



**Universitat**  
de les Illes Balears

# CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL CAFÉ OBTENIDO A PARTIR DE HIGO (*Ficus carica*). FIBRA ALIMENTARIA Y ANTIOXIDANTES

MARIA DEL CARME MOLINAS SASTRE

**Memoria del Trabajo de Fin de Máster**

Máster Universitario en Ciencia y Tecnología Química  
de la  
UNIVERSITAT DE LES ILLES BALEARS

Curso Académico 2018/2019

*Fecha:* 25 de julio 2019

*Nombre Tutor del Trabajo:* Antoni Femenia Marroig

## GRÀCIES

En primer lloc, al meu director, Dr. Antoni Femenia, per deixar-me treballar baix la seva direcció i per la confiança donada.

Al Sr. Montserrat Pons i Boscana, propietari i responsable del Camp d'Experimentació de Son Mut Nou, per fer possible la realització d'aquest projecte.

Al Fons Social Europeu i al Programa SOIB-Joves Qualificats, els quals m'han donat l'oportunitat de poder gaudir de l'experiència de la investigació.

A les Dra. Carmen Rosselló, Dra. Susana Simal i Dra. Valeria Eim, per compartir els seus coneixements amb mi i a la resta de companys del Grup d'Enginyera Agroalimentària de la Universitat de les Illes Balears, Espe, Moni, Tineta, Bea, Gus, Raúl, per la vostra gran amistat, per ajudar-me sempre que ho he necessitat i per la paciència en els pitjors moments.

A Marco, por trabajar codo a codo conmigo durante su estancia.

Al meu company de vida, per animar-me i donar-me suport constantment i aguantar els moments de nervis i preocupacions.

I per acabar, a la meva família, en especial la meva mare i la meva germana, per estimar-me i donar-me coratge per aconseguir els meus reptes.

## GRÀCIES

## Contenido

<b>RESUMEN</b> .....	8
<b>1. INTRODUCCIÓN</b> .....	8
<b>1.1. Café convencional</b> .....	8
<b>1.1.1. Proceso de obtención</b> .....	8
<b>1.1.2. Composición fisicoquímica del café convencional: la cafeína</b> .....	9
<b>1.2. Café obtenido a partir de higo</b> .....	10
<b>1.3. Compuestos bioactivos de interés</b> .....	11
<b>1.3.1. Fibra alimentaria</b> .....	12
<b>1.3.2. Antioxidantes</b> .....	15
<b>1.3.2.1. Compuestos antioxidantes</b> .....	15
<b>1.3.2.2. Capacidad antioxidante</b> .....	16
<b>2. OBJETIVOS</b> .....	19
<b>3. MATERIALES Y MÉTODOS</b> .....	20
<b>3.1. Materia prima</b> .....	20
<b>3.1.1. Comparación con otras tipologías de café</b> .....	20
<b>3.2. Caracterización fisicoquímica</b> .....	21
<b>3.2.1. Humedad</b> .....	21
<b>3.2.2. Actividad de agua</b> .....	21
<b>3.2.3. pH</b> .....	21
<b>3.2.4. Acidez titulable</b> .....	22
<b>3.2.5. Color</b> .....	22
<b>3.2.6. Azúcares solubles</b> .....	22
<b>3.2.7. Proteínas</b> .....	22
<b>3.2.8. Lípidos</b> .....	22
<b>3.3. Fibra alimentaria</b> .....	23
<b>3.3.1. AIRs</b> .....	23
<b>3.3.2. Análisis de monosacáridos</b> .....	23
<b>3.3.3. Extracción secuencial de pectinas</b> .....	25
<b>3.3.4. Propiedades funcionales</b> .....	27
<b>3.4. Antioxidantes</b> .....	27
<b>3.4.1. Compuestos antioxidantes</b> .....	27
<b>3.4.2. Capacidad antioxidante</b> .....	28
<b>3.5. Tratamiento estadístico</b> .....	30
<b>4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b> .....	31

<b>4.1. Caracterización fisicoquímica</b> .....	31
<b>4.1.1. Humedad</b> .....	31
<b>4.1.2. Actividad de agua</b> .....	32
<b>4.1.3. pH</b> .....	33
<b>4.1.4. Acidez titulable</b> .....	33
<b>4.1.5. Color</b> .....	34
<b>4.1.6. Azúcares solubles</b> .....	35
<b>4.1.7. Proteínas</b> .....	36
<b>4.1.8. Lípidos</b> .....	36
<b>4.2. Fibra alimentaria</b> .....	37
<b>4.2.1. Contenido en fibra alimentaria</b> .....	37
<b>4.2.2. Composición de azúcares neutros y ácidos urónicos</b> .....	38
<b>4.2.3. Composición de polisacáridos</b> .....	40
<b>4.2.4. Extracción secuencial de pectinas en cafés de higo</b> .....	41
<b>4.2.5. Propiedades funcionales</b> .....	44
<b>4.3. Propiedades antioxidantes</b> .....	46
<b>4.3.1. Compuestos antioxidantes</b> .....	46
<b>4.3.2. Capacidad antioxidante</b> .....	48
<b>4.3.3. Correlación entre compuestos y capacidad antioxidante</b> .....	49
<b>5. CONCLUSIONES</b> .....	51
<b>6. NOMENCLATURA</b> .....	52
<b>7. BIBLIOGRAFÍA</b> .....	53

## Índice de tablas

<b>Tabla 1:</b> Contenido en humedad y actividad de agua para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos .....	32
<b>Tabla 2:</b> pH y acidez de las muestras de café de higo y de las muestras comerciales de café o sucedáneos.....	33
<b>Tabla 3:</b> Parámetros de color de las muestras de café de higo y de las muestras comerciales de café o sucedáneos .....	34
<b>Tabla 4:</b> Contenido en azúcares solubles, proteína y lípidos para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos.....	36
<b>Tabla 5:</b> Contenido en fibra alimentaria para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos .....	38
<b>Tabla 6:</b> Composición de azúcares expresada en % molar para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos.....	39
<b>Tabla 7:</b> Contenido de pectinas, hemicelulosas y celulosa para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos.....	40
<b>Tabla 8:</b> Extracción secuencial de pectinas. Rendimiento de la extracción, grado de metilesterificación y composición de azúcares neutros y ácidos urónicos expresada en % molar para las muestras de café de higo .....	42
<b>Tabla 9:</b> Linealidad, número de cadenas y longitud de las cadenas laterales para las muestras de café de higo .....	44
<b>Tabla 10:</b> Propiedades funcionales para las muestras de café de higo .....	45
<b>Tabla 11:</b> Contenido de polifenoles totales y flavonoides para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos.....	47
<b>Tabla 12:</b> Capacidad antioxidante para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos .....	49
<b>Tabla 13:</b> Coeficientes de correlación de Pearson. Métodos analíticos de determinación de la capacidad antioxidante y compuestos fenólicos.....	50

## Índice de figuras

<b>Figura 1:</b> Café de higo elaborado a partir de higos frescos.....	11
<b>Figura 2:</b> Modelo estructural para la pared celular primaria de las plantas .....	13
<b>Figura 3:</b> Principio químico del método ABTS. ....	17
<b>Figura 4:</b> Principio químico del método CUPRAC. ....	18
<b>Figura 5:</b> Principio químico del método DPPH. ....	18
<b>Figura 6:</b> Principio químico del método FRAP. ....	18
<b>Figura 7:</b> Proceso de producción del café obtenido a base de higo.....	20
<b>Figura 8:</b> Café de higo en horno eléctrico (izquierda) y café de higo en horno de leña (derecha) .....	20
<b>Figura 9:</b> Cafés comerciales. Café convencional, café de malta, café de achicoria y café de mezcla de achicoria, cereales e higos.....	21
<b>Figura 10:</b> Proceso de extracción secuencial de pectinas.....	25
<b>Figura 11:</b> Linealidad, cantidad de cadenas y longitud de cadenas laterales de las pectinas .....	26

## RESUMEN

El higo (*Ficus carica* L.) es uno de los frutos más apreciados de la Dieta Mediterránea por sus propiedades nutricionales y organolépticas, no obstante, la corta duración de su vida útil en estado fresco induce a la búsqueda de nuevas alternativas que permitan el consumo de este apreciado fruto. En este contexto, en este trabajo se presenta la caracterización de un producto innovador y único, elaborado a partir de variedades autóctonas de higo de las Illes Balears: café obtenido en un 100% a partir de higos.

El objetivo principal de este trabajo es caracterizar el café de higo obtenido mediante dos modalidades de tostado: en horno eléctrico y en horno de leña. Para alcanzar este objetivo se ha llevado a cabo inicialmente una caracterización fisicoquímica general, seguida por un estudio exhaustivo de la fibra alimentaria, así como de los compuestos y de la actividad antioxidante de las dos tipologías de café de higo. Además, estas muestras se han comparado con cuatro variedades comerciales de café de distinto origen: café convencional, café de malta, café de achicoria y café elaborado a partir de una mezcla de achicoria, trigo e higos.

Mediante el estudio de las propiedades fisicoquímicas se pudo observar que se trata de un producto con una estabilidad aceptable, como indican los resultados obtenidos relacionados con los parámetros de humedad, actividad de agua y pH. Asimismo, se pudo deducir que se trata de un producto cuya composición destaca por una importante presencia de azúcares solubles, seguida por un elevado porcentaje de fibra alimentaria y un bajo contenido de lípidos.

