

**FORMULACIÓN DE UN JUGO DE FRUTAS MIXTAS PASTEURIZADO
EMPLEANDO DISEÑO SUPERFICIE DE RESPUESTA DE MEZCLA
(Response Surface methodology design for the formulation of pasteurized fruit juice
mixtures)**

Ismil Soledad Escobar¹ y María Virginia Mujica¹

¹ Universidad Centroccidental Lisandro Alvarado. Decanato de Agronomía, UCLA, Lara - Venezuela,
Teléfono: (0251) 2591679, ismil.escobar@ucla.edu.ve.

Recibido: 02-03-2015 / 24-04-2015

RESUMEN

Los diseños y análisis de superficie de respuesta tipo mezcla son utilizados para encontrar combinaciones de los ingredientes en la formulación. En la actualidad los software estadísticos incorporan técnicas gráficas que ayudan a obtener óptimos matemáticos y/o operativos y esto hace la tarea más simple. El objetivo de esta investigación fue formular a partir de un diseño experimental de superficie de respuesta tipo mezcla *D-Optimal*, un jugo de frutas mixtas: guayaba, naranja y piña con un alto contenido polifenoles totales y óptima aceptabilidad global: se empleó la función de deseabilidad para optimizar el sistema de múltiples respuestas, bajo el software JMP versión 8, por medio de un diseño de mezcla con restricciones. Las proporciones de las pulpas fueron establecidas por el diseño previo estudio de la interacción de las tres frutas. El pH, Acidez total titulable (ATT) y Polifenoles totales, cumplen con los supuestos del análisis de la varianza (Normalidad, varianza constante e independencia de los errores), la prueba de falta de ajuste y el rendimiento del modelo, pudiéndose modelar y se encontró mediante técnicas multirespuesta que la fórmula con un 40 % de guayaba, 21% de naranja y 39 % de piña, daba una respuesta óptima para los valores de polifenoles totales 219,08 mg EAG, pH 3,44 y acidez total de 0,235 %.

Palabras clave: D-optimal, función deseabilidad, polifenoles.

SUMMARY

Designs and response surface analysis of mixture type are used to find combinations of ingredients in the formulation. At present statistical software incorporate graphics techniques that help achieve mathematical and/or operative optima, this simplifies task. The objective of this research was to formulate a mixture of fruit juice guava, orange and pineapple with high total polyphenol contents and optimal overall acceptability using an experimental design response surface type D-Optimal. The desirability function was used to optimize the system of multiple responses, under the JMP software version 8.0, through a mix design with restrictions. The proportions of the pulps were established by the previous design study of the interaction of the three fruits. The pH, the total titratable acidity (TTA) and total polyphenols, comply with the assumptions of analysis of variance (normality, constant variance and independence of errors), lack of fit test and model performance and was found using mutiresponse techniques that the formula with 40% of guava, 21% orange and 39% of pineapple, gave an optimal response to the values of total polyphenols 219.08 mg EAG, 3.44 pH and total acidity 0.235%.

Keywords: D-optimal, Desirability function, Polyphenols.

INTRODUCCIÓN

En la industria de los alimentos es frecuente hacer experimentos o pruebas con la intención de resolver un problema o comprobar una idea; sin embargo, es común que estas pruebas o experimentos se hagan sobre la marcha, con base en el ensayo y error, en lugar de seguir un plan diseñado adecuado que garantice una buena respuesta a las interrogantes planteadas. En situaciones de cierta complejidad no es suficiente aplicar este tipo de experimentación (prueba y error), por lo que es mejor proceder siempre en una forma eficaz (técnicas estadísticas) para garantizar la obtención de las respuestas a las interrogantes planteadas en un lapso corto de tiempo y utilizando bajos recursos (Gutiérrez y De La Vara 2008).

El método clásico de estudiar una variable a la vez puede ser eficaz en algunos procesos, pero no tiene en cuenta los efectos combinados de los factores involucrados. En los procesos de elaboración de jugos por formulaciones de mezclas, donde existen múltiples componentes que afectan a la respuesta, es probable que los componentes o mezclas de la formulación interactúen e influyan sobre la respuesta. Por lo tanto, es necesario utilizar un método de optimización que puede determinar cuáles factores son significativos y las posibles interacciones entre estas variables independientes o componentes (García, 2005).

