



CYTAL-ALACCTA 2019
Buenos Aires, 20 – 22 noviembre 2019

EFFECTO DE LAS CONDICIONES DE DESHIDRATACIÓN SOBRE EL CONTENIDO DE POLIFENOLES Y LA ACTIVIDAD ANTIOXIDANTE DE PÉTALOS DE ROSAS

Sabrina Baibuch^{1,2,3}, Julieta Gabilondo⁴, Carmen Campos^{1,3}, Laura Malec²

¹ *Universidad de Buenos Aires, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Departamento de Industrias. Buenos Aires, Argentina.*

² *Universidad de Buenos Aires, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Departamento Química Orgánica. Buenos Aires, Argentina.*

³ *CONICET - Universidad de Buenos Aires, Instituto de Tecnología de Alimentos y Procesos Químicos (ITAPROQ). Buenos Aires, Argentina.*

⁴ *EEA INTA San Pedro. Ruta 9 km 170. Buenos Aires.*

E-mail: malec@qo.fcen.uba.ar

RESUMEN

Los pétalos de rosas poseen un elevado contenido de compuestos fenólicos, por lo que sus extractos podrían utilizarse como aditivos antioxidantes naturales en reemplazo de los sintéticos. Sin embargo, durante el secado de los mismos, parte de estos compuestos podrían degradarse. El objetivo de este trabajo fue evaluar la influencia de distintos métodos de deshidratación de pétalos de rosas sobre la retención de compuestos polifenólicos y de la actividad antioxidante. Se evaluó también el color de los polvos obtenidos ya que el mismo podría estar relacionado con el contenido de estos compuestos. Se utilizaron pétalos de rosas de los cultivares *Gran Gala* y *Traviata* (ambos de color rojo) en los que se ensayaron cinco tratamientos de secado: corriente de aire a 40 °C por 4,5 h, y a 65 °C por 1,3 h, microondas a 500 W por 10 min y a 700 W por 5 min y liofilización (48 h). A partir de los pétalos deshidratados, molidos y tamizados se realizó la extracción empleando como solvente etanol:agua (50:50), a 50 °C, durante 15 min con la asistencia de ultrasonido (275 W, 50/60 Hz). El contenido de polifenoles totales se determinó por el método de Folin-Ciocalteu. La evaluación de la actividad antioxidante se realizó a través de la reducción del radical 2,2-difenil-1-picrilhidracilo (DPPH). El color de los polvos deshidratados se evaluó con un colorímetro Konica Minolta CM-600D y los datos se registraron en el espacio CIELAB. Todas las extracciones se realizaron por duplicado y las determinaciones por triplicado. Pese a que la deshidratación por microondas permitió una alta retención de los compuestos bioactivos, se desestimó su aplicación ya que presentó limitaciones operativas y dificultades para obtener polvos con humedades homogéneas. El secado en estufa con corriente de aire a 40 °C fue descartado, ya que el contenido de fenoles totales en el cultivar *Traviata* (146 mg AG / g ms) y la actividad antioxidante en el cultivar *Gran Gala* (270 mg trolox / g ms) fueron significativamente menores ($p < 0,05$) a los obtenidos a partir de los otros métodos de deshidratación. Los dos métodos restantes, secado en estufa con corriente de aire a 65 °C y liofilización, sólo presentaron diferencias significativas entre sí en la actividad antioxidante en el cultivar *Gran Gala*, siendo mayor el valor para el método con corriente de aire a 65 °C (415 mg trolox / g ms). En cuanto a la retención del color, en el parámetro

a*, que se vincula con la proporción de rojo en la muestra, se registró un valor mayor en las muestras liofilizadas (24,4 para *Traviata* y 22,3 para *Gran Gala*). Debido a que las diferencias observadas entre liofilización y corriente de aire a 65 °C no son determinantes, se considera que ambos métodos resultarían adecuados, siendo el secado en corriente de aire más económico y disponible.

