

Egoitza Nagusia / Sede Central

Txatxarramendi Ugartea z/g

E-48395 Sukarrieta - Bizkaia (Spain)

Tel.: +34 94 657 40 00 - Fax: +34 94 657 25 55



Parque Tecnológico de Bizkaia

Astondo bidea - Edificio 609

E-48160 Derio - Bizkaia (Spain)

Tel.: +34 94 657 40 00 - Fax: +34 94 657 25 55

Herrera Kaia - Portu aldea z/g

E-20110 Pasaia - Gipuzkoa (Spain)

Tel.: +34 94 657 40 00 - Fax: +34 94 657 25 55

[www.azti.es](http://www.azti.es)

info@azti.es

# LASAIFOOD Diseño y desarrollo de nuevos alimentos con efecto saciante mediante la incorporación de fibras obtenidas de subproductos vegetales.

## Convenio AZTI/DAPA

Informe Final 2012

para:



Derio, 20 de marzo de 2013

<b>Tipo documento</b>	Informe Final
<b>Título documento</b>	Título del Informe
<b>Fecha</b>	21/10/2013
<b>Proyecto</b>	LASAIFOOD Diseño y desarrollo de nuevos alimentos con efecto saciante mediante la incorporación de fibras obtenidas de subproductos vegetales.
<b>Código</b>	IA12LASAI
<b>Cliente</b>	Eusko Jaurlaritza - Gobierno Vasco, Departamento de Desarrollo Económico y Competitividad, Viceconsejería de Pesca e Industrias Alimentarias
<b>Equipo de proyecto</b>	Carlos Bald, Itziar Tueros, Iban Sagardia, Bruno Iñarra y Clara Talens

---

**Responsable proyecto** Clara Talens

---

**Revisado por** Carlos Bald  
**Fecha** 22-marzo-2013

---

**Aprobado por** Matxalen Uriarte  
**Fecha** 25-marzo-2013

## ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS.....	4
2. MATERIAL Y MÉTODOS .....	6
3. RESULTADOS Y CONCLUSIONES .....	12
3.1 Fase 1: Efecto del escaldado, la extracción con etanol y el secado en la estructura, propiedades y composición de la materia prima .....	12
3.2 Fase 2: Evaluación sensorial comparativa de zumos/ néctares con fibra de naranja .....	15
4. ACTIVIDADES DE DIFUSIÓN .....	16
5. AGRADECIMIENTOS.....	16

## 1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

Los trabajos de investigación en el aprovechamiento de subproductos buscan disminuir el impacto ambiental de los residuos generados a la vez que conseguir un beneficio económico a través de la valorización de algunos de sus componentes por su potencial aplicación en la industria alimentaria, farmacéutica o cosmética.

No hay duda del potencial de los subproductos de cítricos y de otros vegetales como fuentes de compuestos naturales. Sin embargo, las propiedades tecnológicas y sensoriales de las fibras obtenidas hasta la fecha limitaban mucho su aplicación a una gama de productos muy restringida. Por otro lado, los procesos convencionales, principalmente la etapa de secado, por el contenido en agua de los subproductos, implicaban un coste demasiado elevado. La innovación en los procesos mediante la aplicación de estas tecnologías puede resolver estos problemas.

Comparado con otros métodos de secado convencionales, como el secado por aire caliente o la liofilización, el secado por microondas es un método más rápido y energéticamente más eficiente lo que supone, por tanto, menores costes operativos, menores pérdidas de energía al ambiente y una calidad de producto más uniforme. El calentamiento por microondas se produce por la acción de un campo electromagnético que genera una rápida reacción de los dipolos de las moléculas dieléctricas. El contenido en agua supone la mayor parte del componente dieléctrico en los sistemas alimentarios, especialmente en frutas y hortalizas con un alto contenido en agua, lo que hace que estos productos sean muy sensibles a las microondas y absorban rápida y eficientemente su energía. El secado por microondas ha ganado popularidad como alternativa de secado para una amplia gama de productos, como por ejemplo, frutas, hortalizas, snacks o aperitivos y lácteos.