La metodología de superficie de respuesta bajo diseño de mezcla y función de deseabilidad como parámetro de optimización, está entrando en vigencia en la industria de los alimentos, específicamente, en la etapa de formulación cuando se desea optimizar materia primas a mezclar, como es el caso de la industria de las frutas y hortalizas (García, 2014), ya que estas técnicas estadísticas matemáticas permiten evaluar múltiples respuestas y su posible efecto en variables de calidad y/o en parámetros funcionales.

Por lo antes expuesto en este estudio se pretende co-optimizar los porcentajes de las mezclas de la pulpa de Guayaba, Naranja y Piña para obtener un jugo pasteurizado, con la máxima respuesta de polifenoles e ingredientes funcionales.

MATERIALES Y MÉTODOS

Para la elaboración de la bebida se adquirieron las frutas (piña, naranja y guayaba) en El Mercado Mayorista de Barquisimeto (*MERCABAR*). Se realizó un lavado y pesaje, para finalmente extraer la pulpa mecánicamente en una despulpadora.

Formulación de la bebida

La formulación y optimización del producto se realizó empleando el programa *JMP V8*, por medio de un diseño de mezcla con restricciones. Las proporciones de pulpa de guayaba, naranja y piña fueron establecidas por el diseño y representan las variables de entrada. Las restricciones empleadas se determinaron previamente al estudiar la interacción de las tres frutas, y son las que se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Restricciones de mezclas de las tres frutas utilizadas en la formulación

Guayaba:	0,40 - 0,60
Naranja:	0,10 – 0,30
Piña:	0,40 - 0,20

Para la caracterización física y química de las bebidas fueron evaluados cada parámetro por triplicado.

Se determinaron las siguientes variables: sólidos solubles totales COVENIN (1983) norma 924-83, pH COVENIN (1979) método 1315-79, Acidez titulable por COVENIN (1990) método 1151-77, ácido ascórbico según COVENIN (1982) método 1295-82, sólidos en suspensión (COVENIN 1343-78). Los polifenoles totales por el Método Folin-Ciocalteu: se pesó 1g de muestra en tubos de centrífuga y se añadieron 40 ml de solución metanólica, manteniéndolo por 1 hora a temperatura ambiente con agitación. Una vez finalizado el tiempo se centrifugo a 3000 rpm durante 10 min y se separó el sobrenadante por succión con una pipeta, el cual fue vertido en un matraz de 100 ml. Se añadió 40 ml de

acetona: agua (70:30) sobre el residuo anterior y repitió la centrifugación siguiendo los pasos anteriores. Este sobrenadante se recogió en el mismo matraz de 100 ml, mezclando ambos extractos y enrasando con una mezcla al 50% de las dos disoluciones (Marinova *et al.*, 2005). Para la lectura espectrofotométrica, se preparó la curva patrón con soluciones de 50, 100, 150 y 200 ppm a partir de una solución madre de ácido gálico diluida.

Evaluación de la aceptabilidad por pruebas de consumidores: se aplicó una prueba de consumidores (aceptabilidad) a las fórmulas elaboradas a nivel de laboratorio, la cual fue medida por un grupo conformado por 100 personas no entrenadas, la misma consistió en un escala hedónica de 9 puntos donde 0 equivale a “me disgusta muchísimo” y 9 representa “me gusta muchísimo”. Las muestras se presentaron en vasos plásticos idénticos, codificadas con números aleatorios de tres dígitos.