Respecto al análisis de la fibra alimentaria, es importante destacar que el café de higo producido en horno de leña presentó un contenido en fibra alimentaria superior al del café de higo producido en horno eléctrico, hecho que puede estar relacionado con las elevadas temperaturas alcanzadas en la fase de tostado. Por otra parte, ambas tipologías de café de higo se caracterizaron por una elevada presencia de pectinas, formadas principalmente por ácido galacturónico, y por presentar valores importantes correspondientes a las propiedades funcionales relacionadas con la hidratación, como son el hinchamiento y la capacidad de retención de agua, ambas ligadas a la fibra alimentaria.

Finalmente, el café de higo presentó un alto contenido en compuestos polifenólicos, además de una elevada capacidad antioxidante, siendo estos valores superiores para el café de higo elaborado en horno eléctrico en comparación con el café de higo elaborado en horno de leña, lo cual es probablemente debido a las reacciones que se desencadenan durante la etapa de tostado.

En definitiva, se puede concluir que el café obtenido a partir de higo podría ser una alternativa viable al café convencional, dada la ausencia de cafeína, y sobre todo, por las buenas propiedades nutricionales que presenta. En particular, cabe señalar su elevado contenido en fibra alimentaria de calidad, así como destacar sus buenas propiedades antioxidantes.

## 1. INTRODUCCIÓN

### 1.1. Café convencional

El café, al cual denominamos en este estudio café convencional, es la bebida más consumida y extendida en el mundo. Su consumo supera los 400 billones de tazas anuales y se remonta desde hace más de 1000 años (Mussatto et al., 2011; Sezer et al., 2018). El café convencional es considerado un producto de elevada calidad, con frecuencia comparado con productos tan apreciados como el vino. De hecho, el acto de tomar café posee un significado que va más allá de la consumición de una bebida; se trata de un placer, una experiencia, un estilo de vida y un estatus social (Samoggia & Riedel, 2018).

Existen distintas variedades de café convencional, siendo la variedad arábica, caracterizada por la intensidad de su sabor y de su aroma, la que mayor producción mundial presenta, entre un 59 y un 66 % del total de la producción. Este tipo de café tiene como principal competidor el café obtenido de la variedad robusta, siendo la mayoría de los productos comerciales mezclas de ambas variedades de café (di Donfrancesco et al, 2018).

#### 1.1.1. Proceso de obtención

El café convencional proviene de un fruto, denominado de forma común como “cereza”, el cual puede ser procesado bien mediante un método seco, o bien mediante un método húmedo. El método seco se inicia con un proceso de secado de los granos al sol durante 10-20 días para, posteriormente, extraer su cáscara exterior de forma mecánica. A continuación, se retira el resto de la cáscara (piel, pulpa, mucílago y pergamino) juntamente con la mayor cantidad posible de piel plateada (Janissen & Huynh, 2018).

El proceso húmedo consiste en la introducción de los granos de café en agua con la finalidad de separar los granos que presentan un estado de maduración óptimo, los cuales son muy densos y no presentan flotabilidad en el agua. La capa exterior y la parte del mucílago de los frutos maduros se separa de forma mecánica mediante la presión ejercida en el fruto por una criba. En el siguiente paso se retira el mucílago, bien mediante fermentación, durante 12-48 h, y posterior lavado, o bien mediante eliminación con agua. En la etapa de fermentación, el mucílago se hidroliza mediante los enzimas de los tejidos del café y de los microorganismos que se encuentran en la piel del fruto. Finalmente, se retira el pergamino de los frutos mediante los procesos de secado y descascarado (Esquivel & Jiménez, 2012).

A continuación, se lleva a cabo el proceso de tostado del café verde, el cual se puede dividir en tres pasos: secado, tostado o pirólisis y enfriamiento. El primer paso se caracteriza por una disminución de la cantidad de agua y sustancias volátiles. En ese paso también ocurre un cambio de color de los granos de café de verdes a amarillos. En el segundo paso tienen lugar las reacciones de pirólisis, mediante las cuales se dan cambios considerables en las propiedades físicas y químicas de los granos. En este paso de tostado, el café es sometido a una alta temperatura, donde el CO<sub>2</sub>, el agua y las sustancias volátiles se liberan. Es en esta etapa donde los granos pasan a ser de color marrón debido a la



caramelización de los azúcares provocada por las reacciones de Maillard. Se trata del paso fundamental, dado que determina las principales características organolépticas del café, en particular el aroma, el color, el sabor y la textura, así como el desarrollo de la capacidad antioxidante, influenciado en gran medida por los parámetros de tiempo y temperatura (Esquivel & Jiménez, 2012; Wang & Lim, 2015; Lee et al., 2017).

Sin embargo, durante esta etapa también pueden formarse moléculas no deseadas, entre ellas, la acrilamida (Gökmen & Anese, 2016). La acrilamida, 2-propenamida, fue etiquetada como molécula potencialmente carcinogénica por la Agencia Internacional de Investigación sobre el Cáncer en el año 2002. Es conocido que el café puede ser una fuente importante de acrilamida, constituyendo hasta un tercio de la ingesta total de acrilamida. El mecanismo de reacción no está del todo determinado, pero se cree que es una reacción entre la asparagina y los carbohidratos o los carbonilos que se encuentran en el café o derivados. La formación de la acrilamida empieza rápidamente al inicio del proceso de tostado y decrece ligeramente después de alcanzar su nivel máximo debido a que la velocidad de degradación supera a la velocidad de formación. La acrilamida es altamente soluble en agua, por lo que se transfiere fácilmente del polvo de café a la bebida.

El contenido de acrilamida difiere en función de la naturaleza de los granos de café, el grado de tostado y las condiciones de almacenaje de este, aunque en café convencional se encuentra entre 35 y 540 ng/g (Alves et al., 2010). La Recomendación 2013/647/EU estableció niveles máximos de acrilamida en café convencional de 450 ng/g en el caso de café natural, 900 ng/g para café instantáneo, 2000 ng/g para sustitutos del café basados en cereales y 4000 ng/g para otros sustitutos o sucedáneos del café.

### **1.1.2. Composición fisicoquímica del café convencional: la cafeína**

El café convencional tostado está compuesto principalmente por carbohidratos (38-42% base seca), melanoidinas (23%), lípidos (11-17%), proteínas (10%), minerales (4.5-4.7%), ácido clorogénico (2.7-3.1%), ácidos alifáticos (2.4-2.5%) y cafeína (1.3-2.4%) (Esquivel & Jiménez, 2012).

Aunque esté en baja proporción, el componente que más destaca por su interés en el café convencional es la 1,3,7-trimetilxantina, conocida comúnmente como cafeína. Este compuesto alcalino es la sustancia farmacológicamente activa más consumida en el mundo. Su principal efecto se basa en bloquear los receptores de adenosina, al tener una estructura similar a ésta y actuar como un receptor competitivo antagonista (Gaspar & Ramos, 2016).

La cafeína presenta efectos positivos para la salud, como una disminución del riesgo de obesidad y diabetes mellitus tipo II, una reducción de los síntomas del párkinson y un retraso en el inicio de la enfermedad del Alzheimer. Además, otro componente importante del café, el ácido clorogénico, se caracteriza por ser hepatoprotector, antioxidante y anticancerígeno (Janissen & Huynh, 2018).

La dosis de cafeína mediana por café (150 ml) es de unos 85 mg y su concentración máxima en sangre se encuentra después de 60-90 minutos de su ingesta. Los efectos de

la cafeína dependen de múltiples factores, como la dosis, la respuesta individual o el peso corporal del individuo.

Sin embargo, una ingesta diaria de 500-600 mg/día (6-7 tazas de café) son suficientes para presentar un riesgo importante para la salud, siendo algunos de los posibles efectos insomnio, ansiedad, irritabilidad, excitación, temblor muscular, intranquilidad, dolor de cabeza, trastornos sensoriales y desordenes cardiovasculares y gastrointestinales. Además, el consumo de mayores dosis de cafeína puede provocar náuseas, estado de nerviosismo extremo y convulsiones epilépticas (Gaspar & Ramos, 2016; Aronson, 2016).

El consumo de la cafeína no está recomendado para niños ni para mujeres durante el embarazo, al tener la capacidad de producir arritmias en el neonato. La alternativa sin cafeína del café convencional, el café descafeinado, mantiene el sabor del café, pero sin los efectos de la cafeína. Sin embargo, este tipo de café se obtiene mediante la extracción de la cafeína mediante disolventes, generalmente acetato de etilo, el cual, además de eliminar la cafeína también puede eliminar otros componentes característicos del café, como por ejemplo compuestos de naturaleza lipídica (Gaspar & Ramos, 2016).

En este contexto, existen en el mercado una variedad de productos libres de cafeína y con buenas características nutricionales que se presentan como substitutos del café convencional, algunos de los cuales son objeto de análisis comparativo en este estudio; en concreto, el café de malta, el café de achicoria y el café mezcla de achicoria, trigo e higos. Otra alternativa al café convencional libre de cafeína es el producto que se presenta en este trabajo, un producto innovador como es el café obtenido en un 100% a partir de higos.