El secado es, además, una de las etapas más delicadas dentro del proceso de obtención de fibras debido a los cambios indeseables que ocurren en el producto, afectando a la calidad del mismo. Estos cambios ocurren sobretodo en la microestructura de las frutas y hortalizas, que puede sufrir daños durante el procesado: pérdida de la integridad de las membranas celulares, pérdida de turgencia y deteriorio de la estructura de la pared celular. Todos estos cambios afectan dramáticamente la textura de los productos deshidratados. Al mismo tiempo,

estos cambios microestructurales que ocurren durante el secado permiten explicar las propiedades funcionales de las fibras dietéticas que se obtengan al final del procesado.

De acuerdo con el cronograma presentado en la memoria de LASAIFOOD, los objetivos planteados para el año 2012 estaban enfocados en las fases 1, 2 y 4:

**Fase 1. Efecto de los tratamientos o procesado en la estructura del material**

Objetivo: Definición del proceso para la obtención de fibras alimentarias, a partir de subproductos de la industria transformadora de vegetales utilizando nuevas tecnologías para mejorar sus propiedades sensoriales y tecnológicas.

**Fase 2. Relación de la estructura de las fibras con sus propiedades tecnológicas y sensoriales (en sistemas modelo alimentarios)**

Objetivo: Estudio de la relación entre la microestructura de las fibras obtenidas, sus propiedades tecnológicas clave y su potencial poder saciante.

**Fase 4. Difusión de resultados**

Objetivo: Difundir los resultados de la investigación entre la comunidad científica y a las empresas alimentarias.

## 2. MATERIAL Y MÉTODOS

### Fase 1. Efecto de los tratamientos y procesado en la estructura del material

La materia prima utilizada ha sido cáscaras de naranja procedentes de procesos industriales de extracción de zumo.

Para estudiar el efecto de los pre-tratamientos (escaldado) y del secado de piel de naranja para la obtención de fibra se utilizó un secador de aire caliente en combinación con microondas, que permite medir las siguientes variables de proceso:

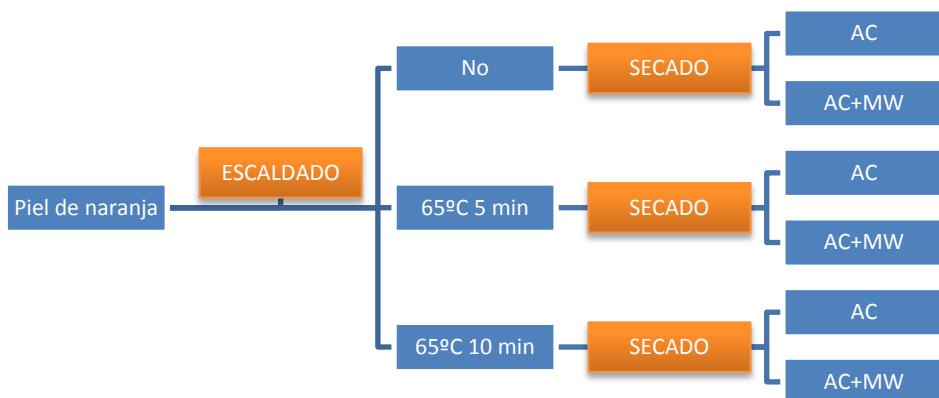
- Variables de diseño: Temperatura del aire ( $T_{aire}$ ) y potencia de microondas ( $Pot_{MW}$ )
- Variables independientes: Humedad Relativa ambiental ( $HR_{amb}$ ), y temperatura ambiental ( $T_{amb}$ ).

#### Diseño de experimentos:

##### Variables de diseño:

Proceso de escaldado (3 niveles): sin escaldar, escaldado en agua destilada (65°C) a diferentes tiempos.

Proceso de secado (2 niveles): aire caliente, aire caliente + microondas



Las variables respuesta que se analizaron fueron:

- Pérdida de masa para cada tiempo utilizando una balanza online
- La actividad de agua ( $a_w$ ) se midió con un higrómetro de punto de rocío para determinar la humedad relativa de equilibrio ( $HR_{equilibrio}$ ) y predecir los fenómenos de transporte entre el agua del producto y el aire.
- La pérdida de volumen se calculó mediante una técnica de análisis de imagen para el cálculo de áreas.
- Los espectros dieléctricos se midieron mediante una y un analizador de redes que ofrece información sobre los procesos y sobre el estado en el que se encuentra el agua en el alimento. Este equipo está ubicado en el Instituto de Ingeniería de Alimentos para el Desarrollo (IAD) de la Universidad Politécnica de Valencia. Las propiedades dieléctricas permiten entender la respuesta del alimento frente a la radiación electromagnética.