Los análisis de datos se realizaron con el software STATISTICA V. 8 y JMP versión 8.0. El software STATISTICA se utilizó para obtener los análisis de la varianza (prueba de F) y los coeficientes regresores del modelo cuadrático, las pruebas de t de student para significancia. El software JMP se utilizó para el proceso de optimización, aplicando procedimientos de perfiles de respuestas múltiples bidimensionales por superposición de las gráficas de contornos y superficies, perfiles de respuestas múltiples (co-optimación), función de deseabilidad (Floros y Chinan, 1988; Fernández y García, 2010). Se creó la función de deseabilidad tipo “target” las variables de respuesta de contenido de polifenoles, contenido de acidez titulable y pH.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Construcción y evaluación de los modelos matemáticos para cada variable de respuesta

En un estudio previo realizados a las doce variables respuestas estudiadas, solo tres variables pH, ATT y Polifenoles totales, cumplen con los supuestos del análisis de la varianza, la prueba de falta de ajuste y el rendimiento del modelo.

En la tabla 2 se presentan los análisis estadísticos del contenido de polifenoles totales, pH y ATT, de acuerdo a los resultados solo el modelo cúbico presentó un ajuste significativo ($p < 0,05$) para las variables respuestas, es decir existe una relación estadística entre el contenido de polifenoles totales, pH y ATT y los componentes.

El R^2 fue 0,7933 y el R^2 ajustado 0,7545 para pH, ambos son indicativos de la significancia del modelo. Se cumple que $0 < R^2_{aj} \leq R^2 < 1$, en general para hablar de un modelo que tiene un ajuste satisfactorio es necesario que ambos coeficientes tengan valores superiores a 0,7; cuando en el modelo hay términos que no contribuyen de manera significativa a éste, el R^2_{aj} tiende a ser menor que el R^2 . En los tres modelos presentados se cumplen con el criterio anteriormente descrito, adicionalmente se puede observar que la diferencia entre los R^2 y R^2_{aj} no es mayor del 5%, por lo tanto se considera que el incremento del modelo o la adición de otra variable no mejoraría significativamente el ajuste de los modelos propuestos en la Tabla 2.

Tabla 2. Coeficientes de regresión y R^2 para las tres variables dependiente del efecto de la concentración de enzima y tiempo en el jugo de mango bocado clarificado.

Coefficientes estimados	pH	ATT	Polifenoles totales
Guayaba (A)	3,57**	0,28**	-312,18 ^{ns}
Naranja (B)	3,31**	0,36**	-472,3 ^{ns}
Piña (C)	3,61**	0,28**	-374,56 ^{ns}
A*B	0,22 ^{ns}	-0,37 ^{ns}	1994,84 ^{ns}
A*C	0,07 ^{ns}	-0,39 ^{ns}	2050,10 ^{ns}
B*C	0,29 ^{ns}	-0,32 ^{ns}	2790,19*
A*B*C	0,00 ^{ns}	0,90 ^{ns}	-5454,64**
R ²	0,7933	0,9223	0,8692
R ² aj.	0,7545	0,8713	0,8322

ns: no significativo al 5 %; *Significativo al 5%; **Significativo al 1%. A, B y C: coeficientes estimados lineales. AB AC BC ABC: coeficientes estimados cuadráticos.

Optimización del diseño de mezcla

Los criterios de optimización se muestran en la Tabla 3, de acuerdo a estos se obtuvo una combinación de maximización de los componentes, la cual se ajusta a los parámetros establecidos, cuya función de deseabilidad fue de 0,819 (Figura 1).

Tabla 3. Criterio de optimización para el diseño de mezcla.

Variable de respuesta	Función de deseabilidad	Criterio	
		Mínimo	Máximo
Contenido de polifenoles totales (mg EAG/100 g)	Maximizar	100	>
pH	target	3,3	3,6
ATT (%)	target	0,18	0,27

La solución de optimización encontrada se muestra en la Figura 1. El valor de la función de deseabilidad fue cercano a uno. Las proporciones de la mezcla óptima se alcanzaron cuando se combinaron 0,40 de Guayaba, 0,21 de Naranja y 0,39 de Piña. Con esta mezcla se predice que el jugo de mezcla se tendrán valores de 219,08 mg EAG/100ml (polifenoles totales), pH de 3,44 y Acidez total del jugo de 0,235 %.