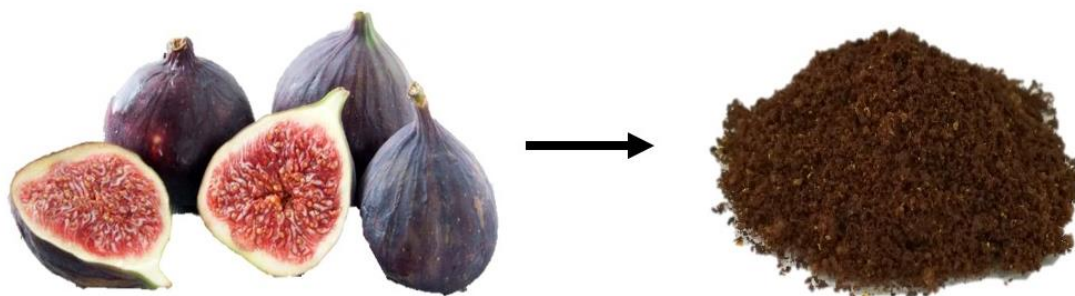
## 1.2. Café obtenido a partir de higos

Las higueras fueron uno de los primeros árboles frutales cultivados en el mundo y su fruto, uno de los mayor consumidos, tanto en estado fresco como deshidratado. La región del Este del Mediterráneo se considera como el lugar de origen de los higos (*Ficus carica* L.), desde donde su cultivo llegó a expandirse a lo largo de toda el área Mediterránea. Su producción mundial supera el millón de toneladas anuales, siendo Turquía el principal país productor (con un 27% de la producción mundial), seguido de Egipto, Irán y los países del Mediterráneo, siendo España un productor importante (Ercisli et al., 2012).

Sin embargo, el consumo de este fruto en estado fresco es bastante reducido, debido por una parte a su elevado precio, y por otra, al limitado conocimiento de sus características nutricionales y organolépticas. De ahí que un importante porcentaje de la producción total del fruto es desaprovechada a lo largo de la cadena alimentaria (Sedaghat & Rahemi, 2018). Además, el corto periodo de vida útil de los higos (entre 6 y 9 días) dificulta el consumo de gran parte de la producción, haciendo necesaria la búsqueda de alternativas en forma de productos derivados del higo, los cuales presenten un período de vida útil más prolongado.

Una de las formas de conservación más extendidas es el secado y la obtención de higos deshidratados. Otras alternativas válidas para el aprovechamiento de este fruto es la elaboración de distintos productos, como el pan de higo, la mermelada, los higos en almíbar, etc.

En este trabajo se presenta una nueva alternativa para el aprovechamiento de este fruto. Se trata de un producto innovador denominado café de higo, dado que el proceso aplicado para su producción está basado en su totalidad al que se utiliza para la producción del café convencional (**Figura 1**).



*Figura 1: Café de higo elaborado a partir de higos frescos*

El café de higo, objeto de estudio en este trabajo, se ha elaborado en el Campo de Experimentación de Son Mut Nou (Llucmajor, Mallorca) y se presenta como alternativa al café convencional, destacando como uno de los rasgos diferenciadores, la total ausencia de cafeína. Se trata de un producto pionero e innovador, no solo en las Islas Baleares, producido a partir de variedades de higo autóctonas. Cabe destacar que no se tiene constancia de su producción a nivel comercial en ningún otro lugar del mundo.

### **1.3. Compuestos bioactivos de interés**

El higo se caracteriza por presentar numerosos compuestos bioactivos de gran interés, entre estos cabe destacar tanto la fibra alimentaria como los compuestos fenólicos, los cuales se han usado en el campo de la medicina durante años debido a sus propiedades antiespasmódicas, antitumorales, antiinflamatorias y antioxidantes (Mopuri et al., 2018; Sedaghat & Rahemi, 2018).

Según Bauzà (2016) el agua supone el 66% de la composición del fruto. El segundo componente mayoritario son los hidratos de carbono, formando aproximadamente el 71% del fruto en base seca, de los cuales entre un 9 y un 14% se corresponden a la fibra alimentaria. El resto de la composición del fruto se debe a la proteína (8.5%), las grasas (<1.5%) y cantidades menores, pero no menos importantes, de polifenoles, vitaminas (B1, B2, B12 y C), elementos minerales, ácidos orgánicos y carotenoides (Sadia et al., 2014; Sedaghat & Rahemi, 2018). Los higos se caracterizan, por tanto, por ser una fuente importante de minerales y vitaminas, libres de sodio y colesterol y ricos en fibra y compuestos antioxidantes (Arvaniti et al., 2019).

### 1.3.1. Fibra alimentaria

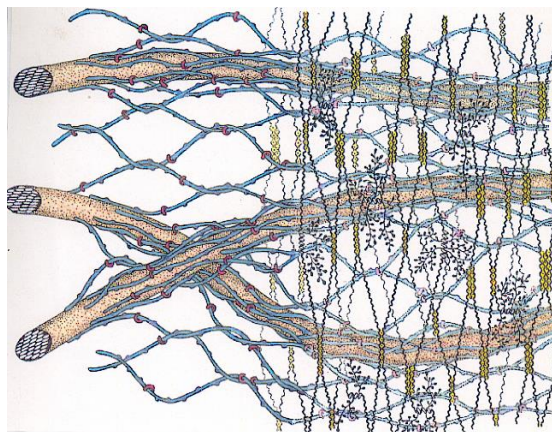
La fibra alimentaria o dietética se define como el conjunto de polisacáridos libres de almidón, lignina y sustancias químicas asociadas, presentes en la pared celular de las plantas y resistentes a la hidrólisis enzimática a nivel gastrointestinal (DeVries, 2004).

La fibra alimentaria presenta un origen exclusivamente vegetal, siendo los cereales, las frutas, las legumbres y las hortalizas las principales fuentes naturales de fibra alimentaria en la dieta. Sin embargo, la concentración y la naturaleza de la fibra alimentaria difiere notablemente de un alimento a otro: mientras que los cereales son la fuente principal de celulosa y hemicelulosas, las frutas y hortalizas lo son mayoritariamente de pectinas (Elleuch et al., 2011). En general, la fibra alimentaria procedente de frutas y hortalizas presenta una mejor calidad nutricional que la que se obtiene a partir de los cereales debido a la mayor proporción de fibra soluble y, consecuentemente, a una mayor ratio fibra soluble/fibra insoluble, a un mayor contenido de fibra total sobre extracto seco, mejores propiedades funcionales y mayor presencia de una gran cantidad de compuestos bioactivos asociados (Marín et al., 2007).

Los higos destacan por su alto contenido en fibra alimentaria. Según Bauzà (2016), después de analizar 14 variedades de higo autóctonas de las Islas Baleares, observó como el porcentaje de fibra alimentaria (en base seca) de los higos se situó entre el 9 y el 14%. Estos valores son algo inferiores a los obtenidos por Viuda-Martos et al., (2015) quienes situaron el porcentaje de fibra alimentaria en un 17.6 y un 19.7% para los subproductos de la piel de higo, y en entre un 14.6 y un 16.9% para los subproductos de pulpa de diferentes variedades. En general, el contenido en fibra alimentaria es superior al observado en otros frutos, como la naranja (9.5%), la uva (8.1%) o la banana (9.5%), en base seca (Tejada-Ortigoza et al., 2016).

#### 1.3.1.1. Polisacáridos de la pared celular

La pared celular es una matriz compleja de polisacáridos que proporciona el soporte y la fuerza esencial para la supervivencia de la célula (Ochoa-Villarreal et al., 2012), la cual contribuye decisivamente a la textura de los vegetales debido a que proporciona turgencia dado a su elasticidad y resistencia mecánica (Jarvis, 2011).



*Figura 2: Modelo estructural para la pared celular primaria de las plantas (Carpita & Gibeau, 1993)*

Los cambios químicos que afectan a los polímeros de las paredes celulares pueden alterar su funcionalidad y, por tanto, la firmeza del fruto (Basanta et al., 2013). De este modo, la cuantificación de estos compuestos permite proporcionar una idea del estado del fruto (Owino et al., 2004).

Entre los principales polímeros que forman las paredes celulares primarias de frutas y hortalizas se pueden distinguir dos tipos principales de polisacáridos: los estructurales, formados principalmente por celulosa, y los matriciales, formados por hemicelulosas y pectinas. Estos polisacáridos, a su vez, están caracterizados por los diferentes tipos de monosacáridos que los forman y por la naturaleza del enlace entre ellos (Elleuch et al., 2011; Tejada-Ortigoza et al., 2016). La lignina, por otra parte, se encuentra mayoritariamente en las células que han desarrollado paredes celulares secundarias (Aboughe-Angone et al., 2008). En la se puede observar un modelo de la estructura de la pared celular formada por los mencionados polisacáridos.

#### a) Celulosa

La celulosa, además de ser la sustancia orgánica más abundante en la naturaleza, es el principal componente estructural de las paredes celulares de frutas y hortalizas, la cual proporciona soporte a la planta gracias a la formación de microfibras (Ochoa-Villarreal et al., 2012; Burton et al., 2010). La celulosa es un polímero lineal no ramificado formado únicamente por unidades de D-glucosa unidas entre sí mediante el enlace glucosídico  $\beta(1\rightarrow4)$ . Las cadenas de celulosa se enlazan a otras mediante enlaces de hidrógeno o fuerzas de Van der Waals, dado lugar a la formación de microfibrillas (Ochoa-Villarreal et al., 2012).

La configuración ecuatorial de los grupos hidroxilo en la molécula de celulosa, junto a la inversión de los residuos individuales como consecuencia de la disposición  $\beta$ , permite que las moléculas de celulosa presenten una gran cantidad de enlaces por puente de hidrógeno, tanto intra como intermoleculares, motivo por el cual la celulosa presenta una alta insolubilidad en agua e incluso en muchos disolventes no acuosos, además de una gran resistencia a los potenciales efectos del procesado de productos de origen vegetal (Elleuch et al., 2011).