**Figura 1: Equipo medidor de propiedades dieléctricas**

- El contenido catiónico de las muestras se analizó mediante cromatografía intercambio iónico (HPAEC) para cuantificar los iones  $[Na^+]$   $[K^+]$   $[Ca^{++}]$  y saber cuáles se eliminan en los tratamientos previos al secado.
- Microscopía electrónica de barrido a bajas temperaturas (CryoSEM) para observar los efectos de los tratamientos en la morfología del alimento. Esta

técnica permite la observación y caracterización superficial de la estructura de alimentos a una alta resolución.

Para estudiar el efecto del escaldado y la extracción con etanol en la recuperación de polifenoles totales y en la capacidad antioxidante, el proceso de obtención de fibra que se llevó a cabo fue el desarrollado por AZTI para el proyecto europeo NAMASTE (VII Programa Marco, Grant Agreement 245267).

El proceso ensayado ha sido diseñado con el fin de recuperar también la fracción de polifenoles de la naranja, a la vez que se consigue una fibra neutra en color y aroma, que es la que interesa a los usuarios finales.

Los equipos utilizados para la obtención de fibra fueron: picadora semiindustrial, equipo de tratamiento térmico con camisa de agua, etanol alimentario, generador electromagnético de microondas de 2450 MHz de frecuencia y un molino ultracentrifugo.



**Figura 3: Escaldado de piel de naranja**

Se analizó el contenido en polifenoles totales (TP) y capacidad antioxidante (AOX) en las siguientes etapas del proceso: (1) Pieles de naranja sin tratar; (2) pieles de naranja escaldada; (3) agua de escaldado; (4) extracto etanólico tras la maceración con etanol y (5) extracto concentrado tras la evaporación del disolvente.

- Los polifenoles totales se cuantificaron según el método espectrofotométrico Folin-Ciocalteu en placa de 96 pocillos. Los polifenoles se extrajeron de las matrices sólidas (piel de naranja) empleando una extracción sólido-líquido asistida por ultrasonidos, empleando una mezcla de metanol: agua: ácido fórmico como agente extractante. Las muestras de agua de escaldado o extracto etanólico se analizaron directamente. Los resultados de TP se expresan como mg de equivalentes de ácido gálico (GAL)
- Estos extractos se emplearon también para realizar la medida de capacidad antioxidante mediante el método espectrofotométrico DPPH. Los resultados de AOX como mg de equivalentes de TROLOX (TE).

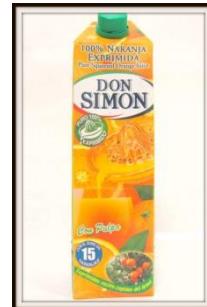
Por otra parte, con el fin de optimizar las propiedades tecnológicas de las fibras mediante los tratamientos y los procesos aplicados para su extracción, se realizaron tratamientos de escaldado en medio ácido para facilitar la capacidad gelificante de las fibras resultante. Las fibras obtenidas se enviaron a una empresa alemana fabricante de fibras y para poder comparar entre tratamientos, se midieron las siguientes propiedades y se compararon con fibra la comercial de referencia:

- **Capacidad retención de agua** por el método oficial de la AOAC expresada en gramos de agua retenida por 100 gramos de muestra.
- **Viscosidad** utilizando el método de Brookfield

## Fase 2. Relación de la estructura de las fibras con sus propiedades tecnológicas y sensoriales (en sistemas modelo alimentarios)

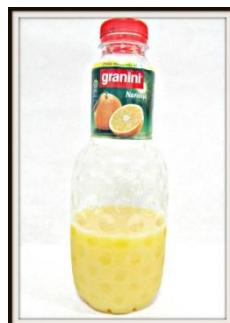
Dos de los prototipos de fibras obtenidas en la Fase 1 (sin etapa de extracción con etanol o “sin desamargar” y con etapa de extracción o “desamargada”) se enviaron a una empresa fabricante de zumos de naranja para la formulación de zumos y néctares ricos en fibra y se compararon con bebidas referencia (Don Simón y Minute Maid).