Palabras claves: pétalos de rosa, deshidratación, liofilización, polifenoles, actividad antioxidante.

1. Introducción

La oxidación de los lípidos es una de las reacciones de deterioro más comunes en los alimentos, causando cambios indeseables en sus características sensoriales y nutricionales, por lo que su prevención ha sido motivo de inquietud en la industria alimentaria. En la actualidad existe un creciente interés en la búsqueda, identificación y aislamiento de compuestos antioxidantes de origen natural para ser utilizados en la industria alimentaria, con el fin de disminuir la utilización de aditivos de origen sintético, cuya inocuidad ha sido cuestionada.

Los polifenoles tienen la capacidad de evitar o retardar la oxidación lipídica, mejorando la calidad y estabilidad de los alimentos (Maqsood y Benjakul, 2010; Ramful y col., 2011) y pueden encontrarse, además, en una gran variedad de alimentos vegetales. La capacidad antioxidante de estos compuestos está definida por su habilidad para atrapar radicales libres, donar átomos de hidrógeno o electrones y quelar iones metálicos (Peschel y col., 2006).

Las flores comestibles, constituyen una fuente importante de compuestos bioactivos. Entre los diferentes estudios realizados, los pétalos de rosa han demostrado contener elevados niveles de antioxidantes, particularmente polifenoles (Li y col., 2014; VanderJagt, 2002).

El género *Rosa* pertenece a la familia *Rosaceae*, está compuesta por más de cien especies de arbustos espinosos y floridos (American Rose Society, 2018). Los diferentes colores de los pétalos de rosa han sido atribuidos a la presencia de antocianinas y de otros compuestos fenólicos (Kumar y col., 2009; Schieber y col., 2005).

La región de San Pedro-Baradero es un centro importante de producción de plantas de vivero. El 77% de los viveros de San Pedro producen rosales, lo que representa el 16% de la superficie cultivada de los viveros (Hansen, 2007). Durante el tiempo que tarda la planta en llegar al tamaño de comercialización se producen varias

floraciones que son dejadas a campo, acumulándose en forma de desecho. Surge entonces la necesidad de reducir la cantidad de estos desechos y encontrar un adecuado y beneficioso empleo de las flores descartadas.

Para obtener los polifenoles así como otros compuestos con actividad antioxidante de los pétalos se puede realizar una extracción a partir del material deshidratado. Existen diversos métodos de deshidratación, siendo los más utilizados para este tipo de matrices alimentarias la liofilización y el secado en corriente de aire (Vinokur y col., 2006; Trinh, Choi y Bae, 2018; Fernandes y col., 2018). Las condiciones en las que se realiza la deshidratación, principalmente la temperatura a la que se somete el material, afecta la composición de la muestra obtenida (Liu, Sun y Gou, 2013). En la liofilización, debido a las bajas temperaturas utilizadas, se logra retener el color natural, no se produce encogimiento en las flores secadas (Siresha y Reddy, 2016). Durante el secado en corriente de aire caliente normalmente se utilizan temperaturas menores a 70°C, ya que el uso de altas temperaturas puede producir la degradación de los compuestos bioactivos de interés (Fernandes y col., 2018).

El objetivo del presente trabajo fue evaluar el efecto de diferentes métodos y condiciones de deshidratación sobre la retención de compuestos polifenólicos y de la actividad antioxidante en pétalos de rosas con el fin de escoger el procedimiento más adecuado para minimizar las pérdidas y optimizar su aprovechamiento. Se midió también el color de los polvos deshidratados ya que el mismo podría estar relacionado con el contenido de estos compuestos.

2. Materiales y métodos

2.1. Material

Se trabajó con dos cultivares de rosas (*Rosa sp.*) de coloración roja: *Traviata* y *Gran Gala*. En noviembre del año 2018 se cosecharon las flores que presentaban estado de apertura semejante cortando el tallo en forma manual en el vivero. Los racimos fueron transportados en conservadoras de telgopor hacia el lugar de secado. Allí se procedió a quitar manualmente los pétalos, tomando de cada cultivar 30 flores y 5 pétalos de cada flor, y se los colocó en los dispositivos preparados para cada procedimiento de secado.

2.2. Deshidratación de las muestras

Se seleccionaron los siguientes tratamientos comúnmente utilizados para la deshidratación de alimentos. Las condiciones se seleccionaron en base a ensayos realizados previamente en el laboratorio para obtener contenidos finales de humedad entre 5 y 10%.

- Liofilización: se conservaron a $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 48 h y luego fueron colocados en un liofilizador Martin Christ Alpha 1-4 LD (Martin Christ, Alemania) por 48 h.
- Secado en estufa con corriente de aire caliente Edgware-Middlesex M008H104 (Edgware- Middlesex, Inglaterra) en dos condiciones de temperatura y tiempo: $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 4,5 h y a $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 1,3 h. Los pétalos se ubicaron en una caja construida con paredes de rejilla metálica que permitía mantener a los pétalos confinados mientras circulaba el aire caliente.
- Microondas Frigidaire MF28 (Frigidaire, USA): los pétalos fueron colocados, evitando su superposición, en canastos confeccionados con malla plástica. Se emplearon dos condiciones de potencia y tiempo: 500 W, 10 min y 700 W, 5 min.

Una vez deshidratados, los pétalos se molieron con un molinillo, y se pasaron por un tamiz de malla n°20 A.S.T.M. y se almacenaron a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta su posterior análisis.

2.3. Humedad

Secado en estufa de vacío a $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta peso constante según el método A.O.A.C. 920.151 (1990).

2.4. Preparación de los extractos

Los pétalos deshidratados se extrajeron con etanol 50 % (v/v) en un baño de agua a $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 15 min con asistencia de ultrasonido (275 W, 50/60 Hz.), se centrifugó por 15 minutos a 8500 rpm y el sobrenadante se separó por filtración. Se repitió luego la extracción y se juntaron los sobrenadantes, llevando a volumen con el mismo solvente. Todas las extracciones fueron realizadas por duplicado.

2.5. Determinación de polifenoles totales

Se determinó por el método de Singleton y Rossi (1965) con algunas modificaciones. A 250 μl del extracto diluido se le agregaron 4 ml de agua bidestilada y 250 μl del reactivo de Folin-Ciocalteu. Luego de 3 minutos a temperatura ambiente, se incorporaron 500 μl de Na_2CO_3 1 N. Se mantuvo por 120 min a temperatura ambiente y se leyó la absorbancia a 750 nm en espectrofotómetro Perkin Elmer, UV/Vis Lambda 25 (Pekin Elmer, USA). Los resultados fueron expresados como mg

ácido gálico (AG) / g muestra seca (ms). Las determinaciones fueron realizadas por triplicado.

2.6. Determinación de capacidad antioxidante

Se determinó mediante la reducción del radical DPPH· (Brand-Williams, Cuvelier y Berset, 1995). A 400 µl de extracto diluido se le agregaron 3,6 ml de solución de DPPH· 0,1 mM. Se mantuvo en oscuridad durante 30 min a temperatura ambiente y se leyó la absorbancia a 517 nm.

Los resultados fueron expresados como mg trolox/ g muestra seca (ms). Las determinaciones fueron realizadas por triplicado.

2.7. Medición del color

Se colocó la muestra deshidratada en un dispositivo con pequeños recipientes que permitieron contener el polvo, en donde se midió el color con un colorímetro Konica Minolta CM-600D y se registraron los parámetros L*, a* y b* en el espacio CIELAB. Los valores informados son el promedio de tres capturas.

2.8. Análisis estadístico

Los datos experimentales se analizaron mediante análisis de varianza (ANOVA) con el Software InfoStat (Universidad de Córdoba). A posteriori, se utilizó el test de Tukey para realizar comparaciones múltiples. Se consideró significativa toda probabilidad de error menor que el 5% ($\alpha=0,05$).

3. Resultados y discusión

3.1. Polifenoles totales y actividad antioxidante en los extractos

Los distintos métodos de deshidratación fueron evaluados a partir de la cantidad de polifenoles y de la actividad antioxidante obtenida en los extractos (Tabla 1 y Tabla 2). A pesar de que se observaron diferencias significativas entre algunos tratamientos, tanto en los contenidos de polifenoles totales como en la actividad antioxidante, estas diferencias no se consideraron lo suficientemente relevantes como para poder decidir cuál método resultó más efectivo para retener los compuestos antioxidantes. Sin embargo, se descartó el secado con corriente de aire a 40 °C, ya que el contenido de fenoles totales en el cultivar *Traviata* y la actividad antioxidante en el cultivar *Gran Gala* fueron significativamente menores ($p<0,05$).

Por otro lado, el secado en microondas presentó dificultades operativas, ya que surgieron inconvenientes para conseguir polvos con humedades homogéneas y, debido al espacio limitado del equipo, fue necesario realizar el proceso en varias

etapas para poder deshidratar la cantidad de pétalos necesarios. Por lo tanto, se decidió desestimar este método de deshidratación por la imposibilidad de implementarlo en futuras aplicaciones a nivel piloto o industrial. Los dos métodos restantes, secado en estufa con corriente de aire a 65 °C y liofilización, sólo presentaron diferencias significativas entre sí en la actividad antioxidante en el cultivar Gran Gala siendo mayor el valor para el método con corriente de aire a 65 °C.

Tabla 1. Polifenoles totales en mg AG / g ms en los cultivares *Traviata* y *Gran Gala* (*G. gala*) para los cinco métodos ensayados: estufa con corriente de aire a 40 °C y 65 °C, liofilización y microondas (MO) a potencias 500 W y 700 W.

	Aire 40 °C	Aire 65 °C	Liofilización	MO 500 W	MO 700 W
<i>Traviata</i>	146 ^a ± 6	184 ^b ± 8	192 ^b ± 4	175 ^b ± 17	187 ^b ± 19
<i>G. Gala</i>	139 ^a ± 5	151 ^{ab} ± 8	145 ^a ± 4	165 ^{bc} ± 19	172 ^c ± 6

Los valores se informan con desviación estándar de seis réplicas independientes. Letras distintas en la misma fila indican diferencias significativas entre tratamientos ($p < 0,05$).

Tabla 2. Actividad antioxidante en mg trolox / g ms en los cultivares *Traviata* y *G. Gala* para los cinco métodos ensayados: estufa con corriente de aire a 40 °C y 65 °C, liofilización y microondas a potencias 500 W y 700 W.

	Aire 40 °C	Aire 65 °C	Liofilización	MO 500 W	MO 700 W
<i>Traviata</i>	420 ^a ± 13	411 ^a ± 12	425 ^a ± 10	412 ^a ± 32	436 ^a ± 23
<i>G. Gala</i>	270 ^a ± 19	415 ^{c,d} ± 8	381 ^b ± 21	427 ^d ± 13	389 ^{b,c} ± 20

Los valores se informan con desviación estándar de seis réplicas independientes. Letras distintas indican en la misma fila diferencias significativas entre tratamientos ($p < 0,05$).

3.2. Evaluación del color de la muestra deshidratada y molida

Siendo las diferencias observadas en el contenido de polifenoles y la actividad antioxidante entre los tratamientos (estufa a 65 °C o liofilización), no resultaron un criterio suficiente para la elección del método de secado, se evaluó además la retención del color de la muestra deshidratada. Para esto se analizó el parámetro a^* , que es el que caracteriza la proporción de rojo en la muestra. La liofilización fue el método que logró la mejor retención de color ya que presentó los valores más elevados para los dos cultivares (Figura 1).

Teniendo en cuenta que el color estaría relacionado con la concentración de antocianinas, resultaría de interés analizar su contenido en las muestras para así complementar los resultados obtenidos y evaluar si el contenido de estos compuestos podría incidir en la actividad antioxidante y el contenido de fenoles totales de los pétalos y, por lo tanto, influir en la elección del método.

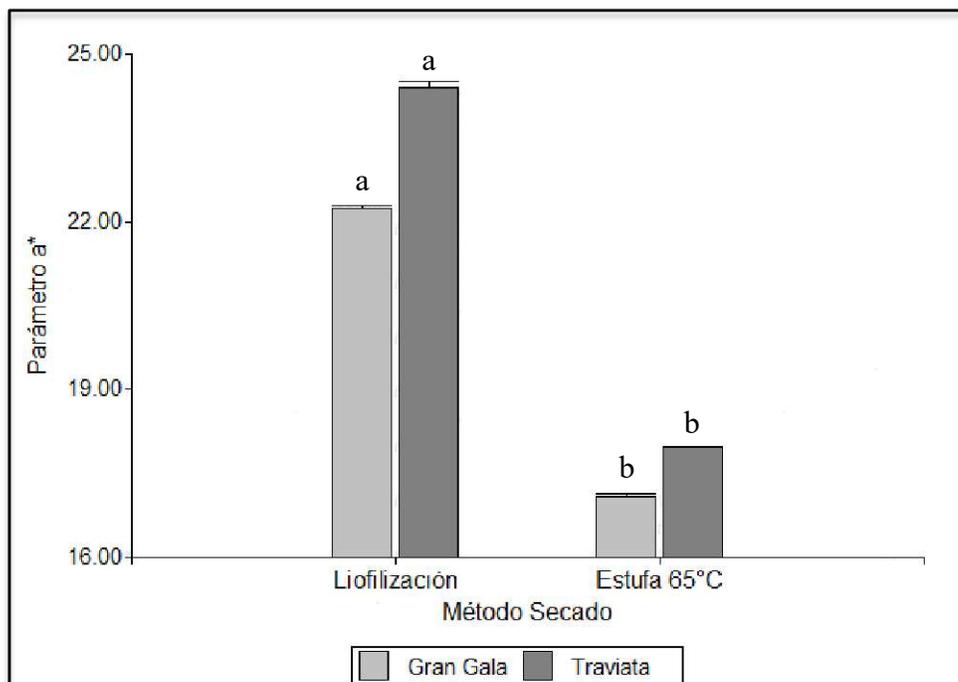


Figura 1: Valores del parámetro colorimétrico a* en los cultivares *Traviata* y *G. Gala* deshidratados por liofilización y en estufa a 65 °C. Letras distintas en el mismo cultivar indican diferencias significativas entre tratamientos ($p < 0,05$).

4. Conclusiones

Las únicas diferencias significativas observadas entre los métodos de deshidratación por liofilización y secado con corriente de aire a 65 °C fueron la mayor actividad antioxidante registrada en los pétalos del cultivar Gran Gala secados en estufa y la mejor retención del color lograda por liofilización. Por lo tanto, se estima que estos resultados no resultan concluyentes para decidir entre estos dos métodos y que ambos podrían considerarse adecuados para optimizar el aprovechamiento de los compuestos antioxidantes a partir de los pétalos.

Cabe destacar que el método de secado con corriente de aire requiere menor inversión inicial y menor costo de mantenimiento, por lo que, desde el punto de vista económico, resultaría más conveniente que la liofilización.

5. Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo económico de la Universidad de Buenos Aires, del Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas de la República Argentina y a Adolfo Heguiabeheri de la Estación Experimental Agropecuaria INTA San Pedro por haber colaborado con la cosecha y el traslado de las muestras.

6. Referencias

- American Rose Society Handbook for Selecting Roses. <https://www.rose.org/single-post/2018/06/11/Rose-Classifications>. Consultado Agosto 2019.
- A.O.A.C., Association of the Official Analytical Chemists (1990). Official Methods of the Association of the Official Analytical Chemists. 15th Edición. Arlington, Virginia, USA.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M.E. Berset, C. (1995). Use of free radical method to evaluate antioxidant activity. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie*, 28, 25-30.
- Fernandes, L., Saraiva, J.A., Pereira, J.A., Casal, S., Ramalhosa, E. (2018). Post-harvest technologies applied to edible flowers: a review. *Food Reviews International*, 35 (2), 132-154.
- Hansen L. (2007). Caracterización de los viveros de la zona de San Pedro (Buenos Aires). https://inta.gob.ar/sites/default/files/script-tmp-lh_0802.pdf Acceso: agosto 2018.
- Kumar, N., Bhandari, P., Singh, B., Bari.S.(2009). Antioxidant activity and ultra-performance LC-electrospray ionization-quadrupole-mass spectrometry for phenolics-based fingerprints of Rose species: *Rosa damascena*, *Rosa bourboniana* and *Rosa brunonii*. *Food and Chemical Toxicology*, 47 (2), 361-367.
- Li, A-N., Li, S., Li, H-B., Xu, D-P., Xu, X-R., Chen, F. (2014). Total phenolic contents and antioxidant capacities of 51 edible and wild flowers. *Journal of Functional Foods*, 6, 319-330.
- Liu, G., Sun, Y., Gou, H. (2013). Thermal degradation of anthocyanins and its impact on in vitro antioxidant capacity of downy rose-myrtle juice. *Journal of Food, Agriculture, and Environment*, 11 (1), 110-114.
- Maqsood, S., Benjakul, S. (2010). Comparative studies of four different phenolic compounds on in vitro antioxidative activity and the preventive effect on lipid oxidation of fish oil emulsion and fish mince. *Food Chemistry*, 119 (1), 123-132.
- Peschel, W., Sánchez-Rabaneda, F., Diekmann, W., Plescher, A., Gartzía, I., Jiménez, D., Lamuela-Raventós, R., Buxaderas, S., Codina, C. (2006). An industrial approach in the search of natural antioxidants from vegetable and fruit wastes. *Food Chemistry*, 97, 137-150.
- Pires, T.C.S.P., Dias, M.I., Barros, L., Calhella, R.C., Alves, M.J., Oliveira, M.B.P.P., Santos-Buelga, C., Ferreira, I.C.F.R. (2018). Edible flowers as sources of phenolic compounds with bioactive potential. *Food Research International*, 105, 580-588.
- Ramful, D., Aumjaud, B., Neergheen, V.S., Soobrattee, M.A., Googoolye, K, Aruoma, O.I., Bahorun, T.(2011). Polyphenolic content and antioxidant activity of *Eugenia pollicina* leaf extract in vitro and in model emulsion systems. *Food Research International*, 44 (5), 1190-1196.
- Schieber, A., Mihalev, K., Bernardini, N., Mollov, P., Carle, R. (2005). Flavonol glycosides from distilled petals of *Rosa damascena* Mill. *Zeitschrift für Naturforschung C*, 60, 379-384.
- Singleton, V.L., Rossi, J.A. (1965). Colorimetry of Total Phenolics with Phosphomolybdic-Phosphotungstic Acid Reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16, 144-158.
- Siresha, M., Reddy M.V. (2016). Effect of Lyophilization Technology on Dried Carnation Flower. *Journal of Krishi Vigyan*, 5(1), 34-40.

Trinh, L., Choi, Y., Bae, H. (2018). Production of phenolic compounds and biosugars from flower resources via several extraction processes. *Industrial Crops and Products*, 125, 261-268.

VanderJagt, T.J., Ghattas, R., VanderJagt, D.J., Crossey, M., Glew, R.H. (2002). Comparison of the total antioxidant content of 30 widely used medicinal plants of New Mexico. *Life Science*, 70, 1035-1040.

Vinokur, Y., Rodov, V., Reznick, N., Goldman, G., Horev, B., Umiel, N., Friedmsn, H. (2006). Rose Petal Tea as an Antioxidant-rich Beverage: Cultivar Effects. *Journal of food science*, 71 (1).