#### b) Hemicelulosas

Las hemicelulosas también forman un grupo de polisacáridos muy abundante en las plantas. Los diferentes polímeros hemicelulósicos cuentan con una amplia variedad de monosacáridos en función del origen y del tipo de polímero (Sun et al., 2000).

Scheller & Ulvskov (2010) revisaron la estructura y biosíntesis de las hemicelulosas, concluyendo que este grupo de polisacáridos se caracteriza por una estructura formada principalmente por unidades de glucosa, xylosa y/o manosa unidas mediante enlaces  $\beta(1\rightarrow4)$ . De ahí que, las hemicelulosas, pueden ser consideradas como cadenas de heteropolisacáridos con ramificaciones cortas, constituidas por diferentes unidades de azúcares (Gabriellii et al., 2000). Estas cadenas están usualmente asociadas con otros componentes de la pared celular tales como la celulosa, las proteínas, la lignina y los

compuestos fenólicos, mediante enlaces covalentes o puentes de hidrógeno, y mediante interacciones iónicas e hidrofóbicas (Sun et al., 2000).

Dependiendo de su origen biológico, se pueden encontrar diferentes estructuras de hemicelulosas. Las diferentes clases de hemicelulosas son nombradas de acuerdo a la unidad principal de azúcar, y a la forma de la cadena principal de estas, unidos por los enlaces  $\beta$ -(1 $\rightarrow$ 4) (Polizeli et al., 2005). Se ha observado que en el caso de frutas y hortalizas, las principales clases de hemicelulosas están formadas principalmente por xiloglucanos, y en menor medida por mananos y xilanos (Derriche & Berrahmoune, 2007; Ebringerová et al., 2005). En general, las hemicelulosas, al igual que la celulosa, presentan una elevada insolubilidad en agua, mostrando también, en general, una resistencia importante a los potenciales efectos del procesado (Davidson & McDonald, 1998).

### c) Pectinas

Las sustancias pécticas o pectinas son polisacáridos caracterizados por la presencia de unidades de ácido galacturónico, aunque también pueden incluir moléculas de otros monosacáridos, principalmente ramnosa, arabinosa y galactosa. Probablemente, es el tipo de polisacárido más complejo que forma las paredes celulares de las plantas. Ello es debido a las diferencias entre los tipos de células de los tejidos, las diferencias entre especies y los cambios asociados al desarrollo de las células (Willats et al., 2006; Yapo, 2011).

Los principales tipos de polisacáridos pécticos son los denominados homogalacturanos y los ramnogalacturanos. Los homogalacturanos consisten en largas cadenas lineales de residuos de ácido galacturónico unidos mediante enlaces  $\alpha$ -(1 $\rightarrow$ 4), que pueden estar parcialmente metilesterificados o acetilados. Por otra parte, los ramnogalacturanos se caracterizan por la presencia de unidades de ramnosa intercaladas en la cadena principal de ácido galacturónico. Las cadenas laterales, unidas a la posición C4 de la ramnosa, están principalmente constituidas por arabinosa y galactosa (Yapo, 2011).

El ácido galacturónico puede presentar el grupo ácido esterificado mediante un grupo metilo, siendo el porcentaje de unidades que lo presentan lo que se conoce como grado de metilesterificación (GME). Este porcentaje está asociado a determinadas funciones específicas de la pared celular (González-Centeno et al., 2010). Según el GME, las pectinas se dividen en dos grupos: pectinas de alto metoxilo (HMP) con GME superior al 50% y de bajo metoxilo (LMP) con GME inferior al 50% (Hosseini et al., 2016).

Las pectinas, en general, son relativamente solubles en agua y, de hecho, se clasifican dentro de la fracción denominada fibra soluble (Davidson & McDonald, 1998). La fibra alimentaria, en función de su solubilidad presenta diferentes características. Así, la fibra soluble se caracteriza por su capacidad de incrementar la viscosidad y reducir la reacción glucémica y el colesterol del plasma (Abdul-Hamid & Luan, 2000). Por otra parte, la fibra insoluble se caracteriza por su porosidad, baja densidad y su habilidad en incrementar el peso fecal y disminuir el tránsito intestinal (Olson et al., 1987).

### *1.3.1.2. Propiedades funcionales*

Las propiedades funcionales están relacionadas con las características de la fibra alimentaria, determinadas por la composición química y la disposición estructural de los polisacáridos que forman esta fracción. Las principales propiedades funcionales son el hinchamiento (Sw), la capacidad de retención de agua (WRC) y la capacidad de retención de lípidos (FAC). Las paredes celulares de los tejidos vegetales están directamente relacionadas con la capacidad de intercambiar iones, la capacidad de absorber compuestos orgánicos (ácidos grasos, colesterol, compuestos cancerígenos...) y con las propiedades de hidratación. Estas propiedades juegan un papel importante en la regulación del flujo digestivo, la disponibilidad de nutrientes, la viscosidad y la mezcla del bolo alimenticio (Elleuch et al., 2011).

Una alta capacidad de retención de agua provoca un aumento del volumen de las heces y, por lo tanto, regula la velocidad de tránsito y la capacidad de fermentación de la fibra, provocando el crecimiento de la flora intestinal y la adsorción de sales biliares, colesterol y cationes. La capacidad de retención de lípidos indica la cantidad de moléculas orgánicas que quedan adheridas en la superficie de las partículas de fibra y que, por tanto, no son digeridas en el intestino. La fibra posee la capacidad de absorber también ácidos biliares, sustancias potencialmente cancerígenas, elementos minerales, etc. Tanto la capacidad de retención de agua como la capacidad de retención de lípidos varían en función del origen de la fibra alimentaria (Elleuch et al., 2011).

### **1.3.2. Antioxidantes**

El consumo de alimentos de origen vegetal, presentes en la dieta humana, proporciona al organismo diversos compuestos con propiedades antioxidantes, los cuales pueden contribuir al refuerzo de las defensas naturales del organismo (Ercisli et al., 2012).

#### *1.3.2.1. Compuestos antioxidantes*

Una de las principales fuentes de compuestos antioxidantes naturales son los compuestos fenólicos, que se hallan en cantidades importantes en alimentos como frutas, hortalizas, frutos secos, semillas, hojas, raíces y cortezas (Ercisli et al., 2012).

Los compuestos fenólicos constituyen el segundo grupo de sustancias químicas de mayor abundancia en los productos vegetales después de los carbohidratos. Se trata de un grupo de compuestos formado por una gran familia de moléculas orgánicas de estructura y reactividad heterogénea, los cuales, en función de su estructura química, se pueden dividir en flavonoides i no flavonoides.

Los higos se caracterizan por ser un fruto que posee una cantidad considerable de compuestos antioxidantes (Harzallah et al., 2016). Según Vallejo et al. (2012), los compuestos fenólicos están presentes tanto en la piel como en la pulpa, sin embargo, la naturaleza de éstos difiere en función de su procedencia (Viuda-Martos et al., 2015). La cantidad de los compuestos antioxidantes está determinada por diversos factores, como la variedad de higo, la coloración del fruto, el estado de madurez o el proceso de secado,

en el caso de los higos deshidratados (Yahia, 2011; Arvaniti et al., 2019; Solomon et al., 2006).

Los antioxidantes tienen la capacidad de neutralizar productos del metabolismo químicamente activos, tales como los radicales libres, capaces de inducir daños celulares. Debido a la actividad antioxidante de los compuestos fenólicos, éstos tienen un alto potencial para la prevención de condiciones patológicas como el cáncer, así como diferentes enfermedades de tipo cardiovascular o neurodegenerativas, las cuales están asociadas con el estrés oxidativo. También se les atribuye la capacidad de mejorar la función inmune, así como de poseer potencial antimutagénico, antimicrobiano y cardioprotector (Wojdyło et al., 2016).

#### *1.3.2.2. Capacidad antioxidante*

El creciente interés por los posibles efectos beneficiosos de los antioxidantes ha provocado que se desarrollen una gran cantidad de métodos con la finalidad de determinar la capacidad antioxidante de los extractos obtenidos a partir de diferentes alimentos.

La capacidad antioxidante que se le atribuye a la fracción fenólica de los alimentos de origen vegetal incluye no sólo múltiples compuestos químicos sino también una gran diversidad de mecanismos de actuación. En la bibliografía se describieron las condiciones que debería reunir un procedimiento estandarizado de medida de la capacidad antioxidante in vitro (Prior et al., 2005), entre las cuales cabe destacar:

- Evaluar las reacciones de transferencia de electrones i de átomos de hidrogeno.
- Especificar el sustrato de oxidación.
- Medir las reacciones químicas que de hecho ocurran en reacciones potenciales; es decir, asegurar que el sustrato y la manera de inducir la oxidación son relevantes como fuentes de daño oxidativo.
- Ser sencillo, desde un punto de vista operativo.
- Tener un mecanismo y un punto final definido.
- Tener una buena reproducibilidad.
- Ser adaptable para medir antioxidantes hidrofílicos y lipofílicos.
- Utilizar diferentes fuentes de radicales.
- Ser adaptable para análisis rutinarios a gran escala.