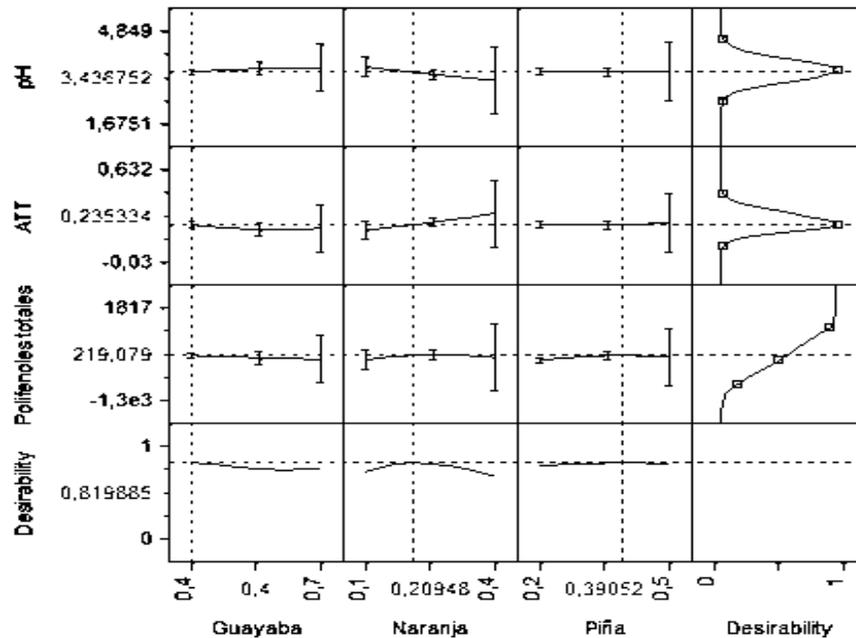


Figura 1. Función de deseabilidad obtenida bajo los criterios de optimización del diseño de mezcla.

CONCLUSIONES

Se desarrolló un diseño de mezclas para formular un jugo pasteurizado de guayaba, naranja y piña, se midieron las variables de respuesta de cada protocolo de mezcla y por medio de la función de deseabilidad se obtuvo que la fórmula con un contenido de polifenoles de 219,08 mg EAG, pH 3,44 y acidez total de 0,235 %, los valores de mezclas fueron de: 40 % de guayaba, 21% de naranja y 39 % de piña.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- COVENIN. 1977. Comisión Venezolana de Normas Industriales. Frutas y Productos Derivados. Determinación de la acidez. Caracas: Fondonorma. 1151-1977
- COVENIN. 1979. Comisión Venezolana de Normas Industriales. Determinación del pH. (Acidez iónica). Venezuela: Ministerio de Fomento, Fondonorma. Norma número 1315-79.
- COVENIN. 1982. Comisión Venezolana de Normas Industriales. Alimentos. Determinación de ácido ascórbico (vitamina C). Caracas: Fondonorma. Norma número 1295-1982

- COVENIN. 1983. Comisión Venezolana de Normas Industriales. Determinación de sólidos solubles en frutas y derivados. Venezuela: Ministerio de Fomento Fondonorma. Norma número 924-83.
- Fernández, J. y García, T. 2010. Vida útil de los alimentos. Vice – Rectorado de Infraestructura y Procesos Industriales. Publicaciones del área de estudios de postgrado. UNELLEZ. Serie investigación 2: 160 pág.
- Floros, J. y Chinan, M. 1988. Computer graphics assisted optimization for product and process development. *Food Technol.*, 42 (2): 72-78, 84.
- García, T. 2005. Optimización de la maduración del cambur manzano (*Musa sp(L). AAB*). Para uso industrial. *BIOAGRO*, 17 (1): 47 – 57.
- García, T. 2014. Optimización simultánea multirespuesta: un ejemplo en la agroindustria. Guía de estudio. Diseño de experimentos. Postgrado en Ingeniería agroindustrial UNELLEZ- San Carlos, Venezuela. 25 pág.
- Gutiérrez H., De la Vara R. (2008). Análisis y diseño de experimentos. México: McGraw-Hill. 343-524 p.
- Marinova D., Ribarova M., Atanasova M. 2005. Total phenolics and total flavonoids in bulgarian fruits and vegetables. *Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy*, 40(3):255-260.