modelo TT 400, marca: FERCA, Argentina) a 100 ciclos/min. Las muestras osmodeshidratadas se drenaron durante 2 min en papel absorbente para eliminar el exceso de solución y se pesaron en una balanza analítica para registrar la reducción de peso con respecto a la masa inicial del fruto. La ganancia (%) de sólidos (GS), la reducción de peso (RP) y la pérdida de agua (PA%) se calcularon con las Ecs. 4.1 - 4.3.

$$RP_t = \frac{(m_0 - m_t)}{m_0} * 100 \quad (\text{Ec 4.1})$$

$$PA_t = WC_0 - WC_t * \left(1 - \frac{RP_t}{100}\right) \quad (\text{Ec 4.2})$$

$$GS_t = SST_0 * \left(1 - \frac{RP_t}{100}\right) - SST_0 \quad (\text{Ec 4.3})$$

Donde **m** es la masa de la muestra (g), **WC** es el contenido de agua (g/100 g) y **SST** es el contenido de sólidos totales (g/100g). Los subíndices 0 y t indican el tiempo inicial y final del proceso respectivamente.

Ponjičan y col. (2019) informaron que la relación PA/GS podía ser utilizada como indicador de la eficiencia del proceso de deshidratación osmótica y que valores  $> 1$  indicaban que la eficiencia del proceso era buena.

### **3.2. Caracterización de las muestras**

El contenido de humedad (H, %), los niveles de sólidos solubles totales (SST) y los parámetros de color (Luminosidad ( $L^*$ ), el índice de saturación (IS) y el ángulo de matiz ( $AH^\circ$ )) de la fruta sin pretratar y osmodeshidratadas se determinaron según lo descrito en el **Capítulo 2, Sec. 3.3.1, 3.3.3, 3.3.10**.

### **3.3. Evaluación sensorial**

La evaluación sensorial de las muestras fue hecha por un panel semientrenado de 30 personas (20 hombres y 10 mujeres; entre 20 y 40 años). Los panelistas evaluaron el grado de gusto o disgusto teniendo en cuenta los siguientes descriptores: sabor, dulzor, acidez, sensación residual, textura y aceptabilidad global, en una escala hedónica de 7 puntos, donde 1= “disgusta mucho”; 4= “indiferente”; y 7= “gusta mucho” (Robinson, y col., 2004).

### **3.4. Determinación de las concentraciones de antioxidantes y su actividad**

Los contenidos de compuestos bioactivos (PT, FT, CT, AA) y la actividad antioxidante (ARA, FRAP) del arazá sin tratar y osmodeshidratado se determinaron según lo descrito en el **Capítulo 2, Sec. 3.4.1 – 3.4.3**.

### **3.5. Optimización de las variables de procesamiento de la deshidratación osmótica**

Para optimizar las condiciones de la osmodeshidratación se utilizó el diseño experimental de Box-Behnken (**Tabla 4.1**) con 3 factores (concentración (C), tiempo de residencia(t), temperatura (T) de 3 niveles cada uno (C: 20, 40, 60°Bx; t: 60, 120, 180

min; T: 20, 30, 40°C) y 3 puntos centrales combinados para obtener 15 tratamientos (Design-Expert versión 7.1.1; Statease Inc, Minneapolis, EE. UU).

La relación entre las variables independientes (T, t, C) y los indicadores de la calidad sensorial (acidez, dulzor, sabor, textura, sensación residual, aceptabilidad general,) nutricional (PT, FT, CT, AA, ARA, FRAP) y de eficiencia del proceso (PA/GS) del arazá osmodeshidratado se modelaron con un polinomio de segundo orden (Ec 4.4):

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^n \beta_i x_i + \sum_{i=1}^n \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n \beta_{ij} x_i x_j \quad (\text{Ec 4.4})$$

Y representa el valor del indicador predicho por el modelo;  $\beta_i$ ,  $\beta_{ii}$  y  $\beta_{ij}$  los coeficientes de los términos lineal, cuadrático y de interacción respectivamente; y  $x_i/x_j$  son las variables independientes relacionadas con T, C y t. La magnitud de los coeficientes indica el grado de contribución de la variable independiente a la respuesta, mientras que el signo indica un efecto sinérgico (positivo) o antagónico (negativo; Valerga y col., 2013).

La estimación de los parámetros del modelo se realizó mediante regresión automática utilizando “backward elimination” con el software Design Expert 7 (Stat-Ease, Minneapolis, MN, EE. UU.).

Las optimizaciones de las respuestas individuales o totales se evaluaron usando la Función de Deseabilidad (0 = completamente indeseable, 1 = completamente deseable; Derringer y Suich, 1980) teniendo en cuenta las relaciones de las variables de respuesta dependientes (eficiencia, indicadores sensoriales y nutricionales; con el mismo peso) y las condiciones de procesamiento con  $R^2 > 0.70$ , ya que en general para fines de predicción se recomienda un coeficiente de determinación  $\geq 70\%$  (Granato y col., 2010; Gutiérrez-Pulido y Salazar, 2004).

El factor de deseabilidad ( $d_i$ ) correspondiente a la maximización (Ec.4.5) de la respuesta  $y_i$  se calculó según lo propuesto por Derringer y Suich (1980):

$$d_i = 0 \quad y_i < L_i$$

$$d_i = \left( \frac{y_i - L_i}{T_i - L_i} \right)^s \quad L_i \leq y_i \leq T_i \quad (\text{Ec. 4.5})$$

$$d_i = 1 \quad y_i > T_i$$

Por otra parte, la ecuación usada (Ec. 4.6) para la minimizar  $y_i$  fue:

$$d_i = 1 \quad y_i < T_i$$

$$d_i = \left( \frac{y_i - U_i}{T_i - U_i} \right)^s \quad T_i \leq y_i \leq U_i \quad (\text{Ec. 4.6})$$

$$d_i = 1 \quad y_i > U_i$$

$y_i$  representa la respuesta predicha por el modelo,  $L_i$  y  $U_i$  la  $y_i$  aceptable mínima ( $L_i$ ) o máxima ( $U_i$ ) respectivamente y  $T_i$  es el valor deseado dependiendo de las restricciones especificadas. “ $s$ ” y “ $u$ ” son factores definidos que sopesan la influencia del valor objetivo y los límites mínimos o máximos (Valerga y col., 2013).

### 3.6. Efecto de la congelación, secado convectivo y liofilización en la calidad fisicoquímica y nutricional de arazá sin tratar y osmodeshidratado

La Figura 4.3 describe los ensayos realizados para determinar el efecto de la congelación, secado convectivo en estufa y liofilización en la calidad fisicoquímica (capacidad de rehidratación, humedad, textura, color, pérdida de sólidos por lixiviación, exudación) y nutricional (composición de bioactivos, actividad antioxidante) del arazá sin tratar y osmodeshidratado.

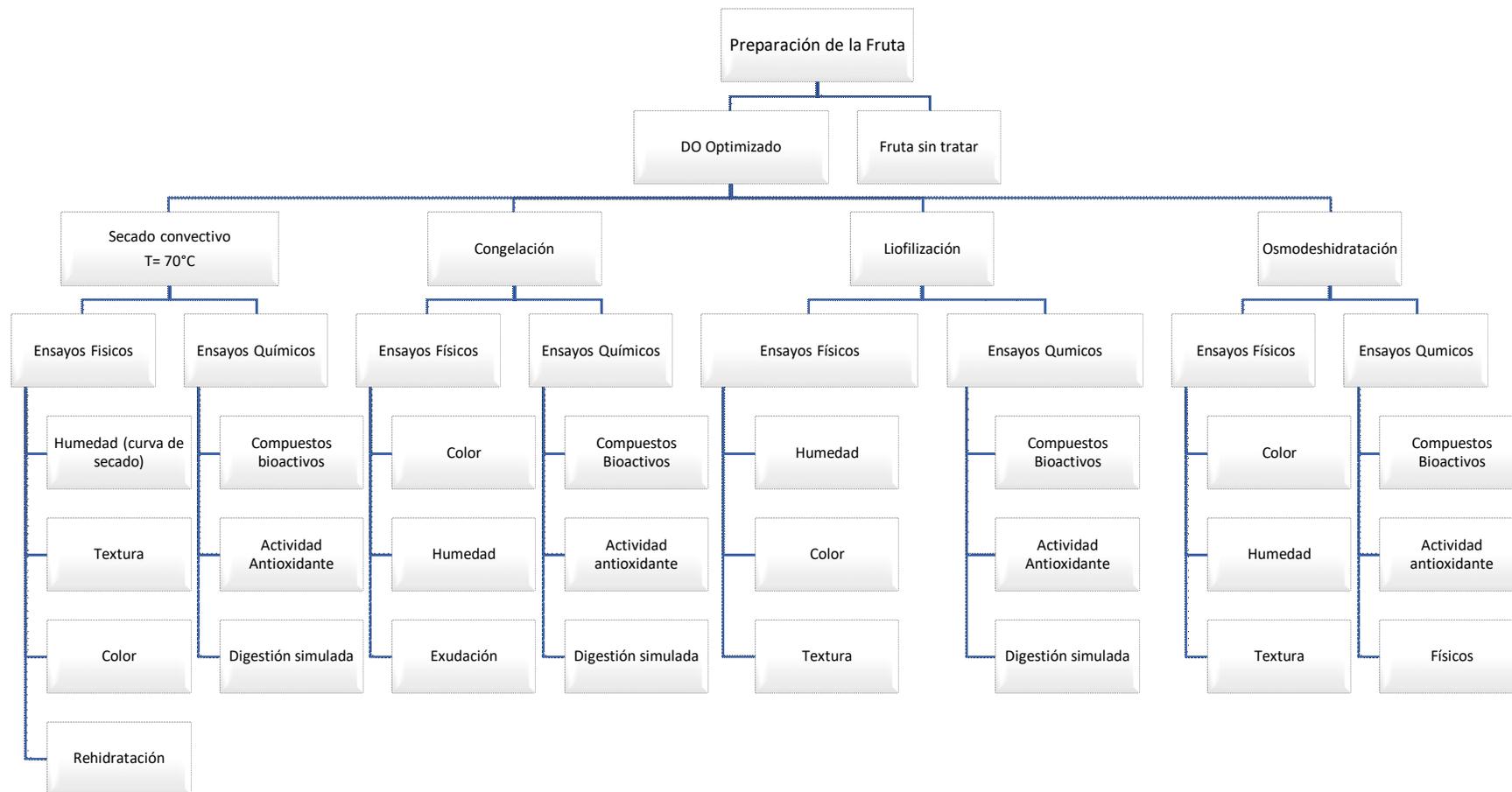


Figura 4.3. Diagrama de las pruebas realizadas en el arazá procesado con y sin osmodeshidratación

Estas determinaciones también incluyeron la influencia de los distintos procesamientos en la bioaccesibilidad de compuestos bioactivos y la actividad antioxidante del producto luego de la digestión gástrica y gastrointestinal in-vitro. Para estos ensayos se utilizaron las condiciones de osmodeshidratación óptimas calculadas según lo descrito en la **Sec. 3.5**.

### 3.6.1. Congelación

Los fragmentos de fruta se colocaron en bandejas de aluminio que tenían una posición fija en el túnel de congelación. El túnel (Friotecnología S.R.L, Argentina) tenía un sistema de impulsión de aire frío y serpentines de refrigeración y trabajó con un valor de coeficiente de convección =  $20 \text{ W/m}^2 \text{ }^\circ\text{C}$  (h; permite cuantificar la influencia de las propiedades del fluido, de la superficie y del flujo cuando se produce transferencia de calor por convección) y la temperatura del aire varió entre  $-30$  y  $-35^\circ\text{C}$ . La temperatura de las muestras se midió con dos termocuplas, una en el centro y otra en la superficie de las mismas.

#### 3.6.1.1. Exudado

Para determinar las pérdidas por exudado durante la descongelación, las muestras congeladas se colocaron sobre de papel filtro previamente pesado y se descongelaron a temperatura constante ( $20^\circ\text{C}$ ) durante 2 h. Todo el sistema se mantuvo en frascos tapados para minimizar pérdidas por evaporación (**Figura 4.4**).

Las pérdidas por exudado, expresadas en gramos de líquido perdido por gramo de fruta b.s (base seca) procesada, se calcularon con la **Ec 4.7** (Ramallo y Mascheroni, 2010).

$$Ex(M_i) = \frac{W_t - W_0}{M_i} \quad (\text{Ec 4.7})$$

$M_i$  representa el peso de muestra congelada mientras que  $W_0$  y  $W_t$  corresponden a los pesos de los papeles seco y húmedo con líquido exudado respectivamente.



**Figura 4.4.** Sistemas para la medición de pérdida de líquidos por exudación en muestras sin tratar y osmodeshidratadas

### 3.6.2. Secado convectivo y cinética de secado

Las muestras, en bandejas rectangulares de aluminio, se secaron en una estufa de convección forzada (Thermo Scientific, USA; **Figura 4.5**) a  $70\pm 2^\circ\text{C}$ . La cinética de secado se estimó registrando la pérdida de peso de las muestras en una balanza analítica (Sartorius, OneLab, Argentina) cada 15 min hasta alcanzar peso constante. El contenido de humedad se expresó en kg de  $\text{H}_2\text{O}/\text{kg}$  b.s.



**Figura 4.5.** Estufa por convección forzada

#### 3.6.2.1. Capacidad de rehidratación

La rehidratación es un proceso dirigido a restaurar las propiedades de la fruta al poner al producto deshidratado en contacto con una fase líquida. En la rehidratación de

los tejidos vegetales la absorción de agua y la pérdida de solutos (azúcares, ácidos, minerales y vitaminas) en el líquido de rehidratación son simultáneas debido a que el daño en la estructura celular y la pérdida de turgencia sufridas durante la deshidratación alteran la permeabilidad del tejido favoreciendo la transferencia de cantidades significativas de solutos en el medio de rehidratación (Contreras-Monzón, 2006).

Las rodajas de arazá deshidratado se rehidrataron en agua Milli-Q (relación sólido a líquido 1:50) a 25°C durante 2 h, después de eliminar el agua superficial, el peso de las muestras rehidratadas se registró en intervalos 15 min. La capacidad de rehidratación (CR) para cada replicado (n = 3), se calculó a partir de la **ecuación 4.8**:

$$CR = \frac{m_r}{m_d} \quad (\text{Ec. 4.8})$$

$m_r$  y  $m_d$  representan la masa (g) de arazá rehidratada y deshidratada, respectivamente.

Para determinar el nivel porcentual de sólidos solubles perdidos durante la rehidratación (SSL), 0.5 ml de agua de remojo de cada experimento de rehidratación se secaron a 105°C por 24 h. Los sólidos perdidos se calcularon a partir del peso del residuo seco obtenido y se expresaron como SSL (g)/100 g muestra deshidratada. Todos los ensayos se hicieron por triplicado.

### 3.6.3. Liofilización

Las muestras de arazá sin (control) y con pretratamiento de osmodeshidratación se liofilizaron según las condiciones descriptas en el **Capítulo 2, Sec. 3.2**.

### 3.6.4. Propiedades mecánicas

El estudio de las propiedades mecánicas se realizó mediante ensayos de compresión en dos ciclos (TPA) con una compresión de 30% en un texturómetro

Brookfield Texture Pro CT3® (USA). Para configurar los ensayos se trabajó con una celda de compresión de 25 kg y una probeta TA10 cilíndrica de acrílico de 12.7 mm de diámetro y 35 mm de longitud, en tanto que la velocidad adquirida por el cabezal fue 5 mm/seg.

A partir de cada ensayo se obtuvieron los valores de las siguientes propiedades mecánicas (Rosenthal, 1999):

- **Dureza:** Fuerza requerida para comprimir un sólido entre los molares.
- **Adhesividad:** Trabajo necesario para remover el alimento que ha quedado adherido a la boca (generalmente al paladar) durante el proceso normal de ingestión.
- **Cohesividad:** Capacidad del alimento para deformarse antes de su ruptura en un ensayo de compresión.
- **Elasticidad:** Altura que recupera el alimento entre la primera y la segunda mordedura.
- **Firmeza:** Energía requerida para desintegrar un alimento semi-sólido hasta ser apto para ser ingerido.
- **Masticabilidad:** Energía requerida para masticar un alimento sólido hasta el punto de poder ingerirlo.

Los valores informados corresponden promedio de 10 mediciones realizadas sobre rodajas de fruta cortadas con sacabocado.

### 3.6.5. Efecto de la congelación, secado convectivo y liofilización en la composición de polifenoles por HPLC- DAD del arazá sin tratar y osmodeshidratado

La composición de polifenoles se realizó según lo descrito en el **Capítulo 2, Sec.**

#### 3.6.1.

### 3.6.6. Influencia de la digestión gastrointestinal in-vitro en la concentración y actividad antioxidantes de arazá sin tratar, osmodeshidratado, dehidrocongelado, osmo-liofilizado o procesado con secado osmo-convectivo

La digestión in-vitro se realizó de acuerdo al protocolo propuesto en el **Capítulo 2, Sec. 3.7**. Luego de cada etapa (gástrica o intestinal) se midió el contenido de compuestos antioxidantes (polifenoles, flavonoides, carotenoides totales), el porcentaje de bioaccesibilidad y la actividad antioxidante (ARA; FRAP).

### 3.7. Análisis estadístico

Los datos se analizaron mediante análisis de varianza de una vía con el software Infostat (v.2013). La diferencia significativa fue definida a  $P < 0.05$  mediante la ecuación de Tukey).

## 4. Resultados y discusión

### 4.1. Eficiencia del proceso, humedad y sólidos solubles totales

La **Tabla 4.1** muestra la influencia de las condiciones operacionales en la eficiencia del proceso (PA/GS), porcentaje de humedad (H) y el contenido de sólidos solubles totales (SST). Los valores de PA/GS de todas las condiciones de operación utilizadas fueron  $> 1$  por consiguiente puede considerarse que la eficiencia del proceso era buena (Ponjičan y col., 2019). Los tratamientos de osmodeshidratación en las muestras A5, A9, A10, A14 (60/40/40; 120/40/20; 180/30/20; 60min/30°C/20°Bx) tenían los valores más altos (valor promedio  $3.29 \pm 0.07$ ;  $P < 0.05$ ; **Tabla 4.1**) mientras que los correspondientes a las muestras A2, A4, A7, A8, A13, A15 (120/20/60; 120/30/40; 120/40/60; 120/30/40; 180/30/60; 180min/20°C/40°Bx) fueron los más bajos, con niveles medios de PA/GS =  $1.79 \pm 0.11$ .

**Tabla 4.1.** Efecto de las condiciones de proceso en la eficiencia del proceso, sólidos solubles totales y humedad del arazá

t (min)/T (°C)/C (°Bx)	PA/GS	SST (°Bx)	Humedad (%)
<b>Fruta sin tratar</b>	--	3.80±0.62 <sup>a</sup>	94.19±0.42 <sup>h</sup>
<b>A1 60/20/40</b>	2.28±0.08 <sup>cd</sup>	32.50±1.86 <sup>e</sup>	70.17±0.23 <sup>cd</sup>
<b>A2 120/20/60</b>	1.81±0.06 <sup>ab</sup>	37.20±0.96 <sup>fg</sup>	70.64±4.87 <sup>cd</sup>
<b>A3 180/40/40</b>	2.59±0.09 <sup>de</sup>	40.90±1.63 <sup>gh</sup>	66.39±1.06 <sup>c</sup>
<b>A4 120/30/40</b>	1.74±0.06 <sup>a</sup>	32.60±1.28 <sup>e</sup>	67.42±0.58 <sup>c</sup>
<b>A5 60/40/40</b>	3.21±0.11 <sup>f</sup>	25.70±1.71 <sup>d</sup>	73.42±1.87 <sup>de</sup>
<b>A6 60/30/60</b>	2.11±0.07 <sup>bc</sup>	34.20±1.71 <sup>ef</sup>	59.76±0.04 <sup>b</sup>
<b>A7 120/40/60</b>	1.86±0.06 <sup>ab</sup>	41.70±1.78 <sup>h</sup>	66.67±0.45 <sup>c</sup>
<b>A8 120/30/40</b>	1.77±0.12 <sup>ab</sup>	35.60±1.01 <sup>ef</sup>	67.36±0.26 <sup>c</sup>
<b>A9 120/40/20</b>	3.40±0.11 <sup>f</sup>	14.80±0.72 <sup>b</sup>	80.19±0.12 <sup>fg</sup>
<b>A10 180/30/20</b>	3.29±0.07 <sup>f</sup>	20.20±0.72 <sup>c</sup>	78.26±0.12 <sup>ef</sup>
<b>A11 120/30/40</b>	2.10±0.09 <sup>bc</sup>	28.20±2.04 <sup>d</sup>	66.90±0.47 <sup>c</sup>
<b>A12 120/20/20</b>	2.82±0.05 <sup>e</sup>	19.20±0.74 <sup>c</sup>	80.45±0.86 <sup>fg</sup>
<b>A13 180/30/60</b>	1.61±0.11 <sup>a</sup>	46.50±2.08 <sup>i</sup>	39.55±0.16 <sup>a</sup>
<b>A14 60/30/20</b>	3.28±0.11 <sup>f</sup>	14.50±1.41 <sup>b</sup>	85.06±0.32 <sup>g</sup>
<b>A15 180/20/40</b>	1.94±0.06 <sup>abc</sup>	34.20±1.62 <sup>ef</sup>	69.19±0.31 <sup>cd</sup>

t: Tiempo; T: Temperatura; C: Concentración de solución deshidratante; PA/GS: Pérdida de agua/Ganancia de solutos; SST: Sólidos solubles totales. \*Supraíndices con letras diferentes en la misma columna indican diferencias significativas (P< 0.05; Tukey)

Kvapil (2019), trabajando con calabacita amarilla osmodeshidratada, informó que los índices de eficiencia más altos se obtuvieron a tiempos cortos y concentraciones de solución deshidratante bajas y que el aumento del tiempo de residencia disminuía la eficiencia del proceso, debido posiblemente a la ganancia de sólidos (GS) ya que PA permaneció prácticamente constante para todos los tiempos evaluados. Por su parte Acevedo y col. (2014) observaron aumentos en PA/GS por efecto de la temperatura y concentración en tamarindo osmodeshidratado siendo mayor la eficiencia para los

tratamientos con temperatura más alta y menor concentración de solución osmótica. Los autores también informaron caídas del 67% en la eficiencia con aumentos del tiempo de proceso, posiblemente causado por un valor constante de pérdida de agua pero con aumento en la entrada de solutos.

Todos los tratamientos disminuyeron el contenido de humedad de la fruta entre 9.7 y 58.02% en comparación al arazá sin tratar (**Tabla 4.1**). La mayor pérdida de humedad (58.02%) correspondió a la muestra A13 (180min/30°C/60°Bx) donde las condiciones de operación utilizadas combinaron los tiempos de residencia más largos (180 min) y la concentración de solución osmótica más alta (60°Bx). Los resultados experimentales demostraron que en todos los casos donde se utilizó la solución deshidratante más diluida (A9, 120/40/20; A10, 180/30/20; A12, 120/20/20; A14, 60min/30°C/20°Bx) e independientemente de la duración y la temperatura de proceso, la pérdida de humedad promedio fue 14.6% (**Tabla 4.1**). Cambios similares en el porcentaje de humedad se reportaron en frutas como: manzana (38.7°Bx/6h; H: 58.3%) y frutilla (70°Bx/25°C/12h; H: 59.9%) osmodeshidratadas (Lara, 2010; Nieto y col., 2013).

Todos los tratamientos aumentaron el contenido de sólidos solubles totales 281 - 1124% ( $P < 0.05$ ; **Tabla 4.1**). Las muestras procesadas con 20°Bx tenían los contenidos de SST más bajos (14.6 - 19.7°Bx), mientras que en aquellas deshidratadas con 60°Bx (A2, A6, A7, A13) los incrementos fueron entre 810 - 1124%.

#### 4.2. Color

La **Tabla 4.2** muestra la influencia de la temperatura (T), tiempo de residencia (t) y concentración de sacarosa (C) en la luminosidad ( $L^*$ ), índice de saturación (IS) y ángulo de matiz (AH) del arazá osmodeshidratado.

**Tabla 4.2.** Efecto de las condiciones operacionales en la luminosidad ( $L^*$ ), índice de saturación (IS) y ángulo de matiz ( $AH^\circ$ ) en muestras de arazá osmodeshidratadas

t (min)/T ( $^\circ$ C)/C ( $^\circ$ Bx)	$L^*$	IS	AH ( $^\circ$ )
Fruta sin tratar	68.52±0.77 <sup>d</sup>	34.31±1.40 <sup>b</sup>	103.10°±0.93 <sup>j</sup>
A1 60/20/40	67.9±0.05 <sup>d</sup>	40.48±0.06 <sup>de</sup>	85.04°±0.01 <sup>bc</sup>
A2 120/20/60	70.82±0.21 <sup>fg</sup>	42.12±0.16 <sup>ef</sup>	87.15±0.02 <sup>ef</sup>
A3 180/40/40	70.45±0.13 <sup>ef</sup>	35.43±0.03 <sup>b</sup>	94.85°±0.03 <sup>h</sup>
A4 120/30/40	67.30±0.33 <sup>c</sup>	38.81±0.28 <sup>c</sup>	85.05°±0.06 <sup>de</sup>
A5 60/40/40	71.81±0.05 <sup>gh</sup>	44.86±0.06 <sup>g</sup>	92.56°±0.01 <sup>g</sup>
A6 60/30/60	69.60±0.09 <sup>c</sup>	42.52±0.06 <sup>f</sup>	84.29°±0.02 <sup>b</sup>
A7 120/40/60	60.30±0.25 <sup>b</sup>	34.35±0.2 <sup>b</sup>	87.44°±0.04 <sup>ef</sup>
A8 120/30/40	65.87±0.08 <sup>c</sup>	39.32±0.05 <sup>c</sup>	87.95°±0.02 <sup>de</sup>
A9 120/40/20	72.84±0.16 <sup>h</sup>	35.92±0.11 <sup>b</sup>	97.06°±0.07 <sup>ii</sup>
A10 180/30/20	66.68±0.28 <sup>c</sup>	36.01±0.55 <sup>b</sup>	84.76°±0.04 <sup>b</sup>
A11 120/30/40	65.85±0.47 <sup>c</sup>	36.09±0.28 <sup>c</sup>	86.68°±0.04 <sup>de</sup>
A12 120/20/20	70.83±0.08 <sup>fg</sup>	38.97±0.05 <sup>cd</sup>	88.61°±0.04 <sup>f</sup>
A13 180/30/60	55.73±0.05 <sup>a</sup>	32.24±0.08 <sup>a</sup>	82.62°±0.04 <sup>a</sup>
A14 60/30/20	72.59±0.08 <sup>h</sup>	40.03±0.14 <sup>d</sup>	86.37°±0.02 <sup>cde</sup>
A15 180/20/40	66.27±0.09 <sup>c</sup>	42.26±0.08 <sup>ef</sup>	85.26°±0.03 <sup>bcd</sup>

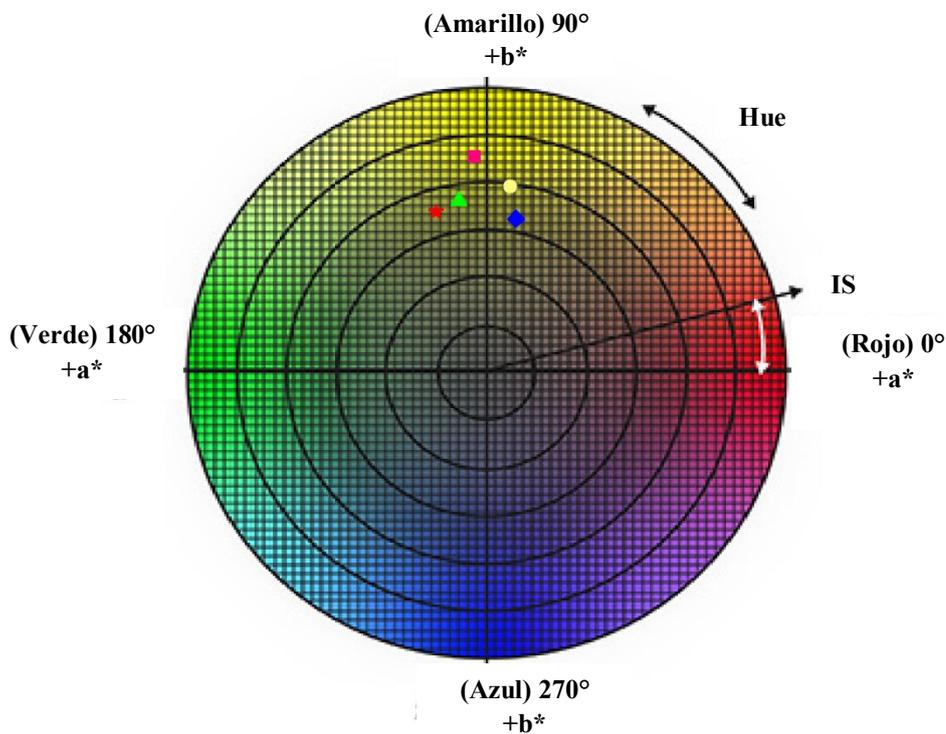
t: Tiempo; T: Temperatura; C: Concentración de la solución deshidratante;  $L^*$ : Luminosidad; IS: Índice de saturación; AH: Angulo de matiz. \*Supraíndices con letras diferentes en la misma columna indican diferencias significativas ( $P < 0.05$ ; Tukey)



**Figura 4.6.** Fragmento de arazá osmodeshidratado (60 min/30 $^\circ$ C/60 $^\circ$ Bx)

El color del arazá (**Figura 4.6**) depende en parte al contenido de carotenoides presentes en la fruta. Garzón y col. (2012) identificaron carotenoides como luteína, zeaxantina,  $\beta$ -criptoxantina,  $\alpha$ -caroteno y  $\beta$ -caroteno en la pulpa de esta fruta.

La **Figura 4.7** muestra el efecto de la osmodeshidratación en la relación índice de saturación (IS)/ángulo de matiz (AH) con valores máximos, mínimos e intermedios en los tratamientos, frente a los de la fruta sin tratar en el diagrama de color.



**Figura 4.7.** Ubicación de la fruta sin tratar y osmodeshidratada en el diagrama de color Ciel\*a\*b\*. (★) Sin tratar; (■) A5; (●) promedio: A4, A8, A11; (▲) A9; (◆) A13

La muestra A13, procesada utilizando los tiempos más largos (180 min) y las concentraciones de sacarosa más altas (**Tabla 4.2**;  $P < 0.05$ ), presentó las mayores pérdidas en  $L^*$  (18.7%), IS (5.7%) y AH (19.9%) indicando que la muestra es más oscura, menos saturada y el matiz viró hacia una tonalidad más rojiza (**Tabla 4.2**; **Figura 4.7**;  $P < 0.05$ ). Los niveles más altos de IS y AH correspondieron a las muestras A5 (60 min/40°C/40°Bx) y A9 (120 min/40°C/20°Bx) respectivamente, estos tratamientos

produjeron un 30% de incremento de la saturación y un aumento del grado de amarillo de la muestra con respecto a la fruta sin tratar tal como puede verse en la **Figura 4.7**. Las muestras A4, A8 y A11 (120 min/30°C/40°Bx) pertenecientes al punto medio de los tratamientos aumentaron 10% IS pero fue un 17% menor AH, y con un mayor grado de amarillo frente a la fruta sin tratar (**Figura 4.7**). La luminosidad de las muestras A5 (60/40/40), A9 (120/40/20) y A14 (60 min/30°C/20°Bx) alcanzó los niveles más altos ( $L^*= 72.41$ ;  $P < 0.05$ ).

Los cambios en la luminosidad principalmente en la muestra A13 (condiciones de mayor tiempo (180 min) y concentración (60°Bx)) podría estar relacionado al estrés generado en el tejido por las altas concentraciones de soluto lo que afecta directamente las propiedades del color de la frutas (Pereira y col., 2006). Ponting (1966) señaló que el uso de soluciones deshidratantes azucaradas puede tener dos efectos: promover una mejora en la calidad del producto tratado inhibiendo la polifenoloxidasa (agente de pardeamiento oxidativo enzimático) y prevenir la pérdida de volátiles durante la deshidratación, aunque al mismo tiempo puede haber cambios variables en la estabilidad de los pigmentos, con respecto a la fruta fresca (Raoult-Wack, 1994). Por su parte Lee y Coates (1999) mencionan que las reacciones más comunes que afectan el color de las frutas durante la DO son: la degradaciones de pigmentos (especialmente carotenoides y clorofila) y de ácido ascórbico relacionado con reacciones de pardeamiento no enzimático.

### **4.3. Cambios fisicoquímicos y sensoriales durante el proceso DO**

#### **4.3.1. Evaluación sensorial**

La **Tabla 4.3** presenta los valores medios de los descriptores evaluados por el panel para cada tratamiento de osmodeshidratación en el arazá. El panel detectó cambios en el sabor, aspecto visual y textura.

Tabla 4.3. Efecto de las condiciones operacionales en los atributos sensoriales del arazá osmodeshidratado

t (min)/T (°C)/C (°Bx)	Sabor	Dulzor	Acidez	Sensación residual	Textura	Aceptabilidad global
<b>Fruta sin tratar</b>	2.17±1.78 <sup>a</sup>	2.40±1.65 <sup>a</sup>	2.27±1.96 <sup>a</sup>	2.43±1.77 <sup>a</sup>	3.43±2.13 <sup>a</sup>	2.40±1.79 <sup>a</sup>
<b>A1 60/20/40</b>	4.30±1.93 <sup>cde</sup>	4.50±2.10 <sup>efg</sup>	3.90±1.81 <sup>bcd</sup>	4.21±1.90 <sup>cde</sup>	4.53±1.78 <sup>abcd</sup>	4.43±2.01 <sup>cde</sup>
<b>A2 120/20/60</b>	4.23±1.96 <sup>cd</sup>	4.03±1.79 <sup>bcde</sup>	4.53±2.06 <sup>cde</sup>	4.17±1.74 <sup>cde</sup>	4.77±1.89 <sup>abcd</sup>	4.37±1.73 <sup>cde</sup>
<b>A3 180/40/40</b>	5.10±1.56 <sup>defg</sup>	4.93±1.53 <sup>efgh</sup>	4.43±1.89 <sup>bcde</sup>	4.93±1.80 <sup>de</sup>	5.23±1.38 <sup>bcd</sup>	5.13±1.50 <sup>ef</sup>
<b>A4 120/30/40</b>	4.23±2.06 <sup>cd</sup>	4.30±1.97 <sup>def</sup>	4.27±2.07 <sup>bcde</sup>	4.13±1.50 <sup>bcde</sup>	4.40±1.59 <sup>abcd</sup>	4.20±1.97 <sup>cde</sup>
<b>A5 60/40/40</b>	4.70±1.78 <sup>def</sup>	4.13±1.57 <sup>cde</sup>	4.57±1.74 <sup>cde</sup>	4.63±1.52 <sup>cde</sup>	4.67±1.65 <sup>abcd</sup>	4.83±1.56 <sup>def</sup>
<b>A6 60/30/60</b>	6.33±0.88 <sup>g</sup>	6.10±1.32 <sup>h</sup>	5.30±1.44 <sup>de</sup>	5.43±1.38 <sup>e</sup>	5.60±1.22 <sup>d</sup>	6.13±1.11 <sup>f</sup>
<b>A7 120/40/60</b>	5.73±1.44 <sup>efg</sup>	5.90±1.24 <sup>gh</sup>	5.60±1.40 <sup>e</sup>	5.43±1.28 <sup>e</sup>	5.60±1.30 <sup>d</sup>	5.93±1.11 <sup>f</sup>
<b>A8 120/30/40</b>	3.90±1.75 <sup>bcd</sup>	4.17±1.74 <sup>de</sup>	4.00±1.53 <sup>bcd</sup>	3.90±1.79 <sup>bcd</sup>	4.27±1.89 <sup>abcd</sup>	3.87±1.80 <sup>bcde</sup>
<b>A9 120/40/20</b>	2.67±1.37 <sup>ab</sup>	2.70±1.32 <sup>abc</sup>	3.00±1.70 <sup>ab</sup>	3.47±1.61 <sup>abc</sup>	3.80±1.79 <sup>ab</sup>	3.1±1.47 <sup>abc</sup>
<b>A10 180/30/20</b>	3.73±2.07 <sup>bcd</sup>	4.37±2.01 <sup>def</sup>	3.90±1.83 <sup>bcd</sup>	4.07±1.82 <sup>bcde</sup>	3.87±1.89 <sup>ab</sup>	3.53±1.89 <sup>abcd</sup>
<b>A11 120/30/40</b>	4.67±1.47 <sup>def</sup>	5.17±1.37 <sup>efgh</sup>	4.43±1.19 <sup>bcde</sup>	4.77±1.72 <sup>cde</sup>	4.77±1.38 <sup>abcd</sup>	4.93±1.46 <sup>def</sup>
<b>A12 120/20/20</b>	2.60±1.52 <sup>ab</sup>	2.67±1.45 <sup>ab</sup>	3.10±1.56 <sup>abc</sup>	2.73±1.36 <sup>ab</sup>	3.87±1.78 <sup>ab</sup>	2.67±1.37 <sup>ab</sup>
<b>A13 180/30/60</b>	6.00±1.26 <sup>fg</sup>	5.63±1.71 <sup>fgh</sup>	4.90±1.42 <sup>de</sup>	5.07±1.70 <sup>de</sup>	5.07±1.31 <sup>bcd</sup>	5.90±1.27 <sup>f</sup>
<b>A14 60/30/20</b>	2.83±1.56 <sup>abc</sup>	3.03±1.52 <sup>abcd</sup>	3.00±1.60 <sup>ab</sup>	3.43±1.48 <sup>abc</sup>	4.10±1.35 <sup>abc</sup>	3.17±1.49 <sup>abc</sup>
<b>A15 180/20/40</b>	4.77±1.68 <sup>def</sup>	4.57±1.76 <sup>efg</sup>	4.50±1.72 <sup>bcde</sup>	5.00±1.55 <sup>de</sup>	5.33±1.40 <sup>cd</sup>	5.23±1.38 <sup>ef</sup>

t: tiempo; T: Temperatura; C: Concentración de la solución deshidratante; 1= “disgusta mucho”; 4= “indiferente”; 7= “me gusta mucho”.

\*Supraíndices con letras diferentes en la misma columna indican diferencias significativas (P< 0.05; Tukey)

Las condiciones operacionales utilizadas para deshidratar las muestras A9 (120 min/40°C/20°Bx), A12 (120 min/20°C/20°Bx) y A14 (60 min/30°C/20°Bx) no modificaron sus atributos sensoriales ( $P > 0.05$ ), los valores medios de los mismos fueron: [2.57±0.04 (Sabor), 3.80±0.01 (Textura), 2.70±0.05 (Dulzor), 2.84±0.48 (Acidez), 3.02±0.04 (Sensación Residual) y 2.84±0.43 (Aceptabilidad general)], eran similares ( $P > 0.05$ ) a los de la fruta sin tratar y pertenecientes a la zona de rechazo (**Tabla 4.3**).

Por otro lado, las muestras A3 (180 min/40°C/40°Bx), A6 (60 min/30°C/60°Bx) A7 (120 min/40°C/60°Bx) y A13 (180 min/30°C/60°Bx) tuvieron las mejores calificaciones en todos los atributos analizados por el panel, con valores promedio de 5.79±0.50 (Sabor), 5.38±0.55 (Textura), 5.64±0.30 (Dulzor), 5.06±0.25 (Acidez), 5.22±0.25 (Sensación Residual) y 5.77±0.44 (Aceptabilidad general; **Tabla 4.3**). Estos valores correspondieron a un rango entre indiferencia (4) a “gusta mucho” (7).

En este ensayo los mayores índices de aceptabilidad general correspondieron a muestras tratadas con 40 o 60°Bx [A3 (180 min/40°C/40°Bx), A5 (60 min/40°C/40°Bx), A6 (60 min/30°C/60°Bx), A7 (120 min/40°C/60°Bx), A11 (120 min/30°C/40°Bx), A13 (180 min/30°C/60°Bx), A15 (180 min/20°C/40°Bx)] mientras que los más bajos (zona de rechazo) se obtuvieron en frutas tratadas con la concentración más baja de sacarosa [20°Bx; A9 (120 min/40°C/20°Bx), A12 (120 min/20°C/20°Bx), A14 (60 min/30°C/20°Bx)]. La preferencia de los panelistas puede deberse a una mejora del balance entre el dulzor y la acidez debido a una mayor acumulación de sacarosa producida por la osmodeshidratación. Sanjinez-Argandoña y col. (2009) atribuyeron la mayor aceptación de rodajas de kiwi osmodeshidratado frente a las “sin tratar” al ingreso de la sacarosa hacia el interior de la fruta, tornando la muestra más dulce y menos ácida y asignaron la pérdida de acidez a la hidrólisis de los ácidos de la fruta, favoreciendo su aceptabilidad.

Jacob y Paliyath (2012) plantearon que los cambios en los parámetros de procesamiento afectan la cinética de transferencia de masa durante los tratamientos de DO, alterando la composición del tejido vegetal y promoviendo cambios de textura en productos osmodeshidratados. En el caso de la textura, las muestras A3 (180 min/40°C/40°Bx), A6 (60 min/30°C/60°Bx), A7 (120 min/40°C/60°Bx), A13 (180 min/30°C/60°Bx) y A15 (180min/20°C/40°Bx) fueron las mejor calificadas (valor medio  $5.36\pm 0.25$ ), mientras que los puntajes correspondientes a la fruta sin tratar y a las muestras procesadas con 20°Bx [A9 (120 min/40°C/20°Bx), A10 (180 min/30°C/20°Bx), A12 (120 min/20°C/20°Bx) y A14 (60 min/30°C/20°Bx)] fueron los más bajos (valor medio  $3.74\pm 0.42$ ; zona de indiferencia, **Tabla 4.3**) aunque debido a la alta variabilidad de los resultados, la diferencia fue significativa ( $P < 0.05$ ) solo con A6 (60 min/30°C/60°Bx) y A7 (120 min/40°C/60°Bx).

#### **4.3.2. Efectos de la deshidratación osmótica en el contenido de bioactivos y la actividad antioxidante**

La **Tabla 4.4** muestra los cambios producidos por la deshidratación osmótica en el contenido (PT, FT, CT, AA) y actividad antioxidante (FRAP, ARA) de las muestras de arazá.

Los contenidos de PT, FT y CT de las muestras osmodeshidratadas durante 60 min [A1 (60 min/20°C/40°Bx), A5 (60 min/40°C/40°Bx), A6 (60 min/30°C/60°Bx) y A14 (60 min/30°C/20°Bx), **Tabla 4.4**] fueron similares ( $P > 0.05$ ) a los de la fruta sin tratar (PT: 28.63 mg EAG/g m.s; FT: 13.56 mg CAT/g m.s; CT: 62.20 mg  $\beta$ -caroteno/g m.s).

**Tabla 4.4.** Efecto de la osmodeshidratación en la concentración de bioactivos, actividad antiradical y capacidad de reducir Fe<sup>3+</sup> de pulpa de arazá osmodeshidratada

t (min)/T (°C)/C (°Bx)	Concentración de Bioactivos			AOA		
	PT	FT	CT	AA	ARA	FRAP
<b>Fruta sin tratar</b>	31.04±0.63 <sup>e</sup>	16.02±0.33 <sup>e</sup>	68.56±1.01 <sup>e</sup>	495.01±6.96 <sup>c</sup>	80.17±2.01 <sup>f</sup>	615.88±13.62 <sup>i</sup>
<b>A1 60/20/40</b>	25.02±1.01 <sup>cde</sup>	11.44±0.22 <sup>cde</sup>	53.81±0.47 <sup>bcde</sup>	283.26±1.36 <sup>b</sup>	77.92±0.57 <sup>f</sup>	438.54±13.62 <sup>f</sup>
<b>A2 120/20/60</b>	17.45±0.92 <sup>a</sup>	7.13±0.06 <sup>abc</sup>	47.41±2.13 <sup>abcd</sup>	92.54±3.36 <sup>a</sup>	61.98±3.46 <sup>de</sup>	603.13±18.04 <sup>i</sup>
<b>A3 180/40/40</b>	15.35±0.16 <sup>a</sup>	4.51±0.17 <sup>a</sup>	33.02±1.11 <sup>a</sup>	42.53±0.17 <sup>a</sup>	34.59±0.17 <sup>a</sup>	271.88±12.15 <sup>b</sup>
<b>A4 120/30/40</b>	19.94±1.27 <sup>ab</sup>	10.99±0.73 <sup>bcde</sup>	58.27±1.42 <sup>cde</sup>	40.63±8.43 <sup>a</sup>	54.27±0.72 <sup>cd</sup>	433.07±22.09 <sup>f</sup>
<b>A5 60/40/40</b>	26.82±1.19 <sup>de</sup>	10.58±0.11 <sup>bcde</sup>	60.64±7.83 <sup>cde</sup>	228.59±9.19 <sup>b</sup>	66.34±2.11 <sup>e</sup>	334.9±1.32 <sup>cd</sup>
<b>A6 60/30/60</b>	29.06±0.76 <sup>de</sup>	12.79±0.44 <sup>de</sup>	56.76±6.01 <sup>bcde</sup>	286.67±3.39 <sup>b</sup>	63.07±0.19 <sup>de</sup>	520.83±19.51 <sup>gh</sup>
<b>A7 120/40/60</b>	22.17±0.61 <sup>bc</sup>	6.31±0.11 <sup>abc</sup>	38.99±1.42 <sup>ab</sup>	44.79±4.28 <sup>a</sup>	52.65±1.83 <sup>c</sup>	567.71±20.99 <sup>hi</sup>
<b>A8 120/30/40</b>	20.15±0.34 <sup>ab</sup>	5.44±0.17 <sup>ab</sup>	42.01±2.36 <sup>abc</sup>	27.92±2.05 <sup>a</sup>	54.49±0.19 <sup>cd</sup>	363.8±4.77 <sup>de</sup>
<b>A9 120/40/20</b>	17.14±0.09 <sup>a</sup>	6.03±0.24 <sup>abc</sup>	46.04±2.03 <sup>abcd</sup>	119.54±6.74 <sup>a</sup>	63.48±1.54 <sup>de</sup>	485.94±47.87 <sup>g</sup>
<b>A10 180/30/20</b>	15.16±0.22 <sup>a</sup>	5.58±0.08 <sup>ab</sup>	41.94±2.13 <sup>abc</sup>	29.23±1.89 <sup>a</sup>	41.44±0.73 <sup>ab</sup>	195.31±8.09 <sup>a</sup>
<b>A11 120/30/40</b>	17.43±1.90 <sup>a</sup>	5.83±0.04 <sup>ab</sup>	49.35±0.27 <sup>abcd</sup>	103.99±5.97 <sup>a</sup>	59.62±0.46 <sup>d</sup>	287.5±5.89 <sup>bc</sup>
<b>A12 120/20/20</b>	15.02±0.09 <sup>a</sup>	7.83±0.84 <sup>abcd</sup>	51.07±1.01 <sup>abcde</sup>	65.54±3.42 <sup>a</sup>	63.26±3.73 <sup>de</sup>	398.18±1.84 <sup>ef</sup>
<b>A13 180/30/60</b>	16.53±0.52 <sup>a</sup>	3.85±0.17 <sup>a</sup>	38.48±3.15 <sup>ab</sup>	41.65±2.93 <sup>a</sup>	48.36±0.19 <sup>bc</sup>	212.5±6.62 <sup>a</sup>
<b>A14 60/30/20</b>	27.63±2.16 <sup>de</sup>	14.86±0.44 <sup>e</sup>	62.87±9.25 <sup>de</sup>	268.41±2.02 <sup>b</sup>	74.52±0.77 <sup>f</sup>	495.57±6.07 <sup>g</sup>
<b>A15 180/20/40</b>	15.29±0.09 <sup>a</sup>	10.58±0.15 <sup>bcde</sup>	42.15±0.22 <sup>abc</sup>	23.47±4.96 <sup>a</sup>	40.66±1.05 <sup>ab</sup>	291.93±1.47 <sup>bc</sup>

t: Tiempo; T: Temperatura; C: Concentración de solución deshidratante; PT: Polifenoles Totales (mg EAG\*g m.s<sup>-1</sup>); FT: Flavonoides totales (mg CAT\*g m.s<sup>-1</sup>); CT: Carotenoides totales (mg β-caroteno\*g m.s<sup>-1</sup>); AA: Ácido ascórbico (mg AA\*100 g m.s<sup>-1</sup>); AOA: Actividad antioxidante (ARA: Actividad antiradical, % inhibición; FRAP: Poder reductor, μM Fe<sup>+2</sup>\*g m.s<sup>-1</sup>); \*Supraíndices con letras diferentes en la misma columna indican diferencias significativas (P < 0.05; Tukey)

La extensión del tiempo de residencia a 120-180 min [A2 (120 min/20°C/60°Bx), A3 (180 min/40°C/40°Bx), A8 (120 min/30°C/40°Bx), A9 (120 min/40°C/20°Bx), A9 (180 min/30°C/20°Bx), A11 (120 min/30°C/40°Bx), A12 (120 min/20°C/20°Bx) y A14 (180 min/30°C/60°Bx)] produjo pérdidas significativas ( $P < 0.05$ ) en los niveles de PT (41%), FT (57%) y CT (29%) (**Tabla 4.4**). Araya-Farias y col. (2014) determinaron pérdidas de polifenoles, carotenoides y vitamina C en bayas de espino de mar enteras osmodeshidratadas mientras que Pan y col. (2003) reportaron una disminución del 26 y 38% en el contenido de carotenos en calabazas y zanahoria osmodeshidratadas durante 4 horas.

El efecto del tiempo de residencia en la concentración de ácido ascórbico (AA; **Tabla 4.4**) tuvo un comportamiento similar al detectado en los otros antioxidantes. La retención de AA en las muestras procesadas por 60 min [A1 (60 min/20°C/40°Bx, A5 (60 min/40°C/40°Bx), A6 (60 min/30°C/60°Bx) y A14 (60 min/30°C/20°Bx)] fue del 54%, mientras que en las tratadas por 180 min (A15 (180 min/20°C/40°Bx) fue del 5%. Fathi y col. (2011) obtuvieron resultados similares en muestras de kiwi osmodeshidratados y postularon que las pérdidas de AA podían deberse a que al ser soluble en agua, la DO favorecía su salida desde el interior de la fruta hacia la solución osmótica.

Las muestras A1 y A14 (60 min/20°C/40°Bx; 60 min/30°C/20°Bx) tenían valores de actividad antiradicalaria similares a los de la fruta sin tratar ( $> 70\%$ ;  $P > 0.05$ ) mientras que los niveles más bajos (valor promedio  $41.26 \pm 5.63\%$ ; **Tabla 4.4**) correspondían a las procesadas durante 180 min [A3 (180 min/40°C/40°Bx); A10 (180 min/30°C/20°Bx); A13 (180 min/30°C/60°Bx); A15 (180min/20°C/40°Bx).

Con respecto al poder reductor (FRAP), las muestras A2 (120 min/20°C/60°Bx) y A7 (120 min/40°C/60°Bx) tuvieron valores similares al control (valor promedio de  $597.83 \pm 25.04 \mu\text{M Fe}^{+2}/\text{g m.s}$ ;  $P > 0.05$ ), mientras que en las muestras tratadas durante 180

min A3 (180 min/40°C/40°Bx), A10 (180 min/30°C/20°Bx), A13 (180 min/20°C/60°Bx) y A15 (180min/20°C/40°Bx)] el comportamiento fue similar al detectado en ARA, con caídas en el poder reductor entre 55 - 67%.

Los resultados sugieren que, de acuerdo a lo publicado por Nowicka y col. (2015) en cerezas osmodeshidratadas, el uso de tiempos de residencia muy largos (180 min) puede afectar negativamente la actividad antioxidante del producto tal y como informaron los autores, con caídas del 50% de la actividad en la fruta.

#### 4.4. Ajuste de modelo de regresión

Las **Tabla 4.5-4.7** muestran los modelos que relacionan la eficiencia del proceso (PA/GS), las propiedades sensoriales y los indicadores nutricionales con las condiciones operacionales [Temperatura (T), tiempo (t) y concentración de solución deshidratante (C)].

**Tabla 4.5.** Análisis de regresión del modelo polinómico teniendo en cuenta la eficiencia de proceso

Respuesta	R <sup>2</sup>	Prob.	“Lack of fit”
PA/GS	0.88	2x10 <sup>-4</sup>	0.5
<b>Ecuación final en términos de factores reales</b>			
$7.97 - 0.13*T - 0.10*C - 0.02 *t + 2.67x10^{-3}*T^2 + 8.37x10^{-4}*C^2 + 1.02x10^{-4}*t^2$			
<b>t: Tiempo; T: Temperatura; C: Concentración de solución deshidratante; PA/GS: Eficiencia de proceso</b>			

La ecuación obtenida para PA/GS mostró que los mayores contribuyentes fueron los términos lineales de la temperatura (T) y la concentración (C) seguidos de los cuadráticos (T<sup>2</sup> y C<sup>2</sup>), mientras que el tiempo (t) y su término cuadrático (t<sup>2</sup>) fueron los que menos aportaron. El efecto antagonista de los términos lineales (T, C y t) fue parcialmente compensado por los cuadráticos de temperatura y la concentración de sacarosa (**Tabla 4.5**).

Las respuestas sensoriales (**Tabla 4.6**) presentaron valores de  $R^2$  entre 0.76 y 0.94 a excepción del dulzor ( $R^2= 0.63$ ). La concentración de la solución de sacarosa (C) tuvo un efecto sinergista en todos los indicadores mientras que el efecto del tiempo de residencia fue sinergista solamente en acidez y antagonista en sensación residual, textura y aceptabilidad general. Por otro lado, la temperatura presentó un comportamiento antagonista en los modelos correspondientes a sabor y acidez y sinergista en los de sensación residual y aceptabilidad.

**Tabla 4.6.** Análisis de regresión de los modelos obtenidos teniendo en cuenta los indicadores sensoriales

Respuesta	$R^2$	Prob.	“Lack of fit”
Sabor	0.92	$1 \times 10^{-4}$	0.60
Dulzor	0.63	$4 \times 10^{-4}$	0.45
Acidez	0.94	$1 \times 10^{-4}$	0.52
S. Residual	0.82	$8 \times 10^{-4}$	0.72
Textura	0.76	$9 \times 10^{-4}$	0.40
A. General	0.88	$1 \times 10^{-4}$	0.77
Ecuación final en términos de factores reales			
Sabor	$5.17 - 0.04 * T + 0.01 * C - 0.04 * t + 1.78 \times 10^{-3} * T * C + 1.98 \times 10^{-4} * t^2$		
Dulzor	$2.19 + 0.05 * C$		
Acidez	$2.02 - 0.03 * T + 0.03 * C + 0.01 * t + 1.46 \times 10^{-3} * T * C - 2.70 \times 10^{-4} * C * t$		
S. Residual	$3.30 + 0.02 * T + 0.04 * C - 0.03 * t + 1.41 \times 10^{-4} * t^2$		
Textura	$4.20 + 0.03 * C - 0.01 * t + 8.41 \times 10^{-5} * t^2$		
A. General	$3.08 + 0.02 * T + 0.06 * C - 0.04 * t + 1.78 \times 10^{-4} * t^2$		

t: Tiempo; T: Temperatura; C: Concentración de solución deshidratante; S. Residual: Sensación residual; A. General: Aceptabilidad general

Los valores de los coeficientes de regresión indicaron que la concentración de sacarosa fue el principal contribuyente al dulzor, sensación residual, textura y aceptabilidad general mientras que la temperatura y el tiempo fueron los que más

influyeron en el sabor. En el caso de la acidez, el efecto sinergista de la concentración fue balanceado por la influencia negativa de la temperatura (Tabla 4.6).

**Tabla 4.7.** Análisis de regresión de los modelos obtenidos teniendo en cuenta las respuestas nutricionales del arazá osmodeshidratado

Respuesta	R <sup>2</sup>	Prob.	“Lack of fit”
PT	0.95	1x10 <sup>-4</sup>	0.72
FT	0.61	3.1x10 <sup>-3</sup>	0.85
CT	0.70	1x10 <sup>-4</sup>	0.93
AA	0.95	1x10 <sup>-4</sup>	0.89
ARA	0.91	1x10 <sup>-4</sup>	0.90
FRAP	0.82	1x10 <sup>-4</sup>	0.34
Ecuación final en términos de factores reales			
PT	23.87 + 0.92*T + 0.06*C - 0.28*t - 0.01*T <sup>2</sup> + 7.74x10 <sup>-4</sup> *t <sup>2</sup>		
FT	22.14 - 0.19*t + 6.09x10 <sup>-4</sup> *t <sup>2</sup>		
CT	67.80 - 0.16*t		
AA	484.94 + 4.72*T + 3.70*C - 7.25*t - 0.12*T*C + 0.02*t <sup>2</sup>		
ARA	118.87 - 0.33*T - 0.56*C - 0.39*t + 3.82x10 <sup>-3</sup> *C*t		
FRAP	698.39 - 2.54*t		

t: Tiempo; T: Temperatura; C: Concentración de solución deshidratante; PT: Polifenoles totales; FT: Flavonoides totales; CT: Carotenoides totales; AA: Ácido ascórbico; ARA: Actividad antirradical; FRAP: Poder reductor

El análisis de regresión múltiple de las respuestas nutricionales mostró que el ajuste del modelo fue significativo (P < 0.05) para todas las respuestas, los coeficientes de determinación (R<sup>2</sup>) variaron entre 0.69 y 0.95, a excepción del correspondiente a FT (R<sup>2</sup>= 0.61). PT y AA dependían de las 3 variables mientras que los niveles de FT y CT estaban afectados únicamente por el tiempo de residencia.

El coeficiente lineal del tiempo en los 4 modelos fue negativo indicando que el efecto era antagonista (P < 0.05; Tabla 4.7). En el caso de PT y AA, tanto la temperatura como la concentración de sacarosa presentaron un comportamiento sinergista. La temperatura fue la fuente de variación más importante para la concentración de PT

seguida por la concentración de sacarosa mientras el ácido ascórbico dependía principalmente del tiempo de residencia y en menor escala de la concentración de sacarosa y de la temperatura (**Tabla 4.7**).

Alam y col. (2010) informaron que los términos lineales del tiempo y la temperatura tuvieron un efecto antagonista en la retención de vitamina C de rebanadas de aonla osmodeshidratadas aunque se determinó una compensación parcial de la interacción concentración-tiempo así como de los términos cuadráticos de la temperatura y la concentración.

La respuesta de la actividad antiradicalaria (ARA) indicó que todas las condiciones de proceso (T, t, C) tuvieron un efecto antagonista en la ecuación, siendo el tiempo (t) la variable de mayor contribución, seguido por la concentración (C) y por último la temperatura (T). Por otra parte, la interacción de la concentración y el tiempo (C\*t) compensó parcialmente el efecto antagonista de los términos lineales. El poder reductor (FRAP) dependía en forma antagonista del tiempo (**Tabla 4.7**).

#### **4.5. Optimización del proceso por superficie de respuesta múltiple (SRM)**

El análisis de regresión indicó que los modelos obtenidos que cumplían adecuadamente con los criterios de Granato y col. (2010) para ser utilizados en la optimización del proceso ( $R^2 > 0.70$ ; “lack of fit” no significativo) fueron los correspondientes a la eficiencia del proceso (PA/GS), sabor, acidez, sensación residual, textura y aceptabilidad general así como los contenidos de polifenoles totales (PT), carotenoides totales (CT), ácido ascórbico (AA), actividad antiradicalaria (ARA) y capacidad de reducción del  $Fe^{3+}$  (FRAP) (**Tablas 4.5-4.7**).

**Tabla 4.8.** Valores óptimos de las condiciones de operación y deseabilidad por grupo (eficiencia, sensoriales y nutricionales) comparados con los de la optimización total

	<b>Optimización Eficiencia</b>	<b>Optimización Total</b>	<b>Deseabilidad Eficiencia</b>	<b>Deseabilidad Total</b>
C °Brix	20.36	60.00	1.00	0.86
T °C	35.59	40.00		
t min	67.02	60.00		
<b>Respuestas</b>	<b>Predicho</b>			
PA/GS	3.54			
	<b>Optimización Sensorial</b>	<b>Optimización Total</b>	<b>Deseabilidad Sensorial</b>	<b>Deseabilidad Total</b>
C °Brix	59.98	60.00	0.98	0.86
T °C	40	40.00		
t min	180	60.00		
<b>Respuesta</b>	<b>Predicho</b>			
Sabor	6.85			
Acidez	5.43			
S. Residual	5.86			
Textura	5.55			
A. General	6.47			
	<b>Optimización C. Antioxidantes</b>	<b>Optimización Total</b>	<b>Deseabilidad C. Antioxidantes</b>	<b>Deseabilidad Total</b>
C °Brix	60.00	60.00	0.92	0.86
T °C	28.07	40.00		
t min	60.01	60.00		
<b>Respuesta</b>	<b>Predicho</b>			
PT	28.83			
CT	57.99			
AA	270.15			
	<b>Optimización A. Antioxidante</b>	<b>Optimización Total</b>	<b>Deseabilidad A. Antioxidantes</b>	<b>Deseabilidad Total</b>
C °Brix	24.35	60.00	0.93	0.86
T °C	20.16	40.00		
t min	60.00	60.00		
<b>Respuesta</b>	<b>Predicho</b>			
ARA	80.22			
FRAP	545.89			

t: Tiempo; T: Temperatura; C: Concentración de solución deshidratante; PA/GS: Eficiencia de proceso; S. Residual: Sensación residual; A. General: Aceptabilidad general PT: Polifenoles totales; FT: Flavonoides totales; CT: Carotenoides totales; AA: Ácido ascórbico; ARA: Actividad antirradical; FRAP: Poder reductor; C. Antioxidante: Concentración de antioxidantes; A. Antioxidante: Actividad antioxidante

Las optimizaciones individuales (**Tabla 4.8**) de los resultados de la eficiencia de proceso, atributos sensoriales y nutricionales (concentración y actividad antioxidante) mostraron valores de deseabilidad entre 0.92 y 1, mientras que al incluir todas las variables respuesta (optimización total), la deseabilidad alcanzo un valor de 0.86 (**Tabla 4.8**), menor (7-14%) que los correspondiente a los de cada indicador optimizado (eficiencia, sensorial, nutricional; **Tabla 4.8**).

La comparación de los valores óptimos operacionales (**Tabla 4.8**) indicó que:

$$\mathbf{C (PA/GS) \approx C (Act. Antiox); T (PA/GS) \approx T (Sens) \text{ y } t (PA/GS) \approx t (Conc. Antiox) \text{ C (Sens) } \approx \text{ C (Conc. Antiox)}}$$

La concentración y la actividad antioxidante solo coincidieron en el valor del tiempo óptimo de residencia (60 min) mientras que el efecto de la concentración del agente osmótico (C) en ambos parámetros fue opuesto [20°Bx (Conc. Antiox) vs 60°Bx (Act. Antiox)]. Cabe resaltar que las deseabilidades de las variables optimizadas en todos los casos fueron mayores a 0.9 (**Tabla 4.8**).

Finalmente al combinar las respuestas nutricionales, sensoriales y de eficiencia en la superficie de respuesta (**Tabla 4.8**) las condiciones óptimas del proceso fueron: 60 min/40.00°C/60.00°Bx. Alam y col (2010) informaron condiciones óptimas de proceso similares (60min/51°C/59°Bx) en cortes de aonla osmodeshidratados teniendo en cuenta la mayor aceptabilidad general y bajas pérdidas nutricionales (informadas como retención de vitamina C), con un valor de deseabilidad de 0.85.

Cuando se compararon los parámetros operacionales optimizados utilizando todos los indicadores con aquellos provenientes de las respuestas agrupadas según su función (sensorial, nutricional o de eficiencia de proceso) se observó que:

$$\mathbf{T/t (Opt. Total) \approx T/t (PA/GS);}$$

$$C/T (\text{Opt. Total}) \approx C/T (\text{Sens})$$

$$C/t (\text{Opt. Total}) \approx C/t (\text{Conc. Antiox})$$

$$t (\text{Opt. Total}) \approx t (\text{Act. Antiox})$$

La comparación de los valores predichos por el modelo total con los resultados experimentales (**Tabla 4.9**) mostró que había un alto grado de coincidencia ( $P > 0.05$ ) entre valores predichos y experimentales a excepción del ácido ascórbico, donde la diferencia fue 63.5%, esto podría deberse a la alta sensibilidad de este antioxidante a las condiciones de osmodeshidratación.

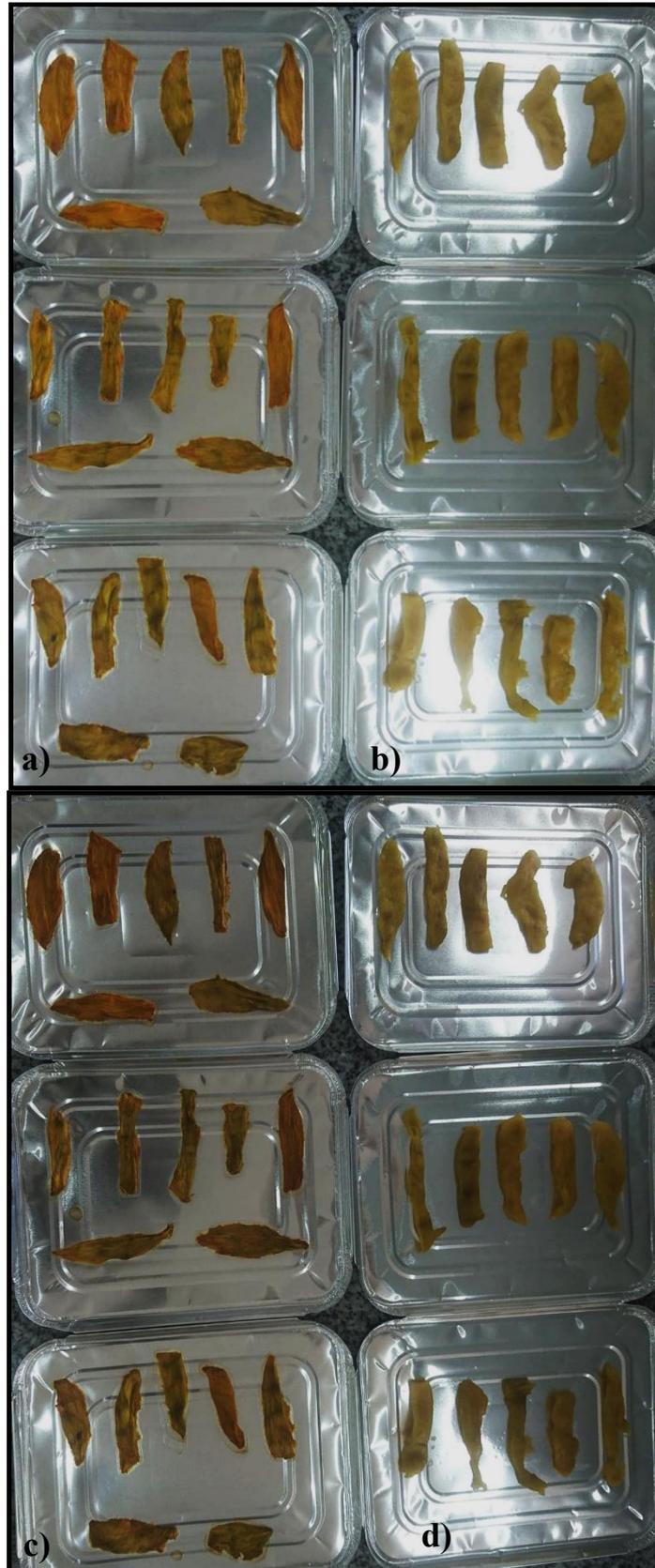
**Tabla 4.9.** Valores óptimos de las diferentes variables dependientes para obtener la máxima deseabilidad correspondiente a 60 min/40°C/60°Bx

Optimización Total		
Respuestas	Predicho	Experimental
PA/GS	2.62	2.14±0.07
Sabor	6.49	6.37±0.83
Acidez	5.83	5.30±0.47
S. Residual	5.51	5.47±0.38
Textura	5.39	5.60±0.22
A. General	6.15	6.12±0.17
PT	28.82	30.16±0.76
CT	57.99	55.62±2.01
AA	235.49	109.53±3.39
ARA	61.69	62.18±0.19
FRAP	545.89	536.47±5.91

PA/GS: Eficiencia de proceso; S. Residual: Sensación residual; A. General: Aceptabilidad general  
 PT: Polifenoles totales mg EAG/g m.s; FT: Flavonoides totales mg CAT/g m.s; CT: Carotenoides totales mg β-caroteno/g m.s; AA: Ácido ascórbico mg AA/100 g m.s; ARA: Actividad antiradical % de inhibición; FRAP: Poder reductor μM Fe<sup>2+</sup>/g m.s

#### 4.6. Efecto del secado convectivo, liofilización y congelación en las propiedades fisicoquímicas de la pulpa de arazá con y sin osmodeshidratación previa

La **Figura 4.8 a-d** muestra el efecto del secado convectivo en la fruta con y sin deshidratación osmótica previa.



**Figura 4.8.** Secado de pulpa de arazá: **a)** sin pre-tratar secada por 3h; **b)** osmodeshidratada y secada por 3h; **c)** sin pre-tratar secada por 4h; **d)** osmodeshidratada y secada por 4h

Los resultados experimentales mostraron que la estructura del arazá deshidratado mediante secado convectivo sin pretratamiento osmótico (F/Sec) sufrió un deterioro muy grande (**Figura 4.8 a y c**) imposibilitando la medición en F/Sec de la capacidad de rehidratación, textura, concentración y actividad antioxidante, así como la composición y la digestión in-vitro, por lo tanto solo pudo medirse la humedad y el color en estas muestras.

La **Tabla 4.10** muestra el efecto de los distintos métodos de preservación evaluados (osmodeshidratación, congelación, dehidro-congelación, liofilización, osmo-liofilización, secado convectivo, y osmo-convectivo (3, 4h) ) en el contenido de humedad y color (L\*, IS, AH) de pulpa de arazá..

**Tabla 4.10.** Efecto de los distintos procesamientos en la humedad (H%), luminosidad (L\*), índice de saturación (IS) y ángulo de matiz (AH°), del arazá

Tratamientos	H (%)	L*	IS	AH(°)
Fruta sin tratar	94.19±0.42 <sup>f</sup>	68.52±0.77 <sup>cd</sup>	34.31±1.40 <sup>d</sup>	103.10±0.93 <sup>g</sup>
DO	59.76±0.04 <sup>e</sup>	69.60±0.09 <sup>cd</sup>	42.52±0.06 <sup>e</sup>	84.29±0.02 <sup>d</sup>
F/Cong	93.52±0.17 <sup>f</sup>	72.59±0.08 <sup>d</sup>	40.03±0.14 <sup>e</sup>	86.37±0.02 <sup>de</sup>
DO/Cong	56.85±1.53 <sup>d</sup>	70.45±0.08 <sup>cd</sup>	40.21±0.14 <sup>e</sup>	85.37±0.06 <sup>d</sup>
F/Lio	28.76±0.10 <sup>c</sup>	71.85±1.20 <sup>d</sup>	31.96±2.06 <sup>cd</sup>	90.90±0.42 <sup>ef</sup>
DO/Lio	17.33±0.05 <sup>b</sup>	66.93±1.31 <sup>c</sup>	44.64±1.72 <sup>e</sup>	93.24±0.48 <sup>f</sup>
F/Sec	12.76±0.06 <sup>a</sup>	34.28±1.40 <sup>a</sup>	14.51±1.88 <sup>a</sup>	39.26±3.37 <sup>a</sup>
DO/Sec 3h	16.75±0.30 <sup>b</sup>	51.41±0.31 <sup>b</sup>	27.67±1.29 <sup>bc</sup>	73.17±0.61 <sup>bc</sup>
DO/Sec 4h	15.04±1.53 <sup>ab</sup>	51.92±1.90 <sup>b</sup>	24.88±0.32 <sup>b</sup>	64.99±1.84 <sup>b</sup>

DO: Osmodeshidratada; F/Cong: Fruta congelada; DO/Cong: Dehidro-congelada; F/Lio: Fruta liofilizada; DO/Lio: osmo-liofilizadas; F/Sec: Fruta secada a 70°C; DO/Sec 3h: Secada osmo-convectivamente a 70°C por 3h; DO/Sec 4h: Secada osmo-convectivamente a 70°C por 4h. \*Supraíndices con letras diferentes en cada columna indican diferencias significativas entre los tratamientos (P< 0.05; Tukey)

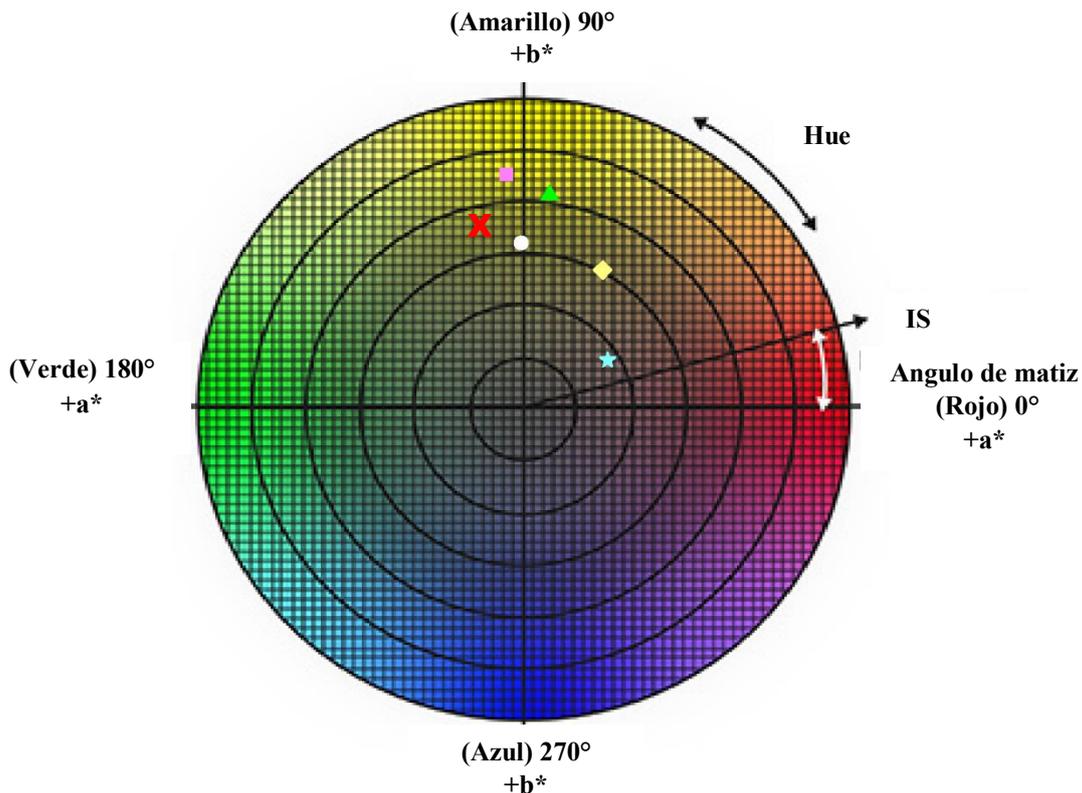
Los niveles de humedad más bajos (**Tabla 4.10**) correspondieron a las muestras secadas en estufa (F/Sec) sin pretratar. La aplicación de secado convectivo o de liofilización redujeron la humedad de la fruta osmodeshidratada 71-75% (P< 0.05) obteniéndose productos con contenidos de humedad similares (16.37%; P> 0.05).

La congelación del arazá osmodeshidratado disminuyó 5% ( $P < 0.05$ ) la humedad final de la muestra debido probablemente a cambios producidos en la permeabilidad de las membranas que disminuyeron su capacidad de retención de agua.

Según el Código Alimentario Argentino (CAA), capítulo XI - Art 903 y 824: “Las frutas secas no deberá contener más de 25% de agua y cuando la fruta secada se empaqueta en envases herméticos, se permitirá un contenido de agua máximo del 35%”. Las condiciones de secado utilizadas en este estudio (**Tabla 4.10**) permitieron obtener productos que cumplieran con los requisitos del código alimentario argentino (CAA). Robbers y col. (1997) observaron que en kiwi secado mediante tratamiento osmoconvectivo preservaba mejor la firmeza del fruto comparado con el secado sin pretratamiento al final del proceso, alcanzando una humedad final de 25%.

La **Figura 4.9** muestra la ubicación de las muestras en el diagrama de color. Los valores de IS y AH correspondientes a las muestras procesadas por DO, F/Cong, DO/Cong eran similares, por lo tanto se agruparon y reemplazaron por su promedio al igual que los de DO/Sec 3h; DO/Sec 4h.

La liofilización de muestras osmodeshidratadas no modificó ( $P > 0.05$ ) los valores de  $L^*$  e IS, mientras que AH aumentó 11% ( $P < 0.05$ ) indicando un corrimiento hacia el amarillo. Por otro lado el pretratamiento con DO redujo 6.8% la luminosidad del arazá liofilizado, mientras que IS aumentó 40% ( $P < 0.05$ ) y no se detectaron cambios significativos ( $P > 0.05$ ) en AH (**Figura 4.9**).



**Figura 4.9.** Ubicación aproximada en el diagrama de color del índice de saturación y ángulo de matiz de arazá procesado con y sin pre-tratamiento osmótico. (X) ST, (▲) promedio: DO, F/Cong, DO/Cong; (○) F/Lio; (■) DO/Lio; (◆) promedio: DO/Sec 3h; DO/Sec 4h (★) F/Sec

Los tratamientos de secado convectivo de muestras osmodeshidratadas disminuyeron la luminosidad  $L^*$  (18%) y el índice de saturación (38%) mientras que el ángulo de matiz decreció 13 y 23% para tiempos de secado de 3 y 4 h respectivamente. Si se compara el color del arazá pretratado (DO/Sec 3-4h) con el correspondiente a muestras sin pretratar (F/Sec) puede observarse que la aplicación de DO produjo un aumento en la luminosidad (50%), el índice de saturación (81%) mientras que el ángulo de matiz se incrementó 86 (DO/Sec 3h) y 65% (DO/Sec 4h) indicando que el color de las muestras pretratadas era más luminoso y saturado mientras que el matiz viró hacia coloraciones más amarillas (**Figura 4.9**). Estos cambios de color de las muestras secadas podrían estar asociadas al pardeamiento durante el secado a causa de reacciones enzimáticas y no enzimáticas, aunque la deshidratación osmótica en las frutas puede

mejorar la estabilidad en los parámetros de color respecto a las frutas sin tratar (Krokida y col., 2000).

#### 4.7. Pérdida de líquidos por exudación en la fruta congelada y dehidro-congelada

La **Tabla 4.11** muestra el volumen de líquido perdido durante la descongelación del arazá congelado (F/Cong) o dehidro-congelado (DO/Cong). Los resultados indicaron que el pretratamiento con DO redujo las pérdidas por exudado 29% ( $P < 0.05$ ; **Tabla 4.11**). Este resultado podría estar relacionado con el efecto crioprotector de la sacarosa en los tejidos de la fruta, ya que este tipo de soluto tiene la propiedad de incrementar la osmolaridad celular y la viscosidad, además de actuar como agente deshidratante, permitiendo la disminución del punto de congelación (Benson, 2008) y evitando el daño en la estructura de los tejidos debido a la formación de cristales de hielo de mayor tamaño durante la congelación (Bhattacharya, 2016).

**Tabla 4.11.** Efecto de la congelación del arazá con y sin pretratamiento osmótico en el líquido perdido por exudación

Exudación (2 horas)	
Tratamiento	Exudado (g de líquido perdido/g.m.s)
F/Cong	0.14±0.04 <sup>b</sup>
DO/Cong	0.10±0.01 <sup>a</sup>

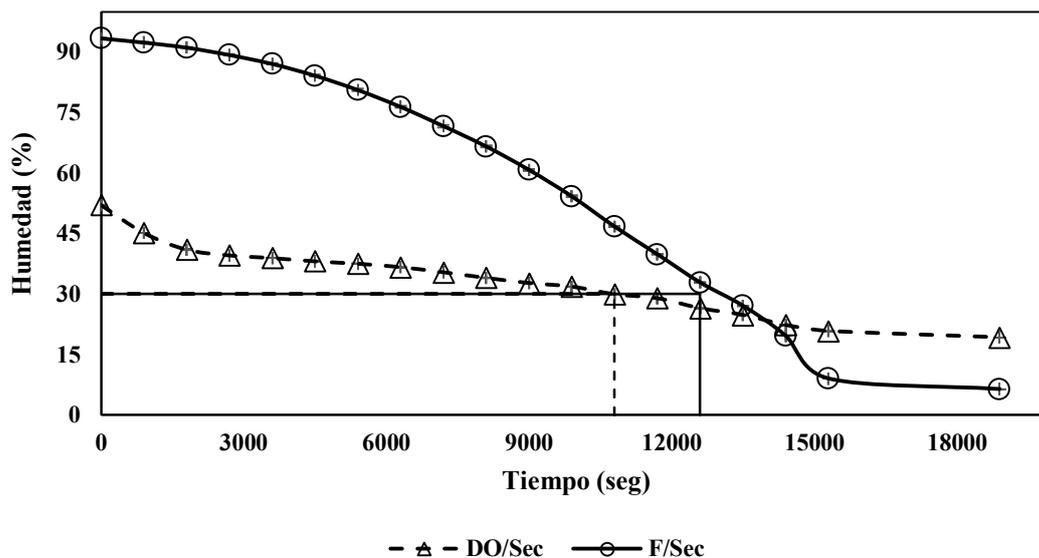
F/Cong: Fruta congelada; DO/Cong): Fruta dehidro-congelada. \*Supraíndices diferentes en cada columna representa diferencias significativas ( $P < 0.05$ ; Tukey)

Bianchi y col. (2011) estudiaron el uso de la deshidratación osmótica como pretratamiento a la congelación de pera y kiwi, observando un descenso progresivo del exudado en función del tiempo de deshidratación osmótica, con valores de exudación inferiores al 50% respecto de la muestra sin tratar. De la misma forma Marani y col. (2007) encontraron que la cantidad de exudado había sido mayor en peras y manzanas congeladas, que en las pretratadas con DO usando sacarosa como agente deshidratante.

#### 4.8. Cinética de deshidratación mediante secado por convección

Las Figuras 4.10 muestran la cinética de secado, expresada mediante pérdida de humedad de las muestras con y sin pretratamiento de DO sometidas a secado convectivo.

La pérdida de agua presentó una reducción continua hasta alcanzar un valor asintótico a  $t > 15000$  seg (Figura 4.10). En la segunda fase, la caída de humedad fue más lenta que en la fase anterior, lo que indica que el agua tiene gran dificultad para migrar hacia la superficie ya que a tiempos de secado largos, la interacción matriz/humedad es muy fuerte favoreciendo una reducción en la pérdida de agua (Telis-Romero y col., 2005).



**Figura 4.10.** Efecto del secado en el arazá fresco y osmodeshidratado a 70°C, en la pérdida del contenido de humedad durante el secado (H%)

A pesar de que la velocidad de secado fue más alta y con una mayor pérdida de agua en F/Sec que en DO/Sec, el tiempo necesario para alcanzar una humedad final en el producto de 30% (humedad habitual de frutos deshidratados, CAA) fue menor en DO/Sec (10800 seg) que en F/Sec (12600seg), debido posiblemente a la menor cantidad de agua a eliminar en la fruta pretratada. García-Paternina y col. (2015) postularon que la reducción de la velocidad de secado observada en mango procesado mediante secado

osmo-convectivo podía deberse a la formación de una capa superficial de células colapsadas por efecto del tratamiento osmótico en la muestra, que contribuiría al aumento de la resistencia al transporte de masa cerca de la interface de la fruta. Robbers y col. (1997) informaron que la reducción de la humedad fue mayor en cubos de kiwi fresco que la fruta sometido a secado osmo-convectivo.

La **Figura 4.11** muestra fotografías de las muestras de arazá sin pre-tratar (ST, **a**), osmodeshidratado (DO, **b**), fruta secada sin pre tratar (F/Sec3-4 h: **c**, **e**); Fruta secada por osmo-convección (DO/Sec 3-4 h: **d**, **f**)





**Figura 4.11.** Secado de pulpa de arazá sin pre-tratar (ST, a) y Osmodeshidratado (DO, b) Secada sin pre-tratar (F/Sec3-4h; c, e); Fruta secada por osmo-convección (DO/Sec3-4h; d, f)

Visualmente se detectó que las muestras sometidas a secado convectivo (F/Sec 3-4h) presentaban una estructura severamente deteriorada con contracción de volumen e intenso pardeamiento (Figura 4.11c y e), mientras que en las sometidas a secado osmo-convectivo (DO/Sec) las alteraciones eran menos marcadas, formando una “costra” en su superficie sin deteriorar la estructura (Figura 4.11 d y f).

#### 4.8.1. Capacidad de rehidratación y pérdida de sólidos por lixiviación

El efecto del secado convectivo en la capacidad de rehidratación de muestras de arazá solo se pudo analizar en la fruta deshidratada por secado osmo-convectivo, ya que la estructura de las muestras secadas sin pretratamiento (F/Sec) quedó totalmente destruida. La Figura 4.12 muestra el efecto de la duración del secado convectivo (3 o 4h) en la capacidad de rehidratación de muestras de arazá.

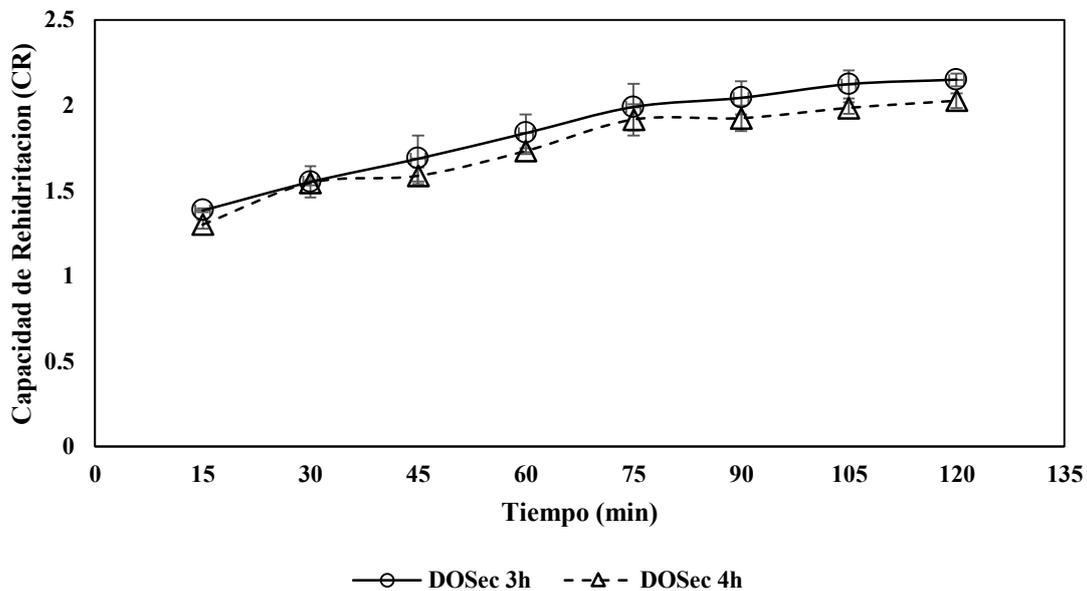


Figura 4.12. Cinética de rehidratación del arazá secado osmo-convectivamente a 3 y 4 h

Los resultados experimentales indicaron que el aumento del tiempo de secado convectivo de 3 a 4 horas no produjo cambios significativos ( $P > 0.05$ ) en la capacidad de rehidratación de los productos que alcanzó un valor de 2.08. El-Beltagy y col. (2007) informaron datos de capacidad de rehidratación (CR) en el rango 2.57–3.44 para muestras

de frutilla de diferentes geometrías sometidas a secado solar por 24 h ( $P > 0.05$ ) luego de 120 min de rehidratación.

Tampoco se detectaron diferencias significativas en el porcentaje de sólidos perdidos durante la lixiviación que alcanzó un valor promedio de 50.11% (**Tabla 4.12**). Gamboa-Santos y col. (2014) observaron que el tiempo de secado no influyó en la capacidad de rehidratación y la pérdida de sólidos por lixiviación de muestras de frutilla secadas osmo-convectivamente. Los autores informaron que en general, el grado de rehidratación disminuye a medida que aumenta la tasa de deshidratación.

**Tabla 4.12.** Efecto de la duración del secado convectivo (3/4 h) en la pérdida de sólidos (SSL) durante la rehidratación

<b>Pérdidas de sólidos durante la rehidratación</b>	
<b>Tratamiento</b>	<b>Sólidos Solubles Lixiviados (%)</b>
<b>DO/Sec 3h</b>	50.19±0.05
<b>DO/Sec 4h</b>	50.04±0.26

DO/Sec 3h: Secado osmo-convectivo (70°C, 3 h); DO/Sec 4h: Secado osmo-convectivo (70°C, 4 h)

#### **4.9. Variación de las propiedades mecánicas del arazá liofilizado o secado con y sin pretratamiento de osmodeshidratación**

La dureza fue una de las propiedades mecánicas más afectada por el tipo de tratamiento (**Tabla 4.13**). Los niveles más bajos de dureza correspondieron a la fruta sin tratar (ST) y a la liofilizada sin tratamiento previo (F/Lio) que eran similares ( $0.79 \pm 0.22$  N,  $P > 0.05$ ) mientras que las muestras deshidratadas con secado osmo-convectivo durante 4 h fueron las más duras.

El efecto de los tratamientos en la dureza del arazá en orden decreciente fue:

**Dur (DO/Sec 4h) >> Dur (DO/Lio) > Dur (DO/Sec 3h) > Dur (DO) > Dur (F/Lio) ≈ Dur (ST)**

La aplicación de los distintos métodos de secado (secado convectivo y liofilización) incrementó la dureza de las muestras osmodeshidratadas 56 (DO/Sec 3h), 387 (DO/Lio) y 687% (DO/Sec 4h).

**Tabla 4.13.** Efecto de los métodos de procesamiento en las propiedades mecánicas del arazá

Propiedades Mecánicas	Tratamientos					
	ST	DO	DO/Sec 3h	DO/Sec 4h	F/Lio	DO/Lio
<b>Dureza (N)</b>	0.95±0.26 <sup>a</sup>	2.83±0.31 <sup>b</sup>	4.43±0.26 <sup>c</sup>	22.29±0.31 <sup>e</sup>	0.63±0.28 <sup>a</sup>	13.77±0.28 <sup>d</sup>
<b>Adhesividad</b>	0.20±0.06 <sup>ab</sup>	0.25±0.06 <sup>ab</sup>	0.40±0.05 <sup>b</sup>	0.72±0.05 <sup>c</sup>	0.08±0.05 <sup>a</sup>	0.06±0.05 <sup>a</sup>
<b>Dureza 2ºciclo (N)</b>	0.78±0.35 <sup>a</sup>	2.17±0.43 <sup>ab</sup>	3.72±0.35 <sup>b</sup>	23.91±0.93 <sup>d</sup>	0.56±0.38 <sup>a</sup>	7.76±0.38 <sup>c</sup>
<b>Cohesividad (J)</b>	0.31±0.03 <sup>a</sup>	0.32±0.04 <sup>a</sup>	0.64±0.03 <sup>b</sup>	0.84±0.04 <sup>c</sup>	0.53±0.04 <sup>b</sup>	0.29±0.04 <sup>a</sup>
<b>Elasticidad (mm)</b>	0.87±0.04 <sup>ab</sup>	0.98±0.05 <sup>b</sup>	1.00±0.04 <sup>b</sup>	1.43±0.05 <sup>c</sup>	0.88±0.04 <sup>b</sup>	0.68±0.04 <sup>a</sup>
<b>Firmeza (g)</b>	0.30±0.17 <sup>a</sup>	0.90±0.21 <sup>a</sup>	2.84±0.17 <sup>b</sup>	18.72±0.21 <sup>d</sup>	0.33±0.19 <sup>a</sup>	4.04±0.19 <sup>c</sup>
<b>Masticabilidad (mJ)</b>	0.26±0.58 <sup>a</sup>	0.88±0.71 <sup>a</sup>	2.84±0.0.58 <sup>a</sup>	26.77±0.71 <sup>b</sup>	0.29±0.64 <sup>a</sup>	2.75±0.64 <sup>a</sup>

ST: fruta sin tratar; DO: Deshidratada osmóticamente; DO/Sec 3h: osmo-convectivo 3 horas; DO/Sec 4h: osmo-convectivo 4 horas; F/Lio: Liofilizada; DO/Lio: Osmo-liofilizada; \*Supraíndices con letras diferentes en cada fila representan diferencias significativas (P< 0.05; Tukey)

Hawkes y Flink (1978) sugirieron que la influencia del pretratamiento con DO en la dureza de las muestras liofilizadas podría deberse al descenso del punto eutéctico producido por el aumento de la concentración de solutos a la temperatura de liofilización, lo que favorece una mayor deshidratación de la fruta incrementando su dureza. Por su parte Wais (2011) informó que el efecto de las transformaciones sufridas durante la DO (incorporación de sólidos y eliminación de agua) en manzanas, produjo un endurecimiento durante una etapa posterior del secado con aire caliente.

Por otra parte, la extensión del tiempo de secado convectivo de 3 a 4 h incrementó la dureza del producto 403% (Tabla 4.13).

DO/Sec 4h fue el único proceso que afectó la adhesividad del arazá ( $P > 0.05$ ), ya que esta aumentó 261% respecto de los otros tratamientos. Wais (2011) sugirió que la adhesividad aumenta con la cantidad de sólidos en la superficie, obteniendo productos más adhesivos o pegajosos.

Tanto la deshidratación osmótica como la osmo-liofilización o los tratamientos de secado osmo-convectivo aumentaron la dureza en el 2º ciclo, pero debido a la variabilidad de los resultados, el efecto fue significativo ( $P < 0.05$ ; **Tabla 4.13**) en las muestras osmo-liofilizadas (163%) y en las deshidratadas con DO/Sec 4h (713%).

La aplicación de la deshidratación osmótica y la osmo-liofilización no influyeron ( $P > 0.05$ ) en la cohesividad del arazá mientras que en las tratadas con secado osmo-convectivo se incrementó 100 (Sec/DO3 h) y 171% (Sec/DO4 h) respectivamente ( $P < 0.05$ ; **Tabla 4.13**). Esto podría deberse a que en presencia de una fuerza de compresión, la pérdida de agua en la fruta puede aumentar la capacidad de deformación de la misma sin romperse (Wais, 2011). En cambio, el comportamiento de las muestras liofilizadas (F/Lio) y las osmo-liofilizadas (DO/Lio) fue el opuesto ya que las primeras fueron 83% más cohesivas que las segundas ( $P < 0.05$ ).

La elasticidad al igual que las masticabilidad alcanzaron los valores más altos en las frutas procesadas con DO/Sec 4h (**Tabla 4.13**;  $P < 0.05$ ) mientras que no se detectaron efectos significativos ( $P > 0.05$ ) en la elasticidad de las muestras osmodeshidratadas, liofilizadas, osmo-liofilizadas y en las procesadas con DO/Sec 3h.

La osmo-liofilización y el secado osmo-convectivo fueron los únicos tratamientos que modificaron la firmeza de la fruta ya que se determinaron incrementos de 1246-6140%. ( $P < 0.05$ ; **Tabla 4.13**).

#### 4.10. Efecto de los distintos procesamientos en la concentración de bioactivos y actividad antioxidante del arazá

La **Tabla 4.14** muestra la influencia de los procesos de congelación, secado convectivo y liofilización, con y sin tratamiento de osmodeshidratación previo, en el contenido de bioactivos (PT, FT, CT, AA) y la actividad antioxidante (ARA, FRAP) del arazá. El arazá liofilizado (F/Lio) presentó los valores de polifenoles y flavonoides totales, actividad antiradicalaria y capacidad de reducción del  $Fe^{3+}$  más altos (**Tabla 4.14**;  $P < 0.05$ ) mientras que los más bajos correspondieron a las muestras sometidas a secado osmo-convectivo (DO/Sec 3,4h). Los resultados experimentales indicaron que la duración de DO/Sec solo afectó al contenido de ácido ascórbico, ya que al aumentar de 3 a 4 h el tiempo de secado, disminuyó 40% (**Tabla 4.14**;  $P < 0.05$ ).

**Tabla 4.14.** Efecto de los métodos procesamiento del arazá en la concentración y actividad antioxidante

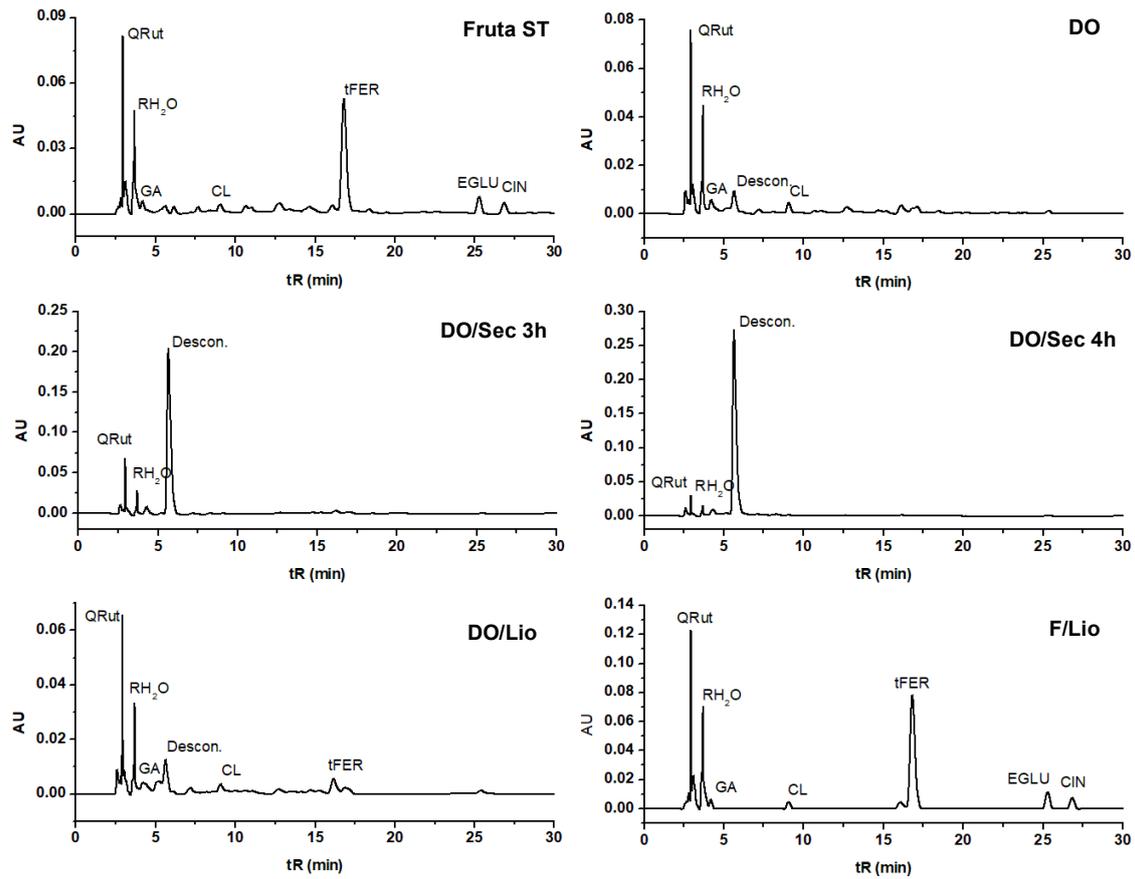
Muestras	Compuestos Bioactivos				Actividad antioxidante	
	PT	FT	CT	AA	ARA	FRAP
ST	31.04±0.63 <sup>b</sup>	16.02±0.33 <sup>d</sup>	68.56±1.01 <sup>d</sup>	195.01±6.96 <sup>f</sup>	80.17±2.01 <sup>d</sup>	615.88±13.62 <sup>d</sup>
DO	35.06±0.76 <sup>c</sup>	13.17±1.24 <sup>cd</sup>	47.58±6.01 <sup>b</sup>	102.67±3.39 <sup>c</sup>	62.86±2.18 <sup>c</sup>	527.57±19.51 <sup>c</sup>
F/Cong	40.62±0.21 <sup>d</sup>	15.94±0.25 <sup>d</sup>	57.47±2.47 <sup>c</sup>	118.61±3.47 <sup>d</sup>	78.54±1.83 <sup>d</sup>	610.54±10.54 <sup>d</sup>
DO/Cong	37.33±1.33 <sup>cd</sup>	12.79±0.44 <sup>cd</sup>	46.76±2.01 <sup>b</sup>	103.10±3.70 <sup>c</sup>	63.07±0.19 <sup>c</sup>	520.83±19.51 <sup>c</sup>
DO/Sec 3h	24.58±1.25 <sup>a</sup>	7.86±1.14 <sup>ab</sup>	18.66±1.37 <sup>a</sup>	42.92±0.80 <sup>b</sup>	35.71±0.70 <sup>a</sup>	305.55±14.69 <sup>a</sup>
DO/Sec 4h	22.77±1.56 <sup>a</sup>	7.05±0.74 <sup>a</sup>	17.70±0.74 <sup>a</sup>	25.25±0.33 <sup>a</sup>	32.61±0.45 <sup>a</sup>	303.39±12.53 <sup>a</sup>
F/Lio	114.95±0.19 <sup>e</sup>	26.32±1.32 <sup>c</sup>	67.14±1.18 <sup>cd</sup>	159.95±4.56 <sup>e</sup>	81.25±3.45 <sup>d</sup>	1076.82±17.82 <sup>e</sup>
DO/Lio	35.40±0.50 <sup>c</sup>	10.85±0.81 <sup>bc</sup>	24.88±1.63 <sup>a</sup>	50.37±1.34 <sup>b</sup>	43.08±1.78 <sup>b</sup>	422.61±7.29 <sup>b</sup>

ST: Fruta sin tratar; DO: osmodeshidratada; F/Cong: Fruta congelada; DO/Cong: Dehidrocongelada; DO/Sec 3h: osmo-convectivo 3 horas; DO/Sec 4h: osmo-convectivo 4 horas; F/Lio: Fruta Liofilizada; DO/Lio: Osmo-liofilizada; PT: Polifenoles totales mg EAG/g m.s; FT: Flavonoides totales mg CAT/g m.s; CT: Carotenoides totales mg  $\beta$ -caroteno/g m.s; AA: Ácido ascórbico mg AA/100 g m.s; ARA: Actividad antiradical % de inhibición; FRAP: Poder reductor  $\mu M Fe^{2+}$ /g m.s. \*Supraíndices con letras diferentes en cada columna representan diferencias significativas ( $P < 0.05$ ; Tukey)

La DO no afectó ( $P > 0.05$ ) el nivel de PT y FT de la muestra sin tratar (ST), pero redujo ( $P < 0.05$ ) los de CT (31%), AA (79%), ARA (22%) y FRAP (14%). La congelación de muestras osmodeshidratadas no modificó ( $P > 0.05$ ) el contenido de antioxidantes del producto ni su actividad ( $P > 0.05$ ) mientras que la liofilización no influyó en el nivel de PT y FT ( $P > 0.05$ ), pero ocasionó pérdidas en CT/AA (50%), así como en la actividad antiradicalaria (ARA; 31%) y en la capacidad para reducir  $Fe^{3+}$  (FRAP, 20%;  $P < 0.05$ ). Pucuhuayla (2018) informó que el efecto de la osmo-liofilización de carambola (*Averrhoa carambola* L.) redujo 48% los niveles de carotenoides frente a la fruta sin tratar, sin embargo el procesamiento de la fruta por secado por aire caliente, liofilización y osmo-liofilización afectó fuertemente la actividad antioxidante, siendo el proceso combinado (osmo-liofilización) la de menor pérdida de actividad (89%), respecto a las anteriores.

#### 4.10.1. Efecto del procesamiento del arazá en la composición de polifenoles

La **Figura 4.13** muestra los cromatogramas correspondientes al efecto de la deshidratación osmótica, secado osmo-convectivo (3-4 h), osmo-liofilizado y liofilizado en la composición polifenólica del arazá.



**Figura 4.13.** Cromatograma de la fruta de arazá sin tratar (ST), osmodeshidratada (DO), deshidratada mediante secado osmo-convectivo3 (DO/Sec 3h) o 4 h (DO/Sec 4h), liofilizada (F/Lio) y osmo-liofilizada (DO/Lio)

Tanto en la fruta sin tratar (ST) como en la liofilizada sin pre-tratamiento (F/Lio) se detectaron 4 ácidos fenólicos: gálico (AG), clorogénico (CL), cinámico (CIN), y trans-ferulico (tFER), así como 3 flavonoides: rutina trihidratada (R(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>); quercetina-3-O-rutinosido (QRut) y eriodictiol -7-O-glucósido (EGlu). En las muestras osmodeshidratadas (DO) se detectaron: QRut, R(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>, AG y CL, así como la aparición a un tiempo de retención = 5.6 min de un pico no identificado (Descon.) que podría estar asociado a reacciones de pardeamiento (Koulani y col., 2016).

La liofilización de muestras osmodeshidratadas produjo un perfil polifenólico similar al de la fruta tratada con DO aunque también apareció un pico correspondiente al

trans-Ferúlico que no había sido detectado en las osmodeshidratadas pero que fue detectado en la fruta sin tratar y en las liofilizadas (F/Lio).

Los procesos de secado osmo-convectivo produjeron fuertes cambios en el perfil polifenólico ya que solo se detectaron 2 flavonoides derivados de la rutina: rutina trihidratada y quercetina-3-O-rutinosido (QRut) y el compuesto desconocido a tR= 5.6 min. Los resultados de los cromatogramas indicaron que tanto el ácido cinámico como el eriodictiol -7-O-glucósido eran inestables en las condiciones usadas para la DO ya que no se detectaron en ninguno de los procesos donde se utilizó como pretratamiento.

La **Tabla 4.15** muestra el efecto de la osmodeshidratación, secado osmo-convectivo, liofilización y osmo-liofilización en la composición y concentración polifenólica de la pulpa de arazá.

**Tabla 4.15.** Efecto de los métodos de procesamiento en la composición de polifenoles del arazá

Bioactivos	tR (min)†	ST	DO	DO/Sec3h	DO/Sec4h	F/Lio	DO/Lio
(CL)*	9.6	33.10±1.83 <sup>a</sup>	53.73±4.15 <sup>ab</sup>	ND	ND	49.65±2.32 <sup>ab</sup>	68.37±6.17 <sup>b</sup>
(CIN)*	27.5	28.01±2.59 <sup>a</sup>	ND	ND	ND	42.01±2.15 <sup>a</sup>	ND
(AG)*	4.4	10.18±0.57 <sup>b</sup>	5.25±0.67 <sup>a</sup>	ND	ND	15.27±0.83 <sup>c</sup>	6.39±0.32 <sup>a</sup>
Descon.	5.6	ND	6.78±0.13 <sup>a</sup>	59.53±2.45 <sup>b</sup>	88.27±7.97 <sup>c</sup>	ND	8.26±0.16 <sup>a</sup>
(tFER)*	17.4	127.31±7.20 <sup>a</sup>	ND	ND	ND	190.96±5.47 <sup>b</sup>	96.74±7.19 <sup>a</sup>
(QRut) <sub>1</sub>	3.1	133.09±3.59 <sup>c</sup>	77.61±8.44 <sup>a</sup>	103.67.51±5.10 <sup>b</sup>	95.49±5.01 <sup>ab</sup>	149.65±4.28 <sup>c</sup>	90.92±5.14 <sup>ab</sup>
(EGlu) <sub>2</sub>	25.0	43.28±3.60 <sup>a</sup>	ND	ND	ND	64.92±2.27 <sup>ab</sup>	ND
(RH <sub>2</sub> O)	3.5	131.82±1.08 <sup>c</sup>	89.55±8.44 <sup>ab</sup>	65.03±5.21 <sup>a</sup>	74.27±4.94 <sup>a</sup>	147.74±6.32 <sup>c</sup>	105.46±5.14 <sup>b</sup>

†tR: tiempo de retención; ST: Fruta sin tratar; DO: Osmodeshidratado; DO/Sec 3h: Sec Osmo-convectivo 3h; DO/Sec 4h: Sec Osmo-convectivo 4h; F/Lio: Fruta liofilizada; DO/Lio: Osmo-liofilización; CL: clorogénico; CIN: cinámico; AG: gálico; tFER: Trans-Ferulico; \*mg (100g de materia seca (m.s))<sup>-1</sup>; <sup>1</sup>QRut: Quercetin 3-O-rutinosido (mg R(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub> eq(100g m.s)<sup>-1</sup>); R(H<sub>2</sub>O): mg R(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub> eq (100g m.s)<sup>-1</sup>; Descon: Compuesto desconocido (mg R(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub> eq(100g m.s)<sup>-1</sup>; ND: No detectado. \*Supraíndices en cada fila representan diferencias significativas (P< 0.05; Tukey)

Aunque la aplicación individual de la DO o de F/Lio aumentaron la concentración de ácido clorogénico de pulpa de arazá sin tratar, el efecto no fue significativo ( $P > 0.05$ ; **Tabla 4.15**) sin embargo cuando se combinaron ambos en la osmo-liofilización el contenido de CL se incrementó 67%.

La deshidratación osmótica y la liofilización tuvieron efectos opuestos en la concentración de AG, tFER, QRut y  $R(H_2O)_3$ , ya que DO las redujo ( $P < 0.05$ ) mientras que F/Lio incrementó su contenido aunque el efecto fue significativo ( $P < 0.05$ ) solo para CIN y tFER donde el aumento fue 50%. En el caso de muestras osmo-liofilizadas, el efecto positivo de la liofilización fue significativo en el tFER pues se recuperaron los niveles de la muestras sin tratar ( $P > 0.05$ ). La aplicación de secado convectivo a muestras osmodeshidratadas incrementó QRut y redujo  $R(H_2O)_3$ , sin embargo las variaciones fueron significativas ( $P < 0.05$ ) solo para el primer compuesto y con tiempos de secado de 3 h. La concentración del compuesto desconocido (Descon.) en las muestras osmo-liofilizadas fue similar a la de la fruta osmodeshidratada, pero creció 778-1202% en las muestras tratadas con secado osmo-convectivo.

#### **4.11. Digestión simulada in-vitro y su efecto en el contenido de bioactivos y actividad antioxidante para cada uno de los procesos de conservación**

La **Tabla 4.16** muestra el efecto de la digestión in-vitro en el contenido y la actividad antioxidante del arazá sin tratar y procesado mediante osmodeshidratación, congelación, dehidro-congelación, liofilización, osmo-liofilización y osmo-convección.

**Tabla 4.16.** Digestión in-vitro de muestras de arazá congelado, liofilizado y secado convectivamente, con y sin pretratamiento osmotico

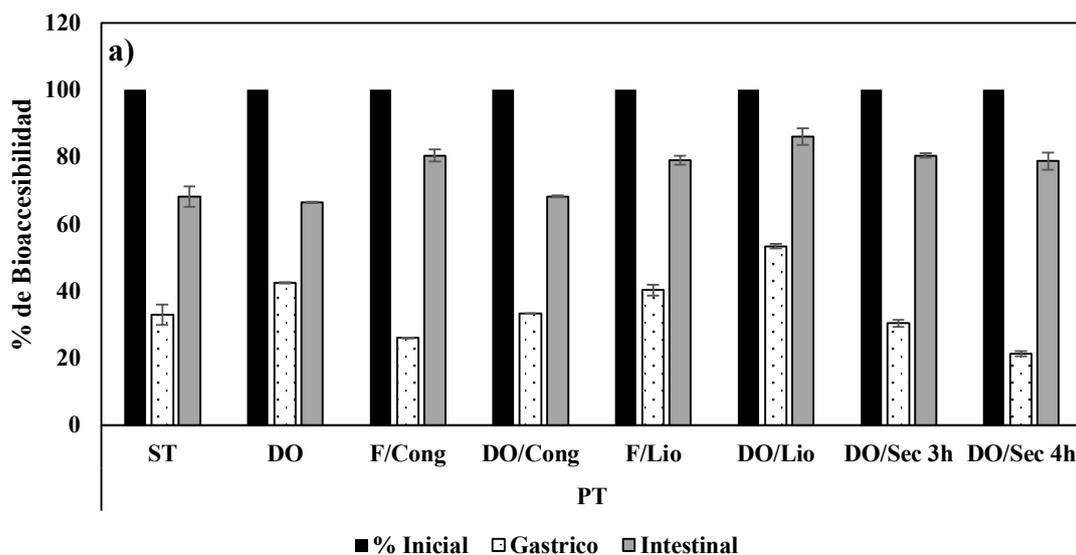
Muestra	PT	FT	CT	ARA	FRAP
<b>Condiciones Iniciales</b>					
ST	31.04±0.63 <sup>j</sup>	16.02±0.33 <sup>j</sup>	68.56±1.01 <sup>l</sup>	80.17±2.01 <sup>m</sup>	602.83±13.62 <sup>k</sup>
DO	35.06±0.76 <sup>kl</sup>	13.17±1.24 <sup>i</sup>	47.58±6.01 <sup>ij</sup>	62.86±2.18 <sup>hij</sup>	527.57±19.51 <sup>j</sup>
F/Cong	40.62±0.21 <sup>m</sup>	15.94±0.25 <sup>j</sup>	57.47±2.47 <sup>k</sup>	78.54±1.83 <sup>lm</sup>	615.88±13.62 <sup>k</sup>
DO/Cong	37.33±1.33 <sup>lm</sup>	12.79±0.44 <sup>hi</sup>	46.76±2.01 <sup>i</sup>	63.07±0.19 <sup>ij</sup>	520.83±19.51 <sup>j</sup>
F/Lio	114.95±0.19 <sup>p</sup>	26.32±1.32 <sup>k</sup>	67.14±1.18 <sup>l</sup>	81.25±3.45 <sup>m</sup>	1076.82±17.82 <sup>m</sup>
DO/Lio	35.40±0.50 <sup>kl</sup>	10.85±0.81 <sup>fghi</sup>	24.88±1.63 <sup>cdef</sup>	43.08±1.78 <sup>f</sup>	422.61±7.29 <sup>ghi</sup>
DO/Sec 3h	24.58±1.25 <sup>hi</sup>	7.86±1.14 <sup>bcde</sup>	18.66±1.37 <sup>bcd</sup>	35.71±0.70 <sup>de</sup>	305.55±14.69 <sup>d</sup>
DO/Sec 4h	22.77±1.56 <sup>ghi</sup>	7.05±0.74 <sup>bcd</sup>	17.70±0.74 <sup>bc</sup>	32.61±0.45 <sup>cde</sup>	303.39±12.53 <sup>d</sup>
<b>Digestión Gástrica</b>					
ST	10.21±0.20 <sup>bc</sup>	7.33±0.31 <sup>bcd</sup>	26.91±1.09 <sup>ef</sup>	35.53±2.64 <sup>de</sup>	303.39±13.47 <sup>de</sup>
DO	14.88±0.01 <sup>de</sup>	5.53±0.39 <sup>b</sup>	24.81±0.62 <sup>cdef</sup>	30.61±1.57 <sup>cd</sup>	222.61±12.84 <sup>bc</sup>
F/Cong	10.57±1.35 <sup>bc</sup>	6.48±0.58 <sup>bc</sup>	25.94±1.76 <sup>def</sup>	32.95±2.47 <sup>cde</sup>	368.38±8.35 <sup>efg</sup>
DO/Cong	12.46±0.47 <sup>cd</sup>	6.25±0.38 <sup>bc</sup>	23.83±1.57 <sup>cde</sup>	36.74±1.82 <sup>def</sup>	236.85±9.84 <sup>c</sup>
F/Lio	46.30±0.29 <sup>n</sup>	12.76±0.13 <sup>hi</sup>	31.96±0.24 <sup>fg</sup>	55.86±2.83 <sup>gh</sup>	406.77±13.64 <sup>fgh</sup>
DO/Lio	18.88±0.26 <sup>g</sup>	5.49±0.02 <sup>b</sup>	13.47±0.82 <sup>ab</sup>	26.11±1.63 <sup>bc</sup>	165.42±12.77 <sup>ab</sup>
DO/Sec 3h	7.49±0.78 <sup>ab</sup>	2.51±0.11 <sup>a</sup>	9.21±0.73 <sup>aa</sup>	9.98±0.90 <sup>a</sup>	159.85±10.23 <sup>a</sup>
DO/Sec 4h	4.84±0.17 <sup>a</sup>	2.49±0.18 <sup>a</sup>	8.65±0.85 <sup>a</sup>	7.89±1.24 <sup>a</sup>	159.35±18.24 <sup>a</sup>
<b>Digestión Gastrointestinal</b>					
ST	21.13±0.88 <sup>fgh</sup>	10.27±0.30 <sup>efgh</sup>	47.13±0.15 <sup>ij</sup>	62.61±4.34 <sup>hij</sup>	442.70±14.04 <sup>hi</sup>
DO	23.26±1.71 <sup>hi</sup>	8.59±0.42 <sup>cdef</sup>	36.69±0.46 <sup>g</sup>	54.72±0.62 <sup>g</sup>	327.89±20.59 <sup>de</sup>
F/Cong	32.67±1.47 <sup>jk</sup>	11.69±0.93 <sup>ghi</sup>	45.73±1.82 <sup>hi</sup>	67.12±2.64 <sup>jk</sup>	473.21±18.47 <sup>ij</sup>
DO/Cong	25.47±1.63 <sup>i</sup>	8.67±1.24 <sup>cdef</sup>	39.01±2.85 <sup>gh</sup>	59.83±0.86 <sup>ghi</sup>	348.47±11.74 <sup>def</sup>
F/Lio	90.88±0.40 <sup>o</sup>	24.94±0.45 <sup>k</sup>	54.16±2.63 <sup>jk</sup>	72.33±1.15 <sup>kl</sup>	851.23±15.55 <sup>l</sup>
DO/Lio	30.45±0.33 <sup>j</sup>	9.16±0.73 <sup>defg</sup>	19.73±1.67 <sup>bcde</sup>	38.22±1.30 <sup>ef</sup>	334.22±12.72 <sup>de</sup>
DO/Sec 3h	19.75±0.67 <sup>fg</sup>	6.63±0.72 <sup>bcd</sup>	15.66±0.74 <sup>ab</sup>	23.45±1.62 <sup>b</sup>	332.69±13.88 <sup>de</sup>
DO/Sec 4h	17.92±0.64 <sup>ef</sup>	5.92±0.45 <sup>b</sup>	15.24±1.37 <sup>ab</sup>	21.84±0.68 <sup>b</sup>	317.92±19.89 <sup>de</sup>

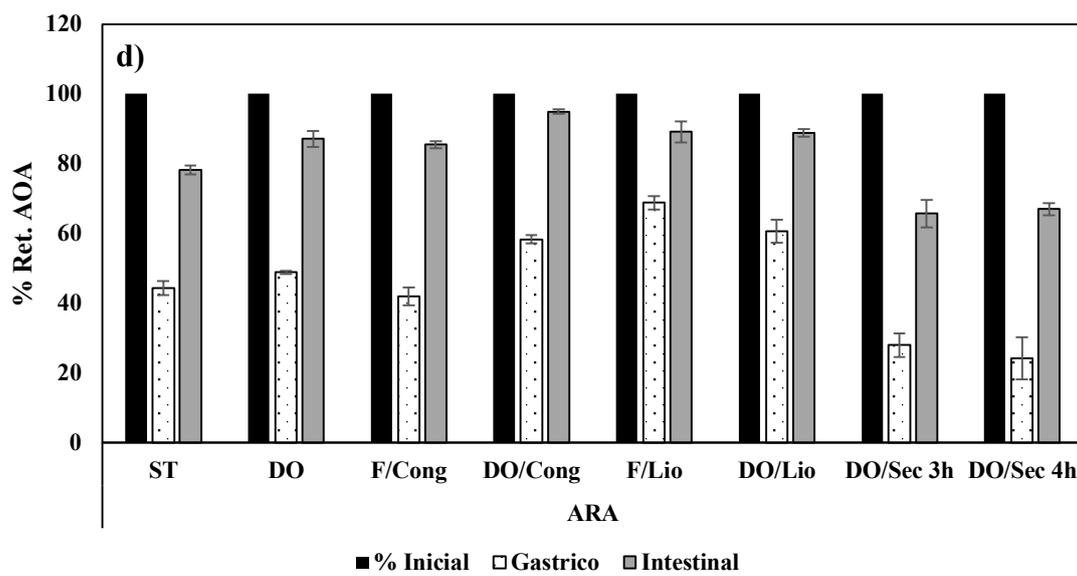
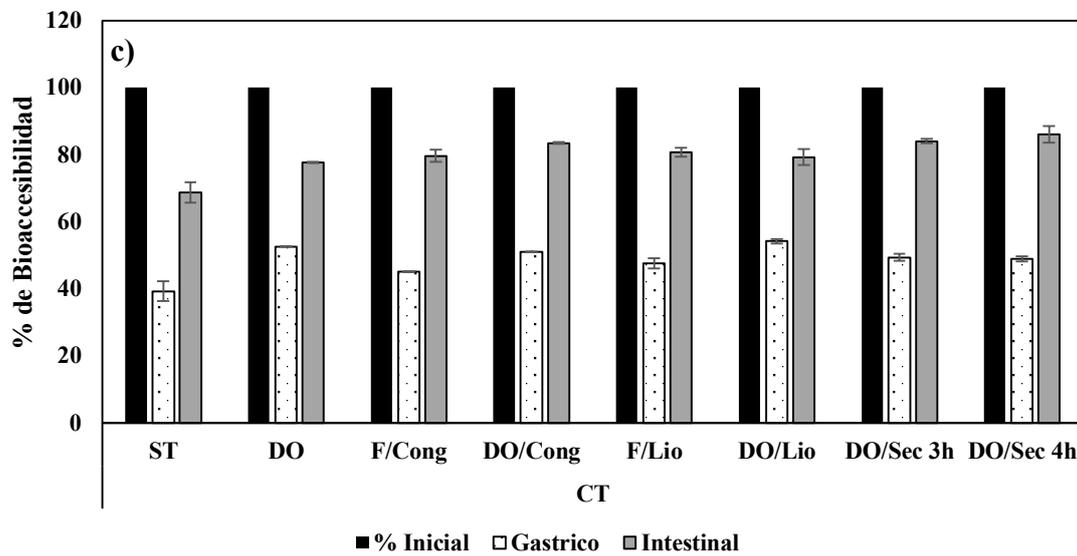
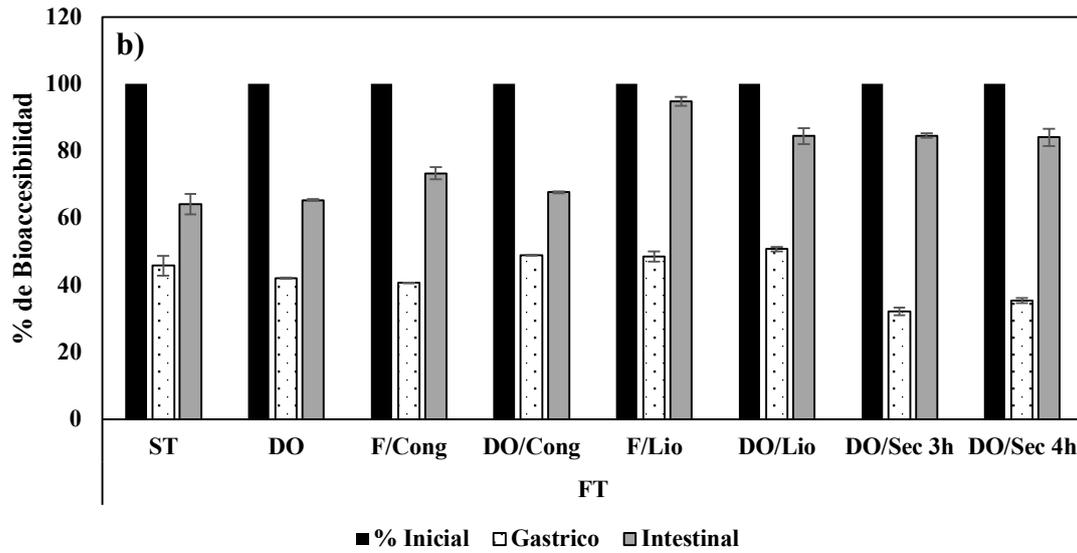
ST: Sin tratar; DO: Osmodeshidratada; F/Cong: Fruta congelada; DO/Cong: Dehidro-congelada; F/Lio: Fruta Liofilizada; DO/Lio: Osmo-lio-filizada; DO/Sec 3h: osmo-convectivo 3 horas; DO/Sec 4h: osmo-convectivo 4 horas; PT: Polifenoles totales mg EAG/g m.s; FT: Flavonoides totales mg CAT/g m.s; CT: Carotenoides totales mg β-caroteno/g m.s; ARA: Actividad antiradical % de inhibición; FRAP: Poder reductor μM Fe<sup>2+</sup>/g m.s. \*Supraíndices con letras diferentes en cada columna representan diferencias significativas (P < 0.05; Tukey)

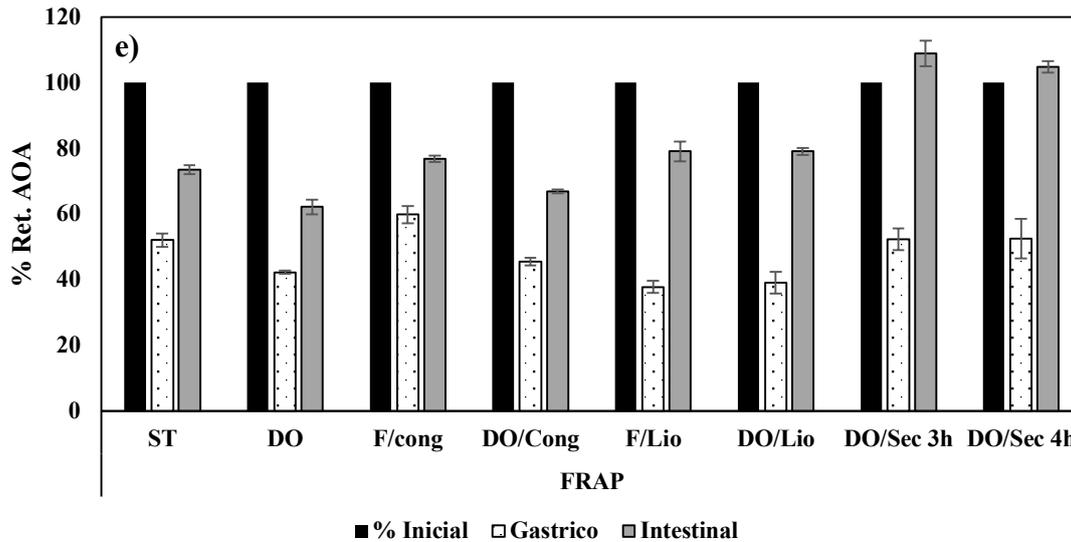
La **Figura 4.14** muestra la influencia de los distintos procesamientos en la retención (%) de la bioaccesibilidad de: PT (**a**), FT (**b**) y CT (**c**) y de la actividad antioxidante (ARA: **d**; FRAP: **e**) correspondiente a las etapas de digestión gástrica e

intestinal in-vitro del arazá considerando como 100% el nivel inicial de bioactivo o de actividad corespondiente a cada tratamiento.

La digestión gástrica redujo la bioaccesibilidad de PT (46.7 – 79.8%), FT (49.3 – 67.9%) y CT (47.4 – 54.9%) asi como los valores de la actividad antioxidante de los productos (ARA: 32.3 – 75.8%, FRAP: 40.2 – 63.3%) de todas las muestras analizadas (Figura 4.14 a-e). Sin embargo, la etapa intestinal tuvo el efecto opuesto ya que la pérdida de bioaccesibilidad y de actividad antioxidante de la etapa gástrica fue parcialmente compensada, de manera que el efecto neto de la digestión in-vitro, expresado como pérdidas (%) respecto del valor inicial, fue: 14 -32% (PT); 6 - 33% (FT), y 14 -21% (CT).







**Figura 4.14.** Retención de bioaccesibilidad PT (a); FT (b); CT (c) y de Actividad antioxidante ARA (d); FRAP (e) en la digestión simulada para la fruta procesado por congelacion (F/Cong); dehidro-congelacion (DO/Cong); liofilizacion (F/Lio), osmo-liofilizacion (DO/Lio) y secado osmo-convectivo (DO/Sec 3h, DO/Sec 4h)

En el caso de la actividad antioxidante se determinaron reducciones de 6 – 35% en ARA mientras que para el FRAP se detectaron caídas entre 21-38% en las muestras sin tratar, osmodeshidratadas así como en las congeladas o liofilizadas con y sin DO previa y ganancias de 4-8% en las procesadas con secado osmo-convectivo. Pinazo (2015) observó diferencias significativas en los porcentajes de bioaccesibilidad y actividad de polvos de caqui, obtenidos por liofilización y por secado por aire caliente. Los autores informaron niveles de bioaccesibilidad de 91 y 69.6% de polifenoles y flavonoides en las muestras procesadas por liofilización mientras que la las secadas por aire caliente fue de 46 y 53% respectivamente, mientras que la actividad antioxidante al final de la digestión fue similar en ambas muestras. De manera similar Arroyo (2017) informó que la bioaccesibilidad de los antioxidantes de las bayas de murta era mayor en muestras liofilizadas que en las secadas con aire caliente.

## 5. Conclusiones

- Las variables del proceso (t, T, C) fueron satisfactoriamente predichas mediante un modelo polinómico.

- Las condiciones de proceso óptimas obtenidas a partir de la función de deseabilidad combinando las variables sensoriales, nutricionales y la eficiencia del proceso fueron:

Tiempo de inmersión= 60 min.

Concentración de sacarosa= 60°Bx

Temperatura = 40°C.

- Los niveles más altos de retención de antioxidantes/actividad correspondieron al arazá liofilizado (F/Lio) seguido por el congelado (F/Cong).
- La deshidratación osmótica redujo el contenido de bioactivos y la actividad antiradical de las muestras con respecto a la sin tratar. La congelación de muestras osmodeshidratadas (DO/Cong) no produjo cambios en estas propiedades sin embargo la liofilización (DO/Lio) tuvo el efecto contrario al observado en muestras liofilizadas sin pretratamiento (F/Lio) ya que causó un descenso pronunciado tanto en la concentración de antioxidantes como en ARA
- La aplicación de secado convectivo al arazá sin osmodeshidratación previa generó un fuerte pardeamiento y pérdidas totales de la estructura de la fruta impidiendo la determinación de sus propiedades mecánicas y nutricionales así como de su capacidad de rehidratación. Estos problemas fueron parcialmente mejorados con el secado osmoconvectivo aunque la retención de antioxidante y de actividad antiradicalaria fue mucho menor que la obtenida con los otros tratamientos.
- La retención de la bioaccesibilidad de PT, FT y CT en las muestras tratadas fue mayor o igual que en las sin tratar. En el caso de la actividad antioxidante se observó que:

$ARA (DO, F/Lio, DO/Lio, F/Cong, DO/Cong) \geq ARA (ST)$

$ARA (DO/Sec 3,4h) < ARA (ST)$

$FRAP (F/Lio, DO/Lio, F/Cong, DO/Sec 3, 4 h) \geq FRAP (ST)$

FRAP (DO, DO/Cong)  $\leq$  FRAP (ST)

- La retención de la bioaccesibilidad de PT, FT y CT y de la actividad antioxidante en muestras dehidro-congeladas u osmo-liofilizadas fue mayor o igual que en muestras osmodeshidratadas.
- A pesar de presentar altos niveles de retención de bioactivos y de actividad, en valores absolutos las muestras secadas mediante tratamiento osmo-convectivo (DO/Sec) tuvieron los niveles más bajos de estas propiedades.

## Conclusiones Generales

- La pulpa de arazá es una materia prima adecuada para la elaboración de bebidas en polvo instantáneas secadas mediante liofilización. Debido a su bajo contenido de azúcares, la concentración de coadyuvante necesaria es baja (5%) lo que permite la obtención de polvos con buen color, solubilidad y altos niveles de bioactivos y actividad antioxidante.
- Los valores críticos de actividad del agua (20°C) pronosticados por la interrelación  $T_g/a_w$  [0.61 (Arazá/maltodextrina), 0.49 (Arazá/goma arábica Arazá/inulina y Arazá/inulina/malto- dextrina)] sobreestimaron los rangos de  $a_w$  correspondientes a la estabilidad óptima del color y del contenido/actividad del antioxidante. La validación de estos resultados mostró que para evitar cambios indeseables en estas propiedades, la actividad acuosa no debe superar 0.11, lo que indica que en estos casos, la  $T_g$  no era un criterio confiable para la predicción de la estabilidad.
- Los polvos de Arazá/inulina y Arazá/inulina/maltodextrina son matrices adecuadas para el desarrollo de *L. plantarum* CIDCA 83114, satisfaciendo las condiciones nacionales e internacionales para ser considerados alimentos funcionales. Sin embargo, este trabajo debe completarse con un ensayo de vida útil, con el fin de determinar el efecto del tiempo y las condiciones de almacenamiento en el producto, ya que se esperaría que en condiciones de humedad relativa  $\leq 11\%$ , temperatura  $\leq 20^\circ\text{C}$  y envasado en películas de baja permeabilidad al oxígeno y al agua, las pérdidas en las características fisicoquímicas y de viabilidad del probiótico sean bajas.
- La aplicación de secado convectivo al arazá sin osmodeshidratación previa causó caídas pronunciadas del color y pérdidas totales de la estructura de la fruta que fueron mejorados con el secado osmo-convectivo.

- La liofilización (F/Lio) fue el mejor método para obtener trozos de arazá con alto nivel de antioxidantes/actividad seguido por la congelación (F/Cong) mientras que el secado osmo-convectivo por 3-4h (DO/Sec3, 4h) resultó el menos apropiado.
- La retención de la bioaccesibilidad de los grupos de antioxidantes fue mayor en las muestras tratadas que en las sin tratar. En el caso de la actividad antioxidante, el comportamiento fue similar excepto para:  
 $ARA (DO/Sec3,4 h) < ARA (ST)$   
 $FRAP (DO, DO/Cong) < FRAP (ST)$
- El presente estudio permitió obtener productos procesados a base de arazá con óptimos niveles de compuestos saludables y elevada estabilidad física para ser utilizado en la industria alimentaria.

## Bibliografía

- Ablin, A. (2013). El mercado del jugo en polvo. *Editorial Alimentos Argentinos*, Buenos Aires.
- Acevedo, D., Tirado, D., & Guzmán, L. (2014). Deshidratación osmótica de pulpa de tamarindo (*tamarindus indica* L.): influencia de la temperatura y la concentración. *Revista U.D.C.A Actualidad & Divulgación Científica*, 17(1), 123-130.
- Adhikari, B., Howes, T., Bhandari, B., & Troung, V. (2004). Effect of addition of maltodextrin on drying kinetics and stickiness of sugar and acid-rich foods during convective drying: experiments and modelling. *Journal of Food Engineering*, 62(1), 53-68.
- Al-Muhtaseb, A. H., McMinn, W. A. M., & Magee, T. R. A. (2004). Water sorption isotherms of starch powders. Part 2: Thermodynamic characteristics. *Journal of Food Engineering*, 62(2), 135-142.
- Al-Muhtaseb, A. H., McMinn, W. A. M., & Magee, T. R. A. (2002). Moisture sorption isotherm characteristics of food products: a review. *Food and Bioprocess Technology*, 80(2), 118-128.
- Alam, M. S., Amarjit, S., & Sawhney, B. K. (2010). Response surface optimization of osmotic dehydration process for aonla slices. *Journal of Food Science and Technology*, 47(1), 47-54.
- Andrés, A. (2019). *Desarrollo de un sistema de digestión in vitro para la determinación de la bioaccesibilidad de componentes bioactivos*. (Disertación Doctoral), Universidad politécnica de Valencia.
- Anekella, K., & Orsat, V. (2013). Optimization of microencapsulation of probiotics in

- raspberry juice by spray drying. *LWT - Food Science and Technology*, 50(1), 17-24.
- AOAC. (1998). *Official methods of analysis of AOAC international* (16 th). Gaithersburg.
- Araya-Farias, M., Macaigne, O., & Ratti, C. (2014). On the development of osmotically dehydrated seabuckthorn fruits: pretreatments, osmotic dehydration, postdrying techniques, and nutritional quality. *Drying Technology*, 32(7), 813-819.
- Arrizón, J., Urias-Silvas, J. E., Sandoval, G., Mancilla-Margalli, N. A., Gschaedler, A. C., Morel, S., & Monsan, P. (2014). Production and bioactivity of fructan-type oligosaccharides. *Food oligosaccharides: Production, analysis and bioactivity* (pp. 184-199). Wiley Blackwell.
- Arroyo, C. (2017). *Efecto de los diferentes procesos de Secado en los compuestos bioactivos de murtila (ugni molinae turcz) y su bioaccesibilidad*. (Disertación Doctoral). Universidad austral de Chile.
- Atares, L., Sousa Gallagher, M. J., & Oliveira, F. A. R. (2011). Process conditions effect on the quality of banana osmotically dehydrated. *Journal of Food Engineering*, 103(4), 401-408.
- Bakker, J., & Clarke, R. J. (2011). *Wine: flavour chemistry*. (J. Wiley & Sons, Eds.) (Segunda Edicion). Oxford, UK.
- Barat, J. M. ., Chiralt, A., & Fito, P. (1998). Equilibrium in cellular food osmotic solution systems as related to structure. *Journal of food science*. 63(5), 836-840
- Barbosa-Cánovas, G., Ortega-Rivas, E., & Juliano, P. (2005). *Food powders: physical properties, processing, and functionality* (Vol. 86, pp. 71-75). New York: Kluwer Academic/Plenum.
- Barbosa-Cánovas, G., & Vega-Mercado, H. (2000). Deshidratación de alimentos.

Editorial ACRIBIA SA. Zaragoza, España.

- Barreiro, J., & Milano, M. (1997). Kinetics of colour change of double concentrated tomato paste during thermal treatment. *Journal of Food Engineering*, 33(3), 359-372.
- Bell, L. N., & Hageman, M. J. (1994). Differentiating between the effects of water activity and glass transition dependent mobility on a solid state chemical reaction: aspartame degradation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 42(11), 2398-2401.
- Belloq, E. (2012). *Deshidrocongelación de Zapallo Anco*. Universidad Tecnológica Nacional UTN, Facultad Regional, Buenos Aires.
- Bemiller, J., & Whistler, R. (1996). Carbohydrates. *Food Chemistry*. OR Fennema (editor). 3rd edition. Marcel Dekker Inc., New York..
- Ben Haj Said, L., Bellagha, S., & Allaf, K. (2016). Dehydrofreezing of apple fruits: freezing profiles, freezing characteristics, and texture variation. *Food and Bioprocess Technology*, 9(2), 252-261.
- Benson, E. E. (2008). Cryopreservation theory. En *Plant Cryopreservation: A Practical Guide* (pp. 15-32). Springer New York.
- Benzie, I. F. F., & Strain, J. J. (1996). The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of “antioxidant power”: the FRAP assay. *Analytical Biochemistry*, 239(1), 70-76.
- Beristain, C. I., Garcia, H. S., & Azuara, E. (1996). Enthalpy-entropy compensation in food vapor adsorption. *Journal of Food Engineering*, 30(3-4), 405-415.
- Bernal-Castro, C. (2017). *Evaluación del comportamiento de cultivos probióticos y prebióticos en bebidas de frutos rojos*. Universidad Nacional de Colombia.

- Bernardi, S., Bodini, R. B., Marcatti, B., Petrus, R. R., & Favaro-Trindade, C. S. (2009). Quality and sensorial characteristics of osmotically dehydrated mango with syrups of inverted sugar and sucrose. *Scientia Agricola*, (1), 40-43.
- Bhandari, B. R., & Howes, T. (1999). Implication of glass transition for the drying and stability of dried foods. *Journal of Food Engineering*, 40(1-2), 71-79.
- Bhandari, B. R., Senoussi, A., Dumoulin, E. D., & Lebert, A. (1993). Spray drying of concentrated fruit juices. *Drying Technology*, 11(5), 1081-1092.
- Bhattacharya, M. S. (2016). A review on cryoprotectant and its modern implication in cryonics. *Asian Journal of Pharmaceutics*, 10(3), 154.
- Bianchi, M., Guarnaschelli, A., & Milisenda, P. (2011). Dehidrocongelación de frutas: Estudio de los parámetros de calidad. *Invenio*, 14(26), 117-132.
- Blanda, G., Cerretani, L., Cardinali, A., Barbieri, S., Bendini, A., & Lercker, G. (2009). Osmotic dehydrofreezing of strawberries: Polyphenolic content, volatile profile and consumer acceptance. *LWT - Food Science and Technology*, 42(1), 30-36.
- Bobbio, F., & Bobbio, P. (2003). *Introdução à química de alimentos*. Sao Paulo: Libreria Varela.
- Bolin, H. R., Huxsoll, C. C., Jackson, R., & Ng, K. C. (1983). Effect of osmotic agents and concentration on fruit quality. *Journal of Food Science*, 48(1), 202-205.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT - Food Science and Technology*, 28(1), 25-30.
- Braverman, J. B. S. (1963). *Introduction to the biochemistry of foods*. Elsevier Publishing Co., Amsterdam.

- Bruin, S., & Luyben, K. (1980). *Drying of food materials. A review of recent developments: Advances in drying*. 1st. Int. Symp. Drying, Montreal, 1978
- Brunauer, S., Deming, L. S., Deming, W. E., & Teller, E. (1940). On a theory of the van der Waals adsorption of gases. *Journal of the American Chemical Society*, 62(7), 1723-1732.
- Caballero-Cerón, C., Guerrero-Beltrán, J. A., Mújica-Paz, H., Torres, J. A., & Welti-Chanes, J. (2015). Moisture sorption isotherms of foods: Experimental methodology, mathematical analysis, and practical applications. En *In Water Stress in Biological, Chemical, Pharmaceutical and Food Systems* (pp. 187-214). New York: Springer.
- Caballero-Cerón, C., Serment-Moreno, V., Velazquez, G., Torres, J. A., & Welti-Chanes, J. (2018). Hygroscopic properties and glass transition of dehydrated mango, apple and banana. *Journal of Food Science and Technology*, 55(2), 540-549.
- Campbell, C. A. (1994). Handling of Florida-grown and imported tropical fruits and vegetables. *Hortscience*, 29(9), 975-978.
- Cano-Chauca, M., Stringheta, P. C., Ramos, A. M., & Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6(4), 420-428.
- Chang, C., Yang, M., & Wen, H. (2002). Estimation of total flavonoid content in propolis by two complementary colorimetric methods. *Journal of food and drug analysis*, 10(3).
- Chávez, B. E., & Ledebøer, A. M. (2007). Drying of probiotics: Optimization of

- formulation and process to enhance storage survival. *Drying Technology*, 25(7-8), 1193-1201.
- Chen, J., & Jane, J. (1994). Properties of granular cold-water-soluble starches prepared by alcoholic-alkaline treatments. *Cereal chemistry*, 71(6), 623-626.
- Chiang, C. J., Kadouh, H., & Zhou, K. (2013). Phenolic compounds and antioxidant properties of gooseberry as affected by in vitro digestion. *LWT - Food Science and Technology*, 51(2), 417-422.
- Chiralt, A., Martínez-Navarrete, N., Martínez-Monzó, J., Talens, P., Moraga, G., Ayala, A., & Fito, P. (2001). Changes in mechanical properties throughout osmotic processes: Cryoprotectant effect. *Journal of Food Engineering*, 49(2-3), 129-135.
- Chronakis, I. S. (1998). On the molecular characteristics, compositional properties, and structural-functional mechanisms of maltodextrins: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 38(7), 599-637.
- Ciurzyńska, A., Kowalska, H., Czajkowska, K., & Lenart, A. (2016). Osmotic dehydration in production of sustainable and healthy food. *Trends in Food Science & Technology*, 50, 186-192.
- Coghetto, C. C., Flores, S. H., Brinques, G. B., & Záchia Ayub, M. A. (2016). Viability and alternative uses of a dried powder, microencapsulated *Lactobacillus plantarum* without the use of cold chain or dairy products. *LWT - Food Science and Technology*, 71, 54-59.
- Contreras-Monzón, C. (2006). *Influencia del método de secado en parámetros de calidad relacionados con la estructura y el color de manzana y fresa deshidratadas*. (Disertación Doctoral), Universitat politècnica de València.

- Conway, J., Castaigne, F., Picard, G., & Vovan, X. (1983). Mass transfer considerations in the osmotic dehydration of apples. *Canadian Institute of Food Science and Technology Journal*, 16(1), 25-29.
- Correia-Calpe, E. (2013). *Diseño de bebidas simbióticas vegetales en polvo*. Universidad politécnica de Valencia.
- Cortez, O. (2001). *Efecto de las películas de quitosano sobre la transferencia de masa en la deshidratación osmótica de papaya*. Universidad de las Americas Puebla.
- Cuellar, F. A., Ariza, E., Anzola, C., & Restrepo, P. (2013). Estudio de la capacidad antioxidante del arazá (*Eugenia stipitata* Mc Vaugh) durante la maduración. *Revista Colombiana de Química*, 42(2), 21-28.
- Cui, Z., Xu, S., & Sun, D. (2003). Dehydration of garlic slices by combined microwave-vacuum and air drying. *Drying Technology*, 21(7), 1173-1184.
- Dalla-Rosa, M., & Spiess, W. (2000). *Industrial Application of Osmotic Dehydration/Treatments of Food: Concerted Action FAIR-CT96-1118*.
- de Man, J., Rogosa, M., & Sharpe, M. (1960). A medium for the cultivation of lactobacillus. *Journal of Applied Bacteriology*, 23(1), 130-135.
- Deladino, L., Navarro, A., & Martino, M. N. (2007). Encapsulation of active compounds: Ionic gelation and cocrystallization as case studies. En C. E. Lupaco (Ed.), *Functional properties of food components* (Trivandrum, pp. 125-157). Kerala.
- Deladino, L., Anbinder, P. S., Navarro, A. S., & Martino, M. N. (2007). Co-crystallization of yerba mate extract (*Ilex paraguariensis*) and mineral salts within a sucrose matrix. *Journal of Food Engineering*, 80(2), 573-580.
- Demarchi, S. M., Quintero Ruiz, N. A., & Giner, S. A. (2014). Sorptional behaviour of

- rosehip leather formulations added with sucrose or polydextrose. *Biosystems Engineering*, 118(1), 83-94.
- Derringer, G., & Suich, R. (1980). Simultaneous optimization of several response variables. *Journal of Quality Technology*, 12(4), 214-219.
- Devic, E., Guyot, S., Daudin, J.-D., & Bonazzi, C. (2010). Effect of temperature and cultivar on polyphenol retention and mass transfer during osmotic dehydration of apples. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58(1), 606-614.
- El-Beltagy, A., Gamea, G. R., & Essa, A. H. A. (2007). Solar drying characteristics of strawberry. *Journal of Food Engineering*, 78(2), 456-464.
- Fabra, M. J., Márquez, E., Castro, D., & Chiralt, A. (2011). Effect of maltodextrins in the water-content–water activity–glass transition relationships of noni (*Morinda citrifolia* L.) pulp powder. *Journal of Food Engineering*, 103(1), 47-51.
- FAO/OMS. Métodos de análisis y muestreo. (2008). Programa conjunto FAO/OMS sobre normas alimentarias comité del codex sobre contaminantes en los alimentos
- Fathi, M., Mohebbi, M., & Razavi, S. M. A. (2011). Effect of osmotic dehydration and air drying on physicochemical properties of dried kiwifruit and modeling of dehydration process using neural network and genetic algorithm. *Food and Bioprocess Technology*, 4(8), 1519-1526.
- Feng, H., & Tang, J. (2006). Microwave finish drying of diced apples in a spouted bed. *Journal of Food Science*, 63(4), 679-683.
- Fennema, O. (2000). *Química de los alimentos*. Zaragoza: Acribia, S. A.
- Fernández-Trujillo, J. P., Hernández, M. S., Carrillo, M., & Barrera, J. (2011). Arazá (*Eugenia stipitata* McVaugh). *Postharvest Biology and Technology of Tropical and*

*Subtropical Fruits*, (pp. 98-117e). Woodhead Publishing.

- Filgueiras, H. A., Alves, R., Moura, C. F. H., Araújo, N. C. C., & Almeida, A. S. (2000). Quality of fruits native to latin america for processing: arazá (*Eugenia stipitata* McVaugh). *International Symposium on Tropical and Subtropical Fruits* (pp. 543-547).
- Fito, P., & Chiralt, A. (1997). Osmotic dehydration an approach to the modeling of solid food—liquid operations. *Food engineering*, 231-252.
- Forni, E., Torreggiani, D., Battiston, P., & Polesello, A. (1986). Research into changes of pectic substances in apricots and peaches processed by osmotic dehydration. *Carbohydrate Polymers*, 6(5), 379-393.
- Fuentes-Zaragoza, E., Sánchez-Zapata, E., Sendra, E., Sayas, E., Navarro, C., Fernández-López, J., & Pérez-Alvarez, J. A. (2011). Resistant starch as prebiotic: A review. *Starch - Stärke*, 63(7), 406-415.
- Gabas, A. L., Telis, V. R. N., Sobral, P. J. A., & Telis-Romero, J. (2007). Effect of maltodextrin and arabic gum in water vapor sorption thermodynamic properties of vacuum dried pineapple pulp powder. *Journal of Food Engineering*, 82(2), 246-252.
- Gamboa-Santos, J., & Campañone, L. A. (2018). Application of osmotic dehydration and microwave drying to strawberries coated with edible films. *Drying Technology*, 1-11.
- Gamboa-Santos, J., Megías-Pérez, R., Soria, A. C., Olano, A., Montilla, A., & Villamiel, M. (2014). Impact of processing conditions on the kinetic of vitamin C degradation and 2-furoylmethyl amino acid formation in dried strawberries. *Food Chemistry*, 153, 164-170.

- García-Paternina, M., Alvis-Bermudez, A., & Alvis-Bermudez, A. (2015). Modelado de la cinética de secado de mango pre-tratadas con deshidratación osmótica y microondas. *Bioteología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 13(2), 22-29.
- García, E. (1995). Aspectos agronómicos sobre el cultivo del arazá (*eugenia stipitata me vaugh*) Frutal promisorio de la amazonia colombiana. *Agronomía Colombiana*, 12(1), 27-65.
- Garrote, G., Abraham, A., & De Antoni, G. (2001). Chemical and microbiological characterisation of kefir grains. *Journal of dairy research*, 68(4), 639-652.
- Garzón, G., Narváez-Cuenca, C., Kopec, R., Barry, A., Riedl, K., & Schwartz, S. (2012). Determination of carotenoids, total phenolic content, and antioxidant activity of Arazá (*Eugenia stipitata McVaugh*), an Amazonian fruit. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(18), 4709-4717.
- Geldart, D., Abdullah, E. C., Hassanpour, A., Nwoke, L. C., & Wouters, I. (2006). Characterization of powder flowability using measurement of angle of repose. *China Particuology*, 4(3), 104-107.
- Giraldo, G., Talens, P., Fito, P., & Chiralt, A. (2003). Influence of sucrose solution concentration on kinetics and yield during osmotic dehydration of mango. *Journal of Food Engineering*, 58(1), 33-43.
- Golowczyc, M. A., Gerez, C. L., Silva, J., Abraham, A. G., de Antoni, G. L., & Teixeira, P. (2011). Survival of spray-dried *Lactobacillus kefir* is affected by different protectants and storage conditions. *Biotechnology Letters*, 33(4), 681-686.
- Gómez-Zavaglia, A., Abraham, A., Giorgieri, S., & De Antoni, G. (1999). Application of

- polyacrylamide gel electrophoresis and capillary cel electrophoresis to the analysis of lactobacillus delbrueckii Whole-Cell Proteins. *Journal of Dairy Science*, 82(5), 870-877.
- Gordon, M., & Taylor, J. S. (1953). Ideal copolymers and the second-order transitions of synthetic rubbers. I. Non-crystalline copolymers. *Rubber Chemistry and Technology*, 26(2), 323-335.
- Grabowski, S., Marcotte, M., Quan, D., Taherian, A. R., Zareifard, M. R., Poirier, M., & Kudra, T. (2007). Kinetics and quality aspects of canadian blueberries and cranberries dried by osmo-convective method. *Drying Technology*, 25(2), 367-374.
- Granato, D., Ribeiro, J. C. B., Castro, I. A., & Masson, M. L. (2010). Sensory evaluation and physicochemical optimisation of soy-based desserts using response surface methodology. *Food Chemistry*, 121(3), 899-906.
- Gutiérrez-Pulido, H., & Salazar, V. (2004). *Análisis y diseño de experimentos*. New York: McGraw-Hill.
- Hawkes, J., & Flink, J. M. (1978). Osmotic concentration of fruit slices prior to freeze dehydration. *Journal of Food Processing and Preservation*, 2(4), 265-284.
- Heng, K., Guilbert, S., & Cuq, J. (1990). Osmotic dehydration of papaya: influence of process variables on the product quality. *Sciences des aliments*, 10(4), 831-848.
- Hernández-Gómez, M., Barrera-García, J., Fernández-Trujillo, J., Carrillo-Bautista, M., & Bardales-Infante, X. (2007). *Manual de manejo de cosecha y postcosecha de frutos de Arazá (Eugenia stipitata Mc. Vaught) en la amazonia colombiana*. SINCHI.
- Hernández, M. S., & Galvis, J. A. (1993). Procesamiento de arazá y copoazú. *Colombia*

*Amazónica*, 6(2), 135-148.

- Hill, C., Guarner, F., Reid, G., Gibson, G., Merenstein, D., Pot, B., & Calder, P. (2014). Expert consensus document: The international scientific association for probiotics and prebiotics consensus statement on the scope and appropriate use of the term probiotic. *Nature reviews Gastroenterology & hepatology*, 11(8), 506-514.
- Homayouni, A., Azizi, A., Ehsani, M. R., Yarmand, M. S., & Razavi, S. H. (2008). Effect of microencapsulation and resistant starch on the probiotic survival and sensory properties of synbiotic ice cream. *Food Chemistry*, 111(1), 50-55.
- ILSI. (2012). *Europe concise monograph: Concepts of functional foods*. (International Life Science Institute)
- Iglesias, H., & Chirife, J. (1976). Isothermic heats of water vapor sorption on dehydrated foods. I. analysis of the differential heat curves. *Lebensmittel-Wissenschaft und Technology*, 9, 116-122.
- Ismail, Y., & Mauer, L. J. (2019). Phase transitions of ascorbic acid and sodium ascorbate in a polymer matrix and effects on vitamin degradation. *Journal of Food Process Engineering*, e13073.
- Jacob, J. K., & Paliyath, G. (2012). Infusion of fruits with nutraceuticals and health regulatory components for enhanced functionality. *Food Research International*, 45(1), 93-102.
- Jaya, S., & Das, H. (2004). Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powder properties. *Journal of Food Engineering*, 63(2), 125-134.
- Juliano, P., & Barbosa-Cánovas, G. V. (2010). Food powders flowability

characterization: theory, methods, and applications. *Annual Review of Food Science and Technology*, 1(1), 211-239.

Kalita, D., Saikia, S., Gautam, G., Mukhopadhyay, R., & Mahanta, C. L. (2018). Characteristics of synbiotic spray dried powder of litchi juice with *Lactobacillus plantarum* and different carrier materials. *LWT - Food Science and Technology*, 87, 351-360.

Kang, K.-W., Echarri, J. M., & Llorente, C. L. (2013). Servicio de microscopía electrónica de barrido y microanálisis del LIMF - Facultad de Ingeniería - UNLP.

Karmas, R., Pilar Buera, M., & Karel, M. (1992). Effect of glass transition on rates of nonenzymic browning in food systems. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 40(5), 873-879.

Kenyon, M. (1995). *Modified starch, maltodextrin, and corn syrup solids as wall materials for food encapsulation*. ACS Publications.

Kouassi, K., & Roos, Y. H. (2001). Glass transition and water effects on sucrose inversion in noncrystalline carbohydrate food systems. *Food Research International*, 34(10), 895-901.

Koulani, M., Jamei, R., & Marjani, A. (2016). Influence of sucrose and high temperature on grape anthocyanin stability and furfural formation. *Journal of Food Safety and Hygiene*, 2(3), 54-62.

Krokida, M. K., Karathanos, V. T., & Maroulis, Z. B. (2000). Effect of osmotic dehydration on color and sorption characteristics of apple and banana. *Drying Technology*, 18(4-5), 937-950.

Krug, R. R., Hunter, W. G., & Grieger, R. A. (1976). Enthalpy-entropy compensation. 1.

- Some fundamental statistical problems associated with the analysis of van't Hoff and Arrhenius data. *The Journal of Physical Chemistry*, 80(21), 2335-2341.
- Kvapil, M. (2019). *Deshidratación osmótica y envasado en atmósferas modificadas de anco (Cucurbita moschata) mínimamente procesado*. (Disertación Doctoral). Universidad nacional de Santiago del Estero.
- Labuza, T. P., & Ball, L. N. (2002). *Moisture sorption: practical aspects of isotherm measurement and use* (2nd ed.). Minnesota: American Association of Cereal Chemists.
- Labuza, T. P. (1975). Sorption phenomena in foods: theoretical and practical aspects. En *Theory, Determination and Control of Physical Properties of Food Materials* (pp. 197-219). Springer Netherlands.
- Labuza, T. P., & Altunakar, L. (2007). Water activity prediction and moisture sorption isotherms. En *Water Activity in Foods* (pp. 109-154). Oxford, UK: Blackwell Publishing Ltd.
- Lara, R. (2010). Influencia de la concentración de la sacarosa sobre la osmodeshidratación de la fresa (*fragaria chiloensis duch*) entera variedad chandler. *Ciencia y Tecnología Alimentaria*, 9(1).
- Lazarides, H. (2001). Osmotic dehydration and vacuum impregnation. Applications in food Industries. *Reasons and possibilities to control solids uptake during osmotic treatment of fruits and vegetables* (pp. 33-41).
- Lee, H. S., & Coates, G. A. (1999). Thermal pasteurization effects on color of red grapefruit juices. *Journal of Food Science*, 64(4), 663-666.
- Leffler, J. E. (1955). The enthalpy-entropy relationship and its implications for organic

- chemistry. *The Journal of Organic Chemistry*, 20(9), 1202-1231.
- Lenart, A., & Flink, J. M. (1984). Osmotic concentration of potato. II. Spatial distribution of the osmotic effect. *International Journal of Food Science & Technology*, 19(1), 65-89.
- Lerici, C. R., Pinnavaia, G., Rosa, M., & Dalla-Bartolucci, L. (1985). Osmotic dehydration of fruit: influence of osmotic agents on drying behavior and product quality. *Journal of Food Science*, 50(5), 1217-1219.
- Lewicki, P. P. (1997). The applicability of the GAB model to food water sorption isotherms. *International Journal of Food Science & Technology*, 32(6), 553-557.
- Li, H., Tsao, R., & Deng, Z. (2012). Factors affecting the antioxidant potential and health benefits of plant foods. *Canadian Journal of Plant Science*, 92(6), 1101-1111.
- Lin, T. M. D., Durance, T., & Scaman, C. H. (1998). Characterization of vacuum microwave, air and freeze dried carrot slices. *Food Research International*, 31(2), 111-117.
- Lomauro, C. J., Bakshi, A. S., & Labuza, T. P. (1985a). Evaluation of food moisture sorption isotherm equations. Part I. Fruit, vegetable and meat products. *LWT - Food Science and Technology*, 18(2), 111-117.
- Lomauro, C. J., Bakshi, A. S., & Labuza, T. P. (1985b). Moisture transfer properties of dry and semimoist foods. *Journal of Food Science*, 50(2), 397-400.
- MacDougall, D. (2002). *Colour in food: improving quality*. Woodhead Publishing.
- Mandala, I. G., Anagnostaras, E. F., & Oikonomou, C. K. (2005). Influence of osmotic dehydration conditions on apple air-drying kinetics and their quality characteristics. *Journal of Food Engineering*, 69(3), 307-316.

- Manning, T. S., & Gibson, G. R. (2004). Prebiotics. *Best practice & research clinical gastroenterology*, 18(2), 287-298.
- Marani, C. M., Agnelli, M. E., & Mascheroni, R. H. (2007). Osmo-frozen fruits: mass transfer and quality evaluation. *Journal of Food Engineering*, 79(4), 1122-1130.
- Martinelli, L., Gabas, A. L., & Telis-Romero, J. (2007). Thermodynamic and quality properties of lemon juice powder as affected by maltodextrin and arabic gum. *Drying Technology*, 25(12), 2035-2045.
- Minolta. (1998). *Precise color communication: color control from perception to instrumentation*. (Minolta, Ed.).
- Montes-Ramírez, L. (2013). *Efecto de la microencapsulación con agentes prebióticos sobre la viabilidad de microorganismos probióticos (Lactobacillus casei ATCC 393 y Lactobacillus rhamnosus ATCC 9469)*. Universidad Nacional de Colombia.
- Moraga, G., Martínez-Navarrete, N., & Chiralt, A. (2004). Water sorption isotherms and glass transition in strawberries: influence of pretreatment. *Journal of Food Engineering*, 62(4), 315-321.
- Mosquera, L. H. (2010). *Influencia de la humedad y de la adición de solutos (maltodextrina o goma arábiga) en las propiedades fisicoquímicas de borojó y fresa en polvo*. (Disertación Doctoral). Universidad politécnica de Valencia.
- Mosquera, L. H., Moraga, G., & Martínez-Navarrete, N. (2010). Effect of maltodextrin on the stability of freeze-dried borojó (*Borojoa patinoi* Cuatrec.) powder. *Journal of Food Engineering*, 97(1), 72-78.
- Nieto, A. B., Vicente, S., Hodara, K., Castro, M. A., & Alzamora, S. M. (2013). Osmotic dehydration of apple: Influence of sugar and water activity on tissue structure,

- rheological properties and water mobility. *Journal of Food Engineering*, 119(1), 104-114.
- Nijhuis, H. H., Torringa, H. M., Muresan, S., Yuksel, D., Leguijt, C., & Kloek, W. (1998). Approaches to improving the quality of dried fruit and vegetables. *Trends in Food Science and Technology*, 9(1), 13-20.
- Nováková, L., Solich, P., & Solichová, D. (2008). HPLC methods for simultaneous determination of ascorbic and dehydroascorbic acids. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 27(10), 942-958.
- Nowicka, P., Wojdyło, A., Lech, K., & Figiel, A. (2015). Influence of osmodehydration pretreatment and combined drying method on the bioactive potential of sour cherry fruits. *Food and Bioprocess Technology*, 8(4), 824-836.
- Olagnero, G., Abad, A., Bendersky, S., Genevois, C., Granzella, L., & Montonati, M. (2007). Alimentos funcionales: fibra, prebióticos, probióticos y simbióticos. *Diaeta*, 25(121), 20-33.
- Oliveira, I., Fernandes, F., Rodrigues, S., Sousa, P., Maia, G., & Figueiredo, R. (2006). Modeling and optimization of osmotic dehydration of banana followed by air drying. *Journal of Food Process Engineering*, 29(4), 400-413.
- Oms-Oliu, G., Odriozola-Serrano, I., Soliva-Fortuny, R., & Martín-Belloso, O. (2009). Use of Weibull distribution for describing kinetics of antioxidant potential changes in fresh-cut watermelon. *Journal of Food Engineering*, 95(1), 99-105.
- Ordoñez-Santos, L. E., Hurtado-Aguilar, P., Ríos-Solarte, O. D., & Arias-Jaramillo, M. E. (2014). Total concentration of carotenoids in tropical fruits' waste. *Producción + Limpia*, 9(1), 91-98.

- Orjuela-Palacio, J. M., & Lanari, M. C. (2016). The impact of moisture sorption properties on the color and bioactives concentrations of black currant-yerba mate instant drinks. *Journal of Berry Research*, 6(3), 303-319.
- Pan, Y. K., Zhao, L. J., Zhang, Y., Chen, G., & Mujumdar, A. S. (2003). Osmotic dehydration pretreatment in drying of fruits and vegetables. *Drying Technology*, 21(6), 1101-1114.
- Papadakis, S. E., Gardeli, C., & Tzia, C. (2006). Spray drying of raisin juice concentrate. *Drying Technology*, 24(2), 173-180.
- Peleg, M. (1977). Flowability of food powders and methods for its evaluation—a review. *Journal of Food Process Engineering*, 1(4), 303-328.
- Pereira, L. M., Ferrari, C. C., Mastrantonio, S. D. S., Rodrigues, A. C. C., & Hubinger, M. D. (2006). Kinetic aspects, texture, and color evaluation of some tropical fruits during osmotic dehydration. *Drying Technology*, 24(4), 475-484.
- Pérez-Alonso, C., Beristain, C. I., Lobato-Calleros, C., Rodríguez-Huezo, M. E., & Vernon-Carter, E. J. (2006). Thermodynamic analysis of the sorption isotherms of pure and blended carbohydrate polymers. *Journal of Food Engineering*, 77(4), 753-760.
- Pérez-Jiménez, J., Arranz, S., Taberner, M., Díaz- Rubio, M. E., Serrano, J., Goñi, I., & Saura-Calixto, F. (2008). Updated methodology to determine antioxidant capacity in plant foods, oils and beverages: Extraction, measurement and expression of results. *Food Research International*, 41(3), 274-285.
- Petrušáková, M., & Valík, Ľ. (2015). Food allergy and intolerance. *Acta Chimica Slovaca*, 8(1), 44-51.

- Piasecka, E., Uczciwek, M., Klewicki, R., Konopacka, D., Mieszczakowska-Fraç, M., Szulc, M., & Bonazzi, C. (2013). Effect of long-time storage on the content of polyphenols and ascorbic acid in osmo-convectively dried and osmo-freeze-dried fruits. *Journal of Food Processing and Preservation*, 37(3), 198-209.
- Pilosofof, A. M. R., Bartholomai, G. B., Chirife, J., & Boquet, R. (1982). Effect of heat treatment on sorption isotherms and solubility of flour and protein isolates from bean *phaseolus vulgaris*. *Journal of Food Science*, 47(4), 1288-1290.
- Pimentel, T. C., Madrona, G. S., Garcia, S., & Prudencio, S. H. (2015). Probiotic viability, physicochemical characteristics and acceptability during refrigerated storage of clarified apple juice supplemented with *Lactobacillus paracasei* ssp. *paracasei* and oligofructose in different package type. *LWT - Food Science and Technology*, 63(1), 415-422.
- Pinazo, A. (2015). *Evaluacion in vitro de los cambios experimentados por las propiedades antioxidantes del fruto, hojas y fibra de caqui durante la digestion gastrointestinal*. Universidad politécnica de Valencia.
- Ponjičan, O., Sedlar, A., & Findura, P. (2019). Optimisation of osmotic dehydration of plums. *Agricultural Engineering*, 23(1), 69-79.
- Ponting, J. (1966). Osmotic dehydration of fruits. *Food Technol.*, 20, 125-128.
- Prado, S. M., Buera, M. P., & Elizalde, B. E. (2006). Structural collapse prevents  $\beta$ -carotene loss in a supercooled polymeric matrix. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(1), 79-85.
- Pucuhuayla, E. (2018). *Efecto del osmodeshidratado y secado por aire caliente sobre la capacidad antioxidante,  $\beta$ -carotenos, cinética y rehidratación en el liofilizado de*

*carambola*. Universidad nacional del centro del Perú.

Quiles, A., Hernando, I., Erez-Munuera, I. P., Larrea, V., Llorca, E., & Lluch, A. (2005).

Polyphenoloxidase (PPO) activity and osmotic dehydration in Granny Smith apple.

*Journal of the Science of Food and Agriculture*, 85, 1017-1020.

Rahman, M. S. (2006). State diagram of foods: Its potential use in food processing and

product stability. *Trends in Food Science and Technology*, 17(3), 129-141.

Ramallo, L. A., & Mascheroni, R. H. (2010). Dehydrofreezing of pineapple. *Journal of*

*Food Engineering*, 99(3), 269-275.

Ramoneda, X. A., Ponce-Cevallos, P. A., Buera, M. del P., & Elizalde, B. E. (2011).

Degradation of  $\beta$ -carotene in amorphous polymer matrices. Effect of water sorption

properties and physical state. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 91(14),

2587-2593.

Raoult-Wack, A. L. (1994). Recent advances in the osmotic dehydration of foods. *Trends*

*in Food Science and Technology*, 5(8), 255-260.

Ratti, C. (2001). Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review. *Journal of Food*

*Engineering*, 49(4), 311-319.

Righetto, A. M., & Netto, F. M. (2005). Effect of encapsulating materials on water

sorption, glass transition and stability of juice from immature acerola. *International*

*Journal of Food Properties*, 8, 337-346.

Robbers, M., Singh, R. P., & Cunha, L. M. (1997). Osmotic-convective dehydrofreezing

process for drying kiwifruit. *Journal of Food Science*, 62(5), 1039-1042.

Robinson, A., Chambers, E., & Milliken, G. (2004). *Just-About-Right (JAR) scales and*

*hedonic scales provide different results*. (Disertación Doctora), Universidad de

Kansas.

- Rodríguez-Roque, M. J., Rojas-Graü, M. A., Elez-Martínez, P., & Martín-Belloso, O. (2013). Changes in vitamin C, phenolic, and carotenoid profiles throughout in vitro gastrointestinal digestion of a blended fruit juice. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *61*(8), 1859-1867.
- Romano, N. (2016). *Fructo-oligosacáridos de cadena corta como protectores de bacterias lácticas deshidratadas: síntesis, caracterización y aplicación*. (Disertación Doctora) Universidad Nacional de La Plata.
- Roos, Y. (1993). Water activity and physical state effects on amorphous food stability. *Journal of Food Processing and Preservation*, *16*(6), 433-447.
- Roos, Y. H. (2010). Glass transition temperature and its relevance in food processing. *Annual Review of Food Science and Technology*, *1*(1), 469-496.
- Rosenthal, A. (1999). Relation between instrumental and sensory measures of food texture. *Food texture: measurement and perception* (pp. 1-17).
- Sablani, S. S., Kasapis, S., & Rahman, M. S. (2007). Evaluating water activity and glass transition concepts for food stability. *Journal of Food Engineering*, *78*(1), 266-271.
- Sanjinez-Argandoña, E. J., Guilherme Branco, I., Takito, S. Y., & Corbari, J. (2009). Influência da desidratação osmótica e da adição de cloreto de cálcio na conservação de kiwis minimamente processados. *Food Science and Technology*, *30*, 205-209.
- Saura-Calixto, F., Serrano, J., & Goñi, I. (2007). Intake and bioaccessibility of total polyphenols in a whole diet. *Food Chemistry*, *101*(2), 492-501.
- Schaller-Povolny, L. A., Smith, D. E., & Labuza, T. P. (2000). Effect of water content and molecular weight on the moisture isotherms and glass transition properties of

inulin. *International Journal of Food Properties*, 3(2), 173-192.

Schlesier, K., Harwat, M., Böhm, V., & Bitsch, R. (2002). Assessment of antioxidant activity by using different in vitro methods. *Free radical research*, 36(2), 177-187.

Secretaría de Agroindustria Argentina. (2013). Nutrición y educación alimentaria

Ficha N° 17 “Alimentos funcionales”.

[https://www.magyp.gob.ar/sitio/areas/escuelagro/\\_archivos//000010\\_Alimentos/000000\\_Educacion%20Alimentaria/000000\\_Ficha%20AlimFunc.pdf](https://www.magyp.gob.ar/sitio/areas/escuelagro/_archivos//000010_Alimentos/000000_Educacion%20Alimentaria/000000_Ficha%20AlimFunc.pdf)

Shahab, S., & Jayas, D. (1987). *Drying of foodstuffs. Handbook of industrial. Marcel Dekker New York.*

Shiga, H., Yoshii, H., Nishiyama, T., Furuta, T., Forssele, P., Poutanen, K., & Linko, P. (2001). Flavor encapsulation and release characteristics of spray-dried powder by the blended encapsulant of cyclodextrin and gum arabic. *Drying Technology*, 19(7), 1385-1395.

Shori, A. B. (2016). Influence of food matrix on the viability of probiotic bacteria: A review based on dairy and non-dairy beverages. *Food Bioscience*, 13, 1-8.

Silva, M. A., Sobral, P. J. A., & Kieckbusch, T. G. (2005). State diagrams of freeze-dried camu-camu (*Myrciaria dubia* (HBK) Mc Vaugh) pulp with and without maltodextrin addition. *Journal of Food Engineering*, 77, 426-432.

Silva, V. M., Kurozawa, L. E., Park, K. J., & Hubinger, M. D. (2012). Water sorption and glass transition temperature of spray-dried mussel meat protein hydrolysate. *Drying Technology*, 30(2), 175-184.

Singthong, J., Ningsanond, S., & Cui, S. W. (2009). Extraction and physicochemical characterisation of polysaccharide gum from Yanang (*Tiliacora triandra*) leaves.

*Food Chemistry*, 114(4), 1301-1307.

- Soares, J. C., Rosalen, P. L., Lazarini, J. G., Massarioli, A. P., da Silva, C. F., Nani, B. D., ... de Alencar, S. M. (2019). Comprehensive characterization of bioactive phenols from new Brazilian superfruits by LC-ESI-QTOF-MS, and their ROS and RNS scavenging effects and anti-inflammatory activity. *Food Chemistry*, 281, 178-188.
- Spiazzi, E., & Mascheroni, R. (1997). Mass transfer model for osmotic dehydration of fruits and vegetables—I. Development of the simulation model. *Journal of Food Engineering*, 34(4), 387-410.
- Spiess, W., & Wolf, W. (1983). The results of the COST 90 project on water activity (1985) Physical properties of foods. R. Jowitt (Ed.), *Physical properties of foods* (pp. 65-87).
- Syamaladevi, R. M., Sablani, S. S., Tang, J., Powers, J., & Swanson, B. G. (2011). Stability of anthocyanins in frozen and freeze-dried raspberries during long-term storage: in relation to glass transition. *Journal of Food Science*, 76(6), E414-E421.
- Tagliazucchi, D., Verzelloni, E., Bertolini, D., & Conte, A. (2010). In vitro bioaccessibility and antioxidant activity of grape polyphenols. *Food Chemistry*, 120(2), 599-606.
- Talens, P. (2002). *Tratamientos osmóticos en la crioprotección de fresa y kiwi*. (Disertación Doctora), Universidad politécnica de Valencia.
- Telis-Romero, J., Kohayakawa, M. N., Silveira Jr, V., Pedro, M. A. M., & Gabas, A. L. (2005). Enthalpy-entropy compensation based on isotherms of mango. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 25(2), 297-303.

- Telis, V. R. N., & Martínez-Navarrete, N. (2009). Collapse and color changes in grapefruit juice powder as affected by water activity, glass transition, and addition of carbohydrate polymers. *Food Biophysics*, 4(2), 83-93.
- Tonon, R. V., Baroni, A. F., Brabet, C., Gibert, O., Pallet, D., & Hubinger, M. D. (2009). Water sorption and glass transition temperature of spray dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice. *Journal of Food Engineering*, 94(3-4), 215-221.
- Torreggiani, D., & Bertolo, G. (2001). Osmotic pre-treatments in fruit processing: chemical, physical and structural effects. *Journal of Food Engineering*, 49(2-3), 247-253.
- Torres-Oquendo, J. D. (2007). *Optimización de las condiciones de operación de tratamientos osmóticos destinados al procesado mínimo de mango (mangifera indica l.)*. (Disertación Doctora), Universidad politécnica de Valencia.
- Tsami, E., Maroulis, Z. B., Marinos-Kouris, D., & Saravacos, G. D. (1990). Heat of sorption of water in dried fruits. *International Journal of Food Science & Technology*, 25(3), 350-359.
- Valerga, J., Shorthose, R., & Lanari, M. C. (2013). Antioxidant activity of yerba mate extracts: Interactions between the individual polyphenols. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 115(5), 513-525.
- United States Pharmacopeia Convention. (2012). *The United States Pharmacopeia 35 and the national formulary 30*. Rockville, MD: The United States Pharmacopeia Convention, Inc.
- Vargas, A., Rivera-Camelo, A., & Narvaez-Cuenca, C. (2005). Capacidad antioxidante durante la maduración de arazá (*Eugenia stipitata* Mc Vaugh) | *Revista Colombiana*

*de Química*, 34(1), 57-65.

Vega-Gálvez, A., López, J., Miranda, M., Di Scala, K., Yagnam, F., & Uribe, E. (2009).

Mathematical modelling of moisture sorption isotherms and determination of isosteric heat of blueberry variety O'Neil. *International Journal of Food Science & Technology*, 44(10), 2033-2041.

Vial, C., & Guilbert, S. (1991). Osmotic dehydration of kiwi fruits: influence of process variables on the color and ascorbic acid content. *Sciences des aliments*, 11(1), 63-84.

Videv, K., Tanchev, S., & Sharma, R. (1990). Effect of sugar syrup concentration and temperature on the rate of osmotic dehydration of apples. *Journal of Food Science and Technology (Mysore)*, 27(5), 307-308.

Wais, N. (2011). *Secado combinado de frutas: Deshidratación osmótica y microondas*. (Disertación Doctora), Universidad nacional de La Plata.

Wang, C. Y. (1982). Physiological and biological responses of plants to chilling stress. *HortScience*, 17, 173-168.

Wang, C. Y. (1994). Chilling injury of tropical horticultural commodities. *HortScience*, 29, 986-996. f

Yousefi, S., Emam-Djomeh, Z., & Mousavi, S. M. (2011). Effect of carrier type and spray drying on the physicochemical properties of powdered and reconstituted pomegranate juice (*Punica Granatum L.*). *Journal of Food Science and Technology*, 48(6), 677-684.

Yu, L. (2001). Amorphous pharmaceutical solids: Preparation, characterization and stabilization. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 48(1), 27-42.

Zambrano-Alcívar, C. V. (2014). *Elaboración de pulpa a base de arazá (Eugenia Stipitata), utilizando tratamientos térmicos para su conservación natural*. Universidad Laica «Eloy Alfaro» de Manabí.

Zoffoli, J., & Pablo, J. (2002). Control de la acción del etileno: Una novedosa alternativa para prolongar la conservación de frutas. *Revista Agronomía y Forestal*, 16, 14-17.