Sin embargo, en la actualidad todavía no existe una única metodología analítica que reúna todas estas características y es poco probable que un único método pueda cuantificar la totalidad de la capacidad antioxidante de un alimento (Arvaniti et al. 2019). Los motivos se deben a que los antioxidantes pueden ejercer su acción mediante mecanismos muy diversos (pueden suprimir la generación de los primeros radicales que inician el daño oxidativo, capturar radicales libres, quelar metales, formar complejos, reducir algunos compuestos, inducir la actividad de sistemas biológicos antioxidantes, etc.) y en un mismo alimento puede haber distintas mezclas de antioxidantes con diferentes mecanismos de acción y, entre los cuales, además, se pueden establecer reacciones sinérgicas. Por lo tanto, se hace necesario el uso combinado de diferentes métodos analíticos con el fin de tomar en consideración los posibles mecanismos de



acción de todos los compuestos presentes en un alimento que puedan manifestar actividad antioxidante.

Por tanto, actualmente, la determinación de la capacidad antioxidante se lleva a cabo mediante la combinación de varias metodologías, cada una de ellas basada en una reacción química diferente y aportando una mejor comprensión acerca de la gran variedad de acción de los compuestos antioxidantes presentes en la muestra analizada.

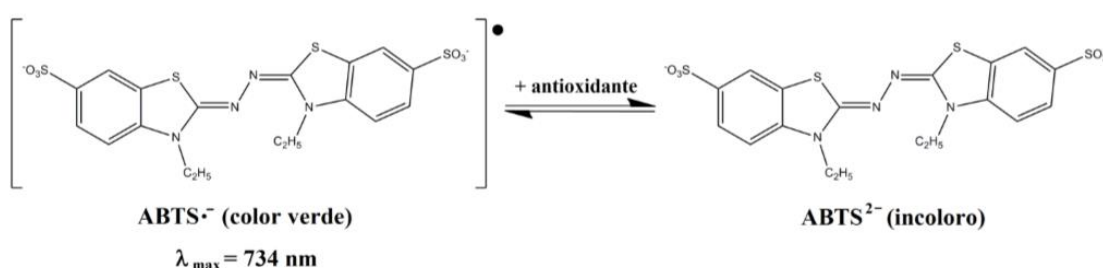
Algunos de los métodos más utilizados para la determinación de la capacidad antioxidante en alimentos son: el método ABTS (ácido 2,2'-Azinobis-(3-etilBenzoTiazolina-6-Sulfónico), el método CUPRAC (cupric reducing antioxidant capacity), el método FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power), el método DPPH (radical 2,2 difenilo-1-picrilhidrazilo), el método ORAC (Oxygen Radical Absorbance Capacity), etc.

Las técnicas ABTS, CUPRAC, FRAP y DPPH son técnicas espectrofotométricas basadas en un mecanismo de transferencia de electrones, mientras que el método ORAC, por otra parte, se trata de una técnica fluorimétrica cuyo mecanismo consiste en la transferencia de hidrógeno (Ludwig et al., 2012).

A continuación, se detallan los métodos espectrofotométricos que han sido utilizados para la elaboración de este trabajo:

- Método ABTS

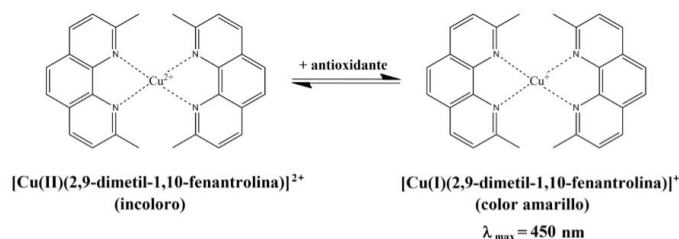
Se basa en una reacción química que determina la capacidad de los antioxidantes para capturar el radical catiónico ABTS $\cdot^+$ , captura que produce un descenso en la absorbancia a 734 nm (**Figura 3**). El descenso producido por el trolox (un análogo hidrosoluble a la vitamina E muy utilizado en la expresión de resultados de capacidad antioxidante) es comparado al producido por el antioxidante que se está analizando de forma simultánea (Re et al., 1999).



*Figura 3: Principio químico del método ABTS.*

- Método CUPRAC

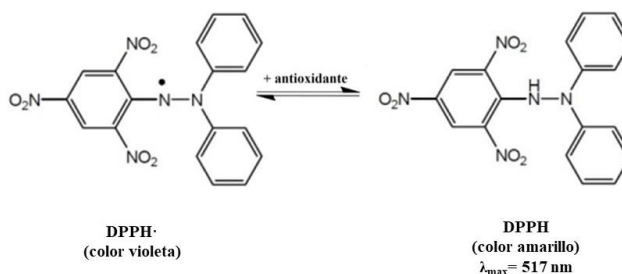
Este ensayo mide la capacidad reductora de los compuestos antioxidantes presentes a la muestra. Se usa neocuproína como principal reactivo y se basa en una reducción cúprica de Cu (II) a Cu(I) por la acción de esta molécula como agente oxidante cromogénico (**Figura 4**) (Apak et al., 2004). En este método, el máximo de absorción se produce a 450 nm.



*Figura 4: Principio químico del método CUPRAC.*

- Método DPPH

En este método se basa en el compuesto radicalario DPPH. Se trata de un radical orgánico, el cual en presencia del antioxidante es reducido a DPPH. El método evalúa en qué grado el radical es capturado, hecho que provoca un descenso en la absorbancia a 517 nm (**Figura 5**) (Brand-Williams et al., 1995).

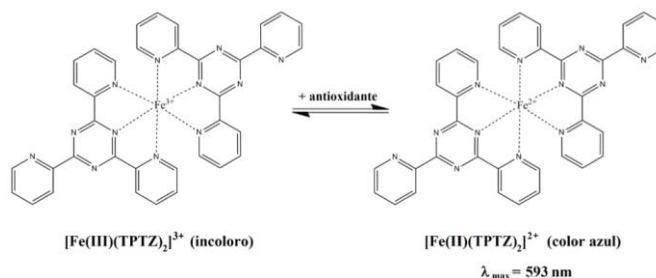


*Figura 5: Principio químico del método DPPH.*

- Método FRAP

Se trata de un método basado en la reducción del complejo formado por la tripiridiltriazina férrica al complejo ferroso mediante la acción de un antioxidante en medio ácido (Benzie & Strain, 1996) (**Figura 6**).

Esta reacción produce un cambio de color que es monitorizado midiendo la absorbancia a 593 nm durante 4 min, según el método original. No obstante, este tiempo fue posteriormente ampliado hasta los 30 min, ya que se observó después de 4 min una velocidad de reacción más lenta en función de los tipos de compuestos antioxidantes evaluados.



*Figura 6: Principio químico del método FRAP.*

## 2. OBJETIVOS

El trabajo que se presenta se enmarca en la colaboración que se viene llevando a cabo, en los últimos años, entre el Grup d'Enginyeria Agroalimentària de la Universitat de les Illes Balears y el Sr. Montserrat Pons i Boscana, promotor, propietario y responsable del Campo de Experimentación de Son Mut Nou, situado en el término de Lluçmajor, Mallorca.

Fruto de la colaboración entre ambas entidades ya se han realizado diversos trabajos de investigación basados en el estudio de las variedades autóctonas de higo de las Islas Baleares, los cuales se enmarcan dentro del convenio “Caracterització físico-química de varietats autòctones de figa: fibra alimentaria i composts antioxidants.”. Dicha colaboración se ha plasmado en un Convenio entre el Sr. Montserrat Pons i Boscana y el grupo de Ingeniería Agroalimentaria de la UIB (Ref: 3524).

El café elaborado a partir de higo se presenta como un nuevo e innovador producto desarrollado en el Campo de Experimentación de Son Mut Nou como posible alternativa para aumentar el aprovechamiento del fruto. El estudio de la composición de este producto, así como su comparación con otras tipologías de café, podría permitir promover la revalorización de un producto característico y muy apreciado en las Illes Balears.

En este contexto, el objetivo general del presente Trabajo de Fin de Máster se basa en la evaluación del café obtenido, a partir de variedades autóctonas de higo (*Ficus carica*) de las Illes Balears, mediante dos modalidades de tostado: en horno eléctrico y en horno de leña.

Para alcanzar este objetivo general se han planteado los siguientes objetivos concretos:

- Llevar a cabo una caracterización físicoquímica general de los diferentes tipos de café analizados.
- Realizar un exhaustivo estudio de la fracción formada por la fibra alimentaria, compuesta principalmente por los polisacáridos que forman las paredes celulares de los higos.
- Evaluar tanto la presencia de compuestos antioxidantes, en particular compuestos fenólicos, como la capacidad antioxidante de las muestras mediante la combinación de diferentes metodologías, en concreto las técnicas ABTS, FRAP, CUPRAC y DPPH.

Además, las muestras de café de higo se han comparado con cuatro muestras comerciales de café de diferente origen, en concreto: café convencional, café de malta, café de achicoria y café de mezcla de achicoria, trigo e higos.

### 3. MATERIALES Y MÉTODOS

#### 3.1. Materia prima

Las principales materias primas utilizadas en este estudio fueron dos tipos de café obtenidos ambos a partir de diferentes variedades autóctonas de higo (*Ficus carica*) de las Illes Balears. Las muestras de café analizadas fueron elaboradas en el Campo de Experimentación de Son Mut Nou por parte del Sr. Montserrat Pons i Boscana y posteriormente proporcionadas al grupo de Ingeniería Agroalimentaria de la UIB para llevar a cabo el estudio que se presenta en esta memoria.