El análisis sensorial se llevó a cabo por 14 catadores semi-entrenados que evaluaron 5 muestras de zumo/néctar de naranja (3 comerciales y 2 elaboradas en Azti), con el fin de valorar las propiedades sensoriales de los mismos y poder compararlas entre ellas.

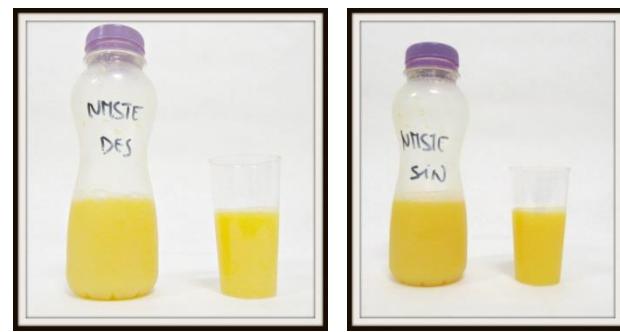


Minute Maid

Don Simón



Granini



*Azti desamargado      Azti sin desamargar*

**Figura 4: Productos comerciales y prototipos de zumos enriquecidos en fibra de naranja**

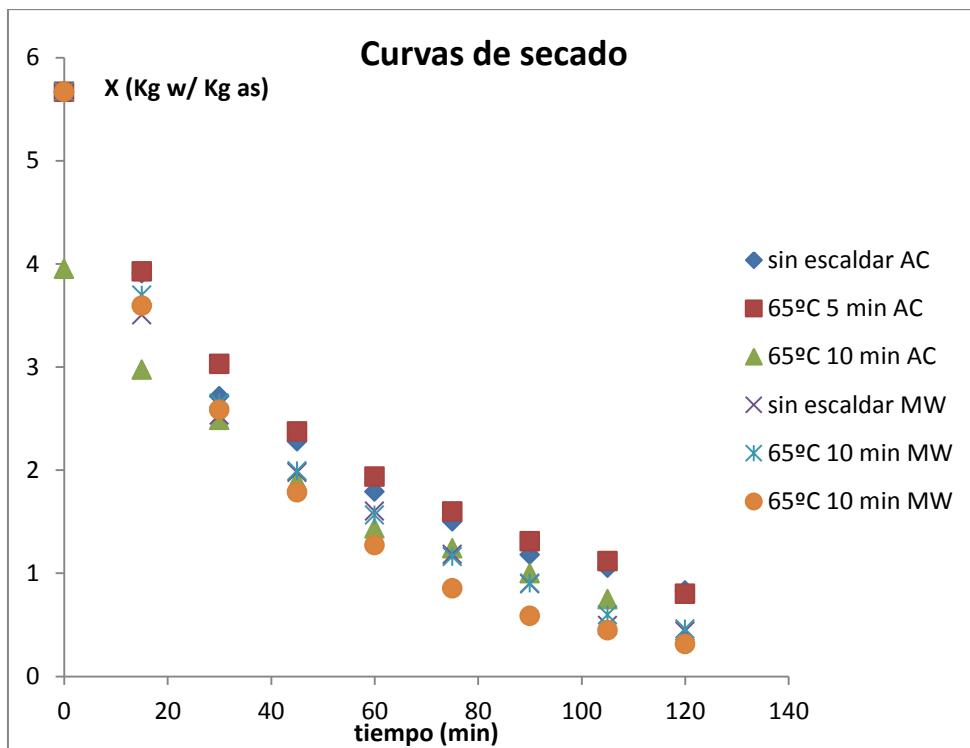
### 3. RESULTADOS Y CONCLUSIONES

#### 3.1 Fase 1: Efecto del escaldado, la extracción con etanol y el secado en la estructura, propiedades y composición de la materia prima

- Se observan mayores velocidades de secado en las pieles tratadas con microondas, pese a que las fuerzas impulsoras del flujo de agua ( $J_w$ ) del interior al exterior del tejido no se ven afectadas.

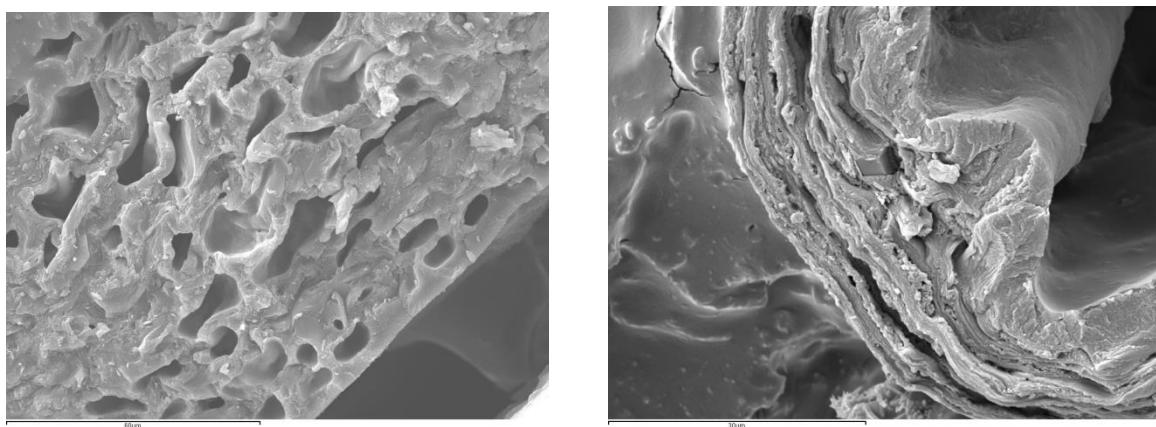
$$J_w = L_w \cdot \Delta\mu_w$$

El flujo es proporcional a la fuerza impulsora a través de la propiedad física del tejido, luego si los flujos cambian sin que cambie la fuerza impulsora es que el tejido cambia, por lo tanto se podría suponer que la energía microondas afecta a la estructura del material.



**Figura 5: Humedad en base seca (X) del aire de secado vs tiempo**

- El efecto de rotura debido a la elevada presión ejercida por el incremento en la movilidad del agua durante el secado por microondas se observa mejor en las muestras no escaldadas (a) que en las escaldadas (b). Esto puede ser debido a que el escaldado rompe parte de la estructura del tejido, favoreciendo el flujo de agua durante el secado y por lo tanto, generando una compactación del mismo.



**Figura 6: Imagen proporcionada por el microscopio Cryo-SEM de (a) corteza de naranja sin escaldar y secada por MW y (b) corteza de naranja escaldada 65°C 10 min y secada por MW**

- La comparación de los espectros dieléctricos de corteza y albedo de naranja sometidos a tres tratamientos de escaldado diferentes y secados por dos tecnologías permite explicar los fenómenos de transporte de agua durante el secado así como el transporte de iones y cationes en las fases de escaldado. El análisis de los datos dieléctricos para cada tratamiento se finalizará en la siguiente anualidad.
- El rendimiento del proceso en fibra es de 60 g/kg de pieles y de extracto polifenólico 15g / kg (s.n.)
- La mayor parte de los polifenoles se van con el agua de escaldado. Por tanto, el extracto etanólico obtenido por maceración con etanol de las pieles escaldadas tiene baja capacidad antioxidante. Si se quisiera aprovechar este

extracto como fuente de antioxidantes, sería necesario añadir mucho extracto concentrado sobre una bebida para conseguir valores de antioxidantes similares al zumo de naranja natural o al vino. Por tanto, a parte del extracto etanólico sería conveniente considerar los antioxidantes que se obtienen en el agua de escaldado.

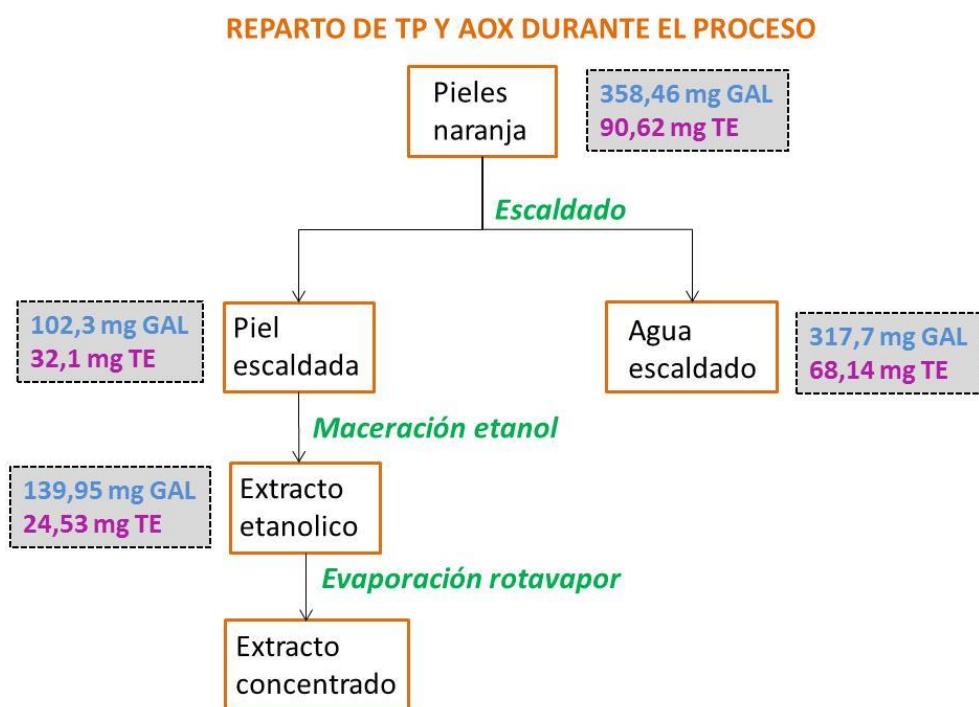


Figura 8: Reparto de TP (polifenoles totales, medidos como mg de equivalentes de ácido gálico -GAL) y AOX (capacidad antioxidante, medida como mg de equivalentes de TROLOX-TE)en las diferentes etapas de obtención de fibra de pieles de naranja.

- Los resultados demostraron que tanto la capacidad de retención de agua como el poder gelificante de las fibras obtenidas mejoraba al extraerse en medio ácido. Por lo tanto, este es uno de los puntos a optimizar en el proceso desarrollado por Azti, y que se llevará a cabo en la siguiente anualidad.

### 3.2 Fase 2: Evaluación sensorial comparativa de zumos/ néctares con fibra de naranja

- En el análisis de componentes principales se agrupan las muestras en 4 grupos, por un lado el zumo Don Simón, asociado a los términos sabor bueno, adecuado, agradable, sabor a almendra, fibra y leche soja, sabor a naranja cocida, envasada y piel de naranja. El zumo Minute Maid está asociado a textura adecuada, textura pulverulenta, arenosa, granulosa y ácido. El zumo enriquecido con fibra de naranja sin desamargar (prototipo Azti) se asoció al sabor amargo, olor a naranja natural, olor neutro suave y sabor a tostado, oxidado. Finalmente, los zumos Granini y zumo con fibra de naranja desamargada (Azti) están co-relacionados y por tanto, los consideran muy similares. Se asocian con color adecuado, presencia de pulpa, dulce, poco cuerpo y aguado.
- El zumo con fibra de Azti *desamargada* se presenta de color amarillo adecuado, ligero olor artificial, muy dulce y aguado, con textura granulosa y muy pulposa. Además se presenta con valores muy similares a la muestra de Granini.
- El zumo con fibra de Azti *sin desamargar* tiene un color naranja adecuado con olor extraño a bebida de naranja y cierto olor a naranja vieja, destaca el sabor amargo y artificial.
- La adición de 0.66% de la fibra sin desarmargar de Azti a un nectar convencional de naranja resultó en un producto aceptado por su apariencia y sabor. No obstante, este último puede ser mejorado y es necesario realizar más ensayos de formulación para acercar el producto a la referencia. La granulometría debe ser también optimizada para evitar la textura arenosa.

## 4. ACTIVIDADES DE DIFUSIÓN

Tueros I., Iñarra B., Talens C., Sagardia I., Bald C.

Polyphenolic extract from orange by-products as a source of natural antioxidants.  
6th Paris Polyphenols 2012: Clinical evidences. Polyphenol valorisation from waste:  
solutions & Strategies

## 5. AGRADECIMIENTOS

Parte de los trabajos descritos constituyen el proyecto de tesis doctoral de la firmante bajo la dirección del Dr Pedro J. Fito Suñer, quien ha ofrecido la oportunidad realizar una estancia de un mes de duración en Septiembre de 2012, realizando parte de la fase experimental de la tesis en el Laboratorio de Propiedades Dieléctricas del Instituto Universitario de Ingeniería de Alimentos para el Desarrollo, Universidad Politécnica de Valencia.