De acuerdo con el Sr. Montserrat Pons i Boscana, para la obtención de los dos tipos de café se llevaron a cabo las diferentes etapas que aparecen en la **Figura 7**. La diferencia entre ambos tipos de café se halla en la etapa de tostado, ya que en el primer tipo de café se utilizó un horno convencional mientras que para el segundo el tostado se realizó en un horno de leña. Los parámetros en los cuales se diferencian ambas tipologías de producción se basan principalmente en el tiempo y la temperatura utilizados en esta etapa de tostado.

- Horno eléctrico: la temperatura que se consigue es mucho mayor, por lo que el tiempo de exposición del fruto disminuye.
- Horno de leña: se alcanza una temperatura menor y, consecuentemente, el tiempo de exposición es considerablemente mayor.



*Figura 7: Proceso de producción del café obtenido a base de higo*

Posteriormente, una vez elaborado el café, las muestras (**Figura 8**) fueron conservadas a  $4.0 \pm 0.5$  °C hasta su caracterización fisicoquímica.



*Figura 8: Café de higo en horno eléctrico (izquierda) y café de higo en horno de leña (derecha)*

#### 3.1.1. Comparación con otras tipologías de café

Las principales características de las muestras de café de higo fueron comparadas con cuatro tipos comerciales de café y/o sucedáneos de café, en concreto: café convencional, café de malta, café de achicoria y café de mezcla de achicoria, trigo e higos (**Figura 9**).

Cabe destacar el hecho que, a excepción del café convencional, las otras tres muestras se presentan como alternativas al consumo de café dada la ausencia de cafeína.



*Figura 9: Cafés comerciales. Café convencional, café de malta, café de achicoria y café de mezcla de achicoria, cereales e higos.*

## 3.2. Caracterización fisicoquímica

La caracterización fisicoquímica de las muestras comprendió la determinación de una serie de parámetros como son la humedad, la actividad de agua, el pH, la acidez titulable, el color, los azúcares solubles, la proteína y los lípidos. Todas las determinaciones se llevaron a cabo tanto para las muestras de café de higo como para las muestras comerciales.

### 3.2.1. Humedad

Para determinar el contenido en humedad de las diferentes muestras de café, se siguió el procedimiento descrito por la AOAC número 934.06 (AOAC, 1996). Para ello, se secaron aproximadamente 5 g de muestra en una estufa de vacío (Vaciotem-T, Selecta, España) a  $70 \pm 1$  °C durante 6 h. A partir de la pérdida de peso se calculó el valor del contenido en humedad. Los resultados se expresaron como g agua/g de muestra (sólido seco (ss)).

### 3.2.2. Actividad de agua

La medida de la actividad de agua de las muestras de café se llevó a cabo utilizando un termohigrómetro eléctrico LabMaster-aw (Novasina, Suiza). Este equipo mide la humedad relativa del aire de la cámara portamuestras a partir de la variación de la conductividad de un sensor formado por cloruro de litio. En el equilibrio, la humedad relativa de la cámara de secado coincide con la actividad de agua del producto.

### 3.2.3. pH

La medida de pH en las diferentes muestras de café se llevó a cabo utilizando un pH-metro digital (micro pH 2002, Crison, España) previamente calibrado, sobre una mezcla homogénea de 1 g de muestra y 10 ml de agua destilada (ISO R-1443).

### 3.2.4. Acidez titulable

La acidez titulable se midió mediante valoración de una disolución preparada disolviendo aproximadamente 1 g de muestra en 20 ml de agua destilada. Esta disolución fue valorada con NaOH 0.1 M hasta pH 8.2 usando un medidor de pH digital. Los datos se expresaron como g ácido cítrico/100 g muestra.

### 3.2.5. Color

La determinación física del color de las muestras de café se llevó a cabo utilizando un espectrofotómetro (CM5, Konica Minolta, Japón) con componente especular incluido, iluminante D65, una apertura de 30 mm y un observador con un ángulo de 10°.

Se utilizaron las coordenadas CIELab\* (Wang & Lim, 2015) determinándose los valores de L\* (luminosidad), a\* (desviación del punto acromático hacia el rojo si a\* > 0 y hacia el verde si a\* < 0) y b\* (desviación del punto acromático hacia el amarillo si b\* > 0 y hacia el azul si b\* < 0) (Drake & Drake, 2011).

La diferencia total de color ( $\Delta E$ ) se calculó tomando como referencia el color blanco. Siendo L<sub>0</sub>, a<sub>0</sub>, y b<sub>0</sub>, los valores correspondientes al color blanco en el espacio CIELab\* (L<sub>0</sub>=100, a<sub>0</sub>=0 y b<sub>0</sub>=0) (Pérez et al., 2016).

$$\Delta E = \sqrt{(L^* - L_0)^2 + (a^* - a_0)^2 + (b^* - b_0)^2}$$

### 3.2.6. Azúcares solubles

El contenido en sólidos solubles de las diferentes muestras de café analizadas se determinó a 21 ± 2 °C con un refractómetro Abbe 325 Zuzi siguiendo el procedimiento descrito por la AOAC 932-14C (AOAC, 1990). Los resultados se expresaron como g sacarosa/ g muestra.

### 3.2.7. Proteínas

El contenido en proteína de las diferentes muestras de café se determinó mediante el método Kjeldahl descrito por la AOAC 955.04 (AOAC, 1998). Se basó en la digestión de aproximadamente 0.7 g de muestra con ácido sulfúrico utilizando como catalizador una mezcla de sulfato de cobre (II) y selenio. La posterior destilación del amonio formado se realizó mediante un equipo Kjeltec 1035/38 (Tecator, Suecia) y, posteriormente, se valoró con ácido clorhídrico 0.1 N. La cantidad de proteína presente en la muestra se calculó como nitrógeno total × 6.25 (ISO R-937).

### 3.2.8. Lípidos

La determinación del contenido de lípidos de las diferentes muestras de café se realizó por gravimetría (AOAC, 1997) mediante extracción de la muestra con éter de petróleo (Teb 40-60 °C) utilizando un equipo Soxhlet (Soxtec, Tecator, Suecia).

### 3.3. Fibra alimentaria

De acuerdo con la bibliografía consultada (Owino et al., 2004; Viuda-Martos et al., 2015), tanto las muestras de higo, a partir de las cuales se elabora el café, como las muestras comerciales analizadas, se encuentran prácticamente libres de la presencia de almidón; por lo cual se pudo utilizar el denominado residuo insoluble en alcohol (AIR) como material de partida para el estudio de la fibra alimentaria, fracción compuesta mayoritariamente por los polisacáridos que forman las paredes celulares del fruto.

#### 3.3.1. AIRs

El AIR de las diferentes muestras tratadas fue obtenido mediante el método propuesto por Femenia et al., (1998). Aproximadamente 5 g de cada una de las diferentes muestras de café fueron mezcladas con etanol 96% y agua hasta obtener una concentración final del 85%, y homogeneizadas durante 3 min a 13000 rpm mediante un Ultra Turrax T25 (IKA Works, Inc, Wilmington, EUA). Posteriormente, la mezcla se llevó a ebullición durante 5 min con el objetivo de inactivar los diferentes enzimas que provocan la degradación de los polisacáridos de la pared celular. Una vez transcurrido este tiempo la muestra fue homogeneizada nuevamente durante 2 min a 13000 rpm y llevada a ebullición durante 1 min. Posteriormente, la mezcla fue filtrada mediante un filtro de fibra de vidrio libre de celulosa (Whatman GF-C) y el filtrado suspendido nuevamente en etanol al 85 % (v/v). La mezcla fue homogeneizada y llevada a ebullición, ambos procesos durante 1 min, y filtrada posteriormente. El proceso anterior se repitió una vez más sustituyendo el etanol al 85% por etanol absoluto. Finalmente, la muestra fue lavada con acetona y llevada a sequedad durante 24 h. El rendimiento de AIR fue expresado en gramos de AIR por cada 100 g de muestra.

#### 3.3.2. Análisis de monosacáridos

Los azúcares o monosacáridos, unidades básicas de los diferentes tipos de polisacáridos que forman las paredes celulares del higo, fueron liberados mediante un proceso de hidrólisis tal y como lo describieron Rodríguez-González et al., (2011).

Para cada una de las muestras, se pesaron aproximadamente 5 mg, se mezclaron con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  12 M y se incubaron a temperatura ambiente durante 3 h, produciéndose así la solubilización de las microfibras de celulosa. A continuación, se adicionaron 2.2 mL de agua destilada (reduciendo la molaridad del  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a 1 M) y las muestras se hidrolizaron en un bloque seco a 100 °C durante 2.5 h. Para la determinación de los ácidos urónicos, el proceso de hidrólisis fue similar, aunque con la diferencia que la fase de incubación con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1M sólo se llevó a cabo durante 1 h. Finalmente, para la determinación de la glucosa no celulósica, se repitió el proceso de hidrólisis omitiendo la incubación con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  12M.

##### 3.3.2.1. Determinación de azúcares neutros

Una vez que las muestras fueron hidrolizadas, a cada una de ellas se les añadió una cantidad conocida de 2-deoxyglucosa (200 µg) como patrón interno, con el objetivo de

determinar de forma cuantitativa la presencia de unidades de ramnosa, fucosa, arabinosa, xilosa, manosa, galactosa y glucosa.

Seguidamente, las muestras fueron neutralizadas con  $\text{NH}_3$  al 25%, y mezcladas con  $\text{NH}_3$  3 M que contenía  $\text{NaBH}_4$  como agente reductor, así se consigue la rotura de los ciclos que presentan los azúcares en su estructura y su paso a alditoles por reducción del grupo aldehído a alcohol. Posteriormente, las muestras fueron incubadas durante 1 h a 30 °C. Una vez enfriadas se añadió ácido acético glacial, 1-metil-imidazol, como catalizador, y anhídrido acético, homogeneizando e incubando a 30 °C durante 30 min. De esta forma se consigue el paso a alditol acetatos, compuestos detectables mediante cromatografía de gases. Estos compuestos fueron extraídos mediante  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . La fase orgánica, que contiene los alditol acetatos, fue separada mediante centrifugación, y se eliminó la fase acuosa mediante aspiración. Posteriormente, el  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  fue evaporado con una corriente de argón a 40 °C.

Los azúcares neutros, derivatizados y convertidos en sus correspondientes alditol acetatos, fueron separados isotérmicamente a 220 °C mediante cromatografía de gases. La columna capilar utilizada fue una columna DB-225 (J&W Scientific, Folsom, CA, USA) de 30 m de largo con un diámetro interno y un grosor de film de 0.25 mm y 0.15  $\mu\text{m}$ , respectivamente. Se utilizó He como gas portador con un caudal de 0.8 mL/min. La temperatura del inyector y el detector FID se programaron a 230 °C y 240 °C, respectivamente.

#### *3.3.2.2. Determinación de ácidos urónicos*

El contenido de ácidos urónicos presentes en las pectinas extraídas se determinó utilizando el método colorimétrico descrito por Blumenkrantz & Asboe-Hansen (1973) con ciertas modificaciones. El ácido galacturónico disuelto en ácido benzoico saturado fue utilizado como patrón para la obtención de la recta de calibrado.

Para el calibrado se tomaron tubos de ensayo, previamente congelados en un baño de agua-hielo, que contenían 3 mL de una disolución 50 mM de borato de sodio en  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, a los cuales se les añadieron 0.5 mL de las disoluciones estándar de ácido galacturónico y se incubaron durante 10 min a 100 °C. Seguidamente, se introdujeron, durante 2 min, en un baño de agua-hielo y se les añadió 100  $\mu\text{L}$  de una disolución de m-fenilfenol (al 0.15% en peso en NaOH al 0.5% en peso como disolvente), a todos los tubos excepto a los blancos, ya que este compuesto reacciona con el grupo ácido de la molécula de ácido galacturónico dando un tonalidad rosada a la disolución.

Pasados unos 30 min se leyó la absorbancia de cada uno de los tubos con un espectrofotómetro UV visible modelo UV-2401 PC Shimadzu y se obtuvo la recta de calibrado a 520 nm.

Para la determinación de los ácidos urónicos presentes en las diferentes muestras se procedió de forma análoga, introduciendo 0.5 mL de hidrolizado de cada una de las muestras en lugar de la solución estándar de ácido galacturónico. La determinación de la absorbancia permitió, a partir de la recta de calibrado, obtener la cuantificación de los



ácidos urónicos totales presentes en cada una de las muestras. En este caso, todas las determinaciones se realizaron por cuadruplicado.

### 3.3.3. Extracción secuencial de pectinas

El procedimiento de extracción secuencial utilizado para el fraccionamiento de los diferentes tipos de polisacáridos pécticos presentes en los AIRs se basó en el método descrito por Femenia et al., (2000). Se diluyeron 2 g de AIR en 200 ml de agua y la mezcla se mantuvo en agitación durante 2 h a temperatura ambiente. Seguidamente, se centrifugó durante 20 min y se filtró. El residuo obtenido se diluyó en una disolución de ácido ciclohexano-trans-1,2-diaminotetracético (CDTA) 0.05 M a pH 6.5 y se mantuvo en agitación durante 6 h a temperatura ambiente. Finalmente, el residuo que se obtuvo de la centrifugación fue disuelto en una mezcla de 100 ml de H<sub>2</sub>O y 100 ml de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0.1 M y NaBH<sub>4</sub> 0.02 M. La extracción en este caso se realizó a 5 °C durante 20 h.

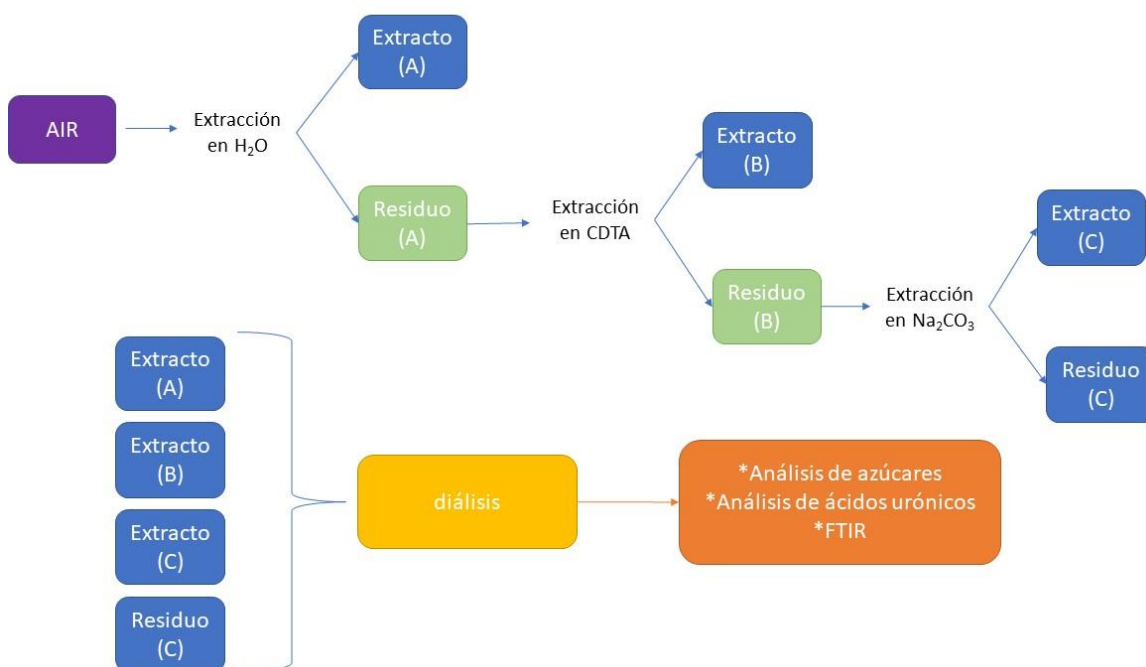


Figura 10: Proceso de extracción secuencial de pectinas

Los sobrenadantes obtenidos en cada una de las extracciones junto con el residuo fueron sometidos a un proceso de diálisis y, posteriormente, se liofilizaron para la realización de posteriores análisis: análisis de azúcares neutros, determinación de ácidos urónicos y cuantificación del grado de metilesterificación (DME) de los diferentes tipos de pectinas (Figura 10).

#### 3.3.3.1. Grado de metilesterificación (DME) de las pectinas

El DME de los polisacáridos pécticos se analizó mediante espectroscopia infrarroja (FTIR) siguiendo la metodología descrita por Manrique & Lajolo (2002) y Pappas et al., (2004).

Para ello, se mezclaron unos 5 mg de muestra con unos 10 mg de KBr. Se hizo una pastilla con la ayuda de una prensa hidráulica y se analizó por FTIR utilizando un

instrumento Bruker Tensor 27 (Massachusetts, USA) de resolución  $4\text{ cm}^{-1}$ . De esta forma se obtuvo el espectro con las diferentes bandas que presenta la muestra.

El DME se determinó de acuerdo a las ecuaciones propuestas por (Pappas et al., 2004):

$$DME = 124.7R + 2.2013$$

$$R = \frac{A_{1740}}{A_{1740} + A_{1630}}$$

Donde  $A_{1740}$  y  $A_{1630}$  representan las intensidades de absorbancia de las bandas a  $1740\text{ cm}^{-1}$  y  $1630\text{ cm}^{-1}$ , respectivamente. Los espectros de todas las muestras se realizaron por duplicado.

### 3.3.3.2. Estructura de las pectinas: linealidad, cantidad y longitud de las cadenas

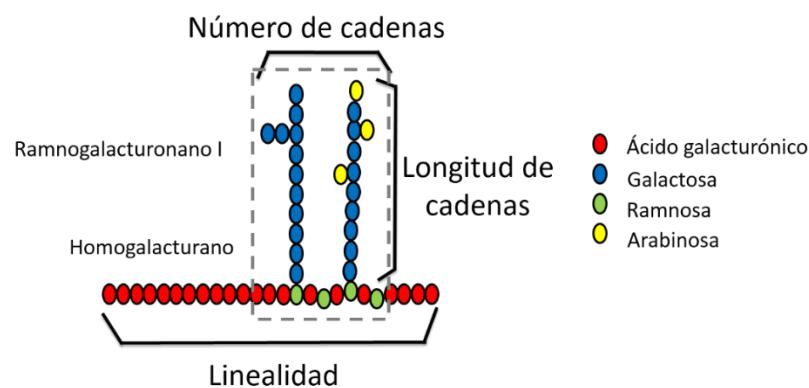
Con el objetivo de profundizar en el conocimiento de la estructura de las pectinas presentes en cada uno de los extractos, se determinaron tres ratios molares.

En primer lugar, a partir de la división del contenido en moles de los ácidos urónicos entre los demás azúcares pécticos (ramnosa, galactosa y arabinosa) se permitió establecer el grado de linealidad de las diferentes pectinas extraídas. Las cadenas de RGI son las más frecuentes en las pectinas y considerando que están unidas a la cadena principal por unidades de ramnosa, de forma que la división entre el contenido en moles de ácido urónico y ramnosa es inversamente proporcional a la cantidad de cadenas. Finalmente, el parámetro correspondiente a la longitud de las cadenas se calculó dividiendo el contenido en moles de galactosa más arabinosa entre los moles de ramnosa (Kaya et al., 2014; Wang et al., 2016) (**Figura 11**).

$$\text{Linealidad} = \frac{UA}{Rha + Gal + Ara}$$

$$\text{Cantidad de cadenas} = \frac{UA}{Rha}$$

$$\text{Longitud de cadenas} = \frac{Gal + Ara}{Rha}$$



**Figura 11:** Linealidad, cantidad de cadenas y longitud de cadenas laterales de las pectinas

### 3.3.4. Propiedades funcionales

Las principales propiedades relacionadas con el proceso de hidratación (el hinchamiento y la capacidad de retención de agua), así como, la capacidad de adsorción de lípidos, fueron determinadas utilizando la metodología descrita por Rodríguez-González et al., 2011 para todas las muestras de AIR obtenidas a partir de las muestras de café evaluadas.

#### *a) Capacidad de hinchamiento (Sw)*

Para determinar el Sw de las muestras se pesaron unos 100 mg de AIR y se introdujeron en una probeta junto con 10 mL de agua destilada durante un período de 24 h con el fin de que la suspensión alcanzara el equilibrio. Pasado el período estipulado se midió el volumen de la fibra hinchada, expresando el resultado como mL/g de AIR.

#### *b) Capacidad de retención de agua (WRC)*

Para determinar la WRC se pesaron aproximadamente 100 mg de AIR y se suspendieron durante 24 h en 10 ml de agua. Pasado este tiempo las suspensiones se sometieron a un proceso de centrifugación a 1.750 g durante 10 min. Las dos fases, sólida y líquida, presentes en las muestras se separaron por decantación y se pesó la parte sólida correspondiente al AIR con el agua retenida. La diferencia de peso inicial de la fibra seca y el peso final de la fibra hinchada es la cantidad de agua retenida que se expresó como g de agua/g de AIR.

#### *c) Capacidad de adsorción de aceite (FAC)*

Para determinar la FAC se trabajó con muestras de 100 mg de AIR las cuales se mezclaron con 10 ml de aceite de girasol y se dejaron reposar durante 24 h. Transcurridas las 24 h se centrifugaron a 1.750 g durante 10 min. El exceso de aceite sobrenadante se decantó y se pesó la parte sólida que contiene el aceite retenido. Los resultados fueron expresados en g de aceite/g de AIR.

## 3.4. Antioxidantes

### 3.4.1. Compuestos antioxidantes

Los extractos metanólicos obtenidos a partir de las muestras de café se prepararon de acuerdo con la metodología descrita por Eim et al. (2013) con algunas modificaciones. Se pesaron 0.25 g de muestra y se les añadió 20 ml de metanol (MeOH) que actuó como disolvente de extracción. La mezcla se homogeneizó usando un Ultra-Turrax (T25 Digital IKA, Staufen, Germany) a 13500 rpm durante 1 min, y a continuación, la solución obtenida se refrigeró a  $4.0 \pm 0.5$  °C durante 24 h. Las mezclas se centrifugaron a 4000 rpm durante 10 min, y posteriormente el sobrenadante se filtró con papel de filtro y se almacenó a  $4.0 \pm 0.5$  °C en oscuridad.

A partir de los extractos obtenidos se determinaron, por una parte, el contenido en fenólicos totales y flavonoides y, por otra, la capacidad antioxidante utilizando diferentes metodologías.

Todos los parámetros analizados se determinaron mediante diferentes métodos espectrofotométricos haciendo uso de un instrumento MultiScan Spectrum (Thermo Scientific, Finlandia), con el software Skanlt 2.4.2; utilizando para su lectura microplacas (NUNC, Thermo Scientific, Dinamarca) de 96 pocillos.

#### *a) Polifenoles totales*

El contenido total en compuestos fenólicos de las diferentes muestras se determinó en base al método espectrofotométrico Folin-Ciocalteu descrito por Singleton & Rossi (1965), con ciertas modificaciones para ser adaptado al análisis en microplacas (Eim et al., 2013).

En cada pocillo de la microplaca se introdujo una alícuota de 10  $\mu$ l de extracto metanólico que se diluyó con 95  $\mu$ l de agua destilada, se le adicionaron 5  $\mu$ l del reactivo Folin-Ciocalteu y se incubó durante 5 min a 25 °C. La reacción se detuvo mediante la adición de 80  $\mu$ l de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> al 7.5% (w/v). Se midió la absorbancia a 745 nm cada 5 min, durante 30 min.

El contenido de compuestos fenólicos totales se calculó a partir de una calibración con ácido gálico (GA, 25 – 250 ppm). Todos los resultados se expresaron como mg GA/g muestra.

#### *b) Flavonoides*

El contenido de flavonoides se determinó mediante el método descrito por Di Stefano & Cravero, 1991.

En cada pocillo se introdujo una alícuota de 25  $\mu$ l de muestra, que se diluyó con 125  $\mu$ l de agua y se le añadieron 7.5  $\mu$ l de NaNO<sub>2</sub>. Se llevó a cabo un proceso de incubación durante 6 min y, a continuación, se añadieron 15  $\mu$ l de AlCl<sub>3</sub>·6 H<sub>2</sub>O. Pasados 5 min se añadieron 50  $\mu$ l de NaOH 1M y 27.5  $\mu$ l de H<sub>2</sub>O. Finalmente se midió la absorbancia a 510 nm al cabo de 30 min. El contenido de flavonoides se calculó a partir de una calibración con catequina (0-1 mM). Todos los resultados se expresaron como mg catequina/100 g muestra.

### **3.4.2. Capacidad antioxidante**

La capacidad antioxidante que se le atribuye a la fracción fenólica de los extractos incluye múltiples mecanismos de actuación desde un punto de vista químico. Por esta razón, no existe en la actualidad una metodología analítica única que permita por sí sola cuantificar la capacidad antioxidante y, por tanto, para su determinación se recomienda el uso combinado de diferentes métodos (Arvaniti et al., 2019).

En este estudio se han considerado cuatro métodos espectrofotométricos: ABTS, CUPRAC, FRAP y DPPH, basados en reacciones de transferencia de electrones. Todos los resultados, calculados como valor medio de tres determinaciones, se expresaron como mg Trolox/g muestra.

### *a) ABTS*

La determinación de la capacidad antioxidante mediante el método ABTS se basó en la metodología descrita por Re et al., (1999), a la cual se realizaron ciertas modificaciones para adaptarla al análisis con microplacas (González-Centeno et al., 2012).

Para la preparación del catión radical ABTS se mezclaron volúmenes equivalentes (1:1) de dos disoluciones acuosas: por una parte, una disolución 7 mM de ABTS (ácido 2,2'-Azinobis-(3-etilBenzoTiazolina-6-Sulfónico)) y por otra, una disolución 2.45 mM de  $K_2S_2O_8$ . Esta disolución madre se dejó reaccionar durante 16 h en condiciones de oscuridad, para ser utilizada en las próximas 48 h, conservada bajo las mismas condiciones. En el momento del análisis se realizó una dilución de la disolución madre: 8 ml de dicha disolución se diluyeron con EtOH/H<sub>2</sub>O (25/75, v/v) hasta un volumen final de 100 ml.

En cada pocillo de la microplaca se introdujeron 190  $\mu$ l del reactivo ABTS y se dejó incubar durante 10 min a 25 °C. Después de este tiempo se realizó una lectura de la absorbancia ( $A_0$ ) a una longitud de onda de 734 nm y, a continuación, se procedió a iniciar la reacción añadiendo 10  $\mu$ l de la extracción metanólica de la muestra en cada pocillo. La mezcla se dejó reaccionar bajo las mismas condiciones durante 30 min, tras los cuales se realizó la lectura de la absorbancia a la misma longitud de onda ( $A_1$ ).

El cálculo de la capacidad oxidante se realiza a partir de la diferencia entre las absorbancias  $A_1$  y  $A_0$  que se correlacionan con una recta de calibrado obtenida a partir de concentraciones conocidas (comprendidas entre 0 y 300 ppm) del estándar Trolox (análogo hidrosoluble de la vitamina E).

### *b) CUPRAC*

La evaluación de la capacidad antioxidante mediante el método de CUPRAC (Cupric Reducing Antioxidant Capacity) se basó en la metodología descrita por Apak et al., (2004) la cual también fue modificada para adaptarla al análisis con microplacas (González-Centeno et al., 2012).

El reactivo CUPRAC se preparó el mismo día del análisis, mezclando volúmenes equivalentes (1:1:1, v/v/v) de tres disoluciones diferentes: (1) una disolución acuosa 10 mM de Cu (II), (2) una disolución de neocuproína 7.5 mM en EtOH 96 % y (3) una disolución tampón de  $CH_3COONH_4$  1 M a pH 7.

El protocolo y las condiciones experimentales, así como los cálculos para determinar la capacidad antioxidante fueron las mismas que los utilizados en el caso del método de ABTS, pero en este caso las lecturas de absorbancia se realizaron a una longitud de onda de 450 nm.

### *c) DPPH*

La determinación de la capacidad antioxidante mediante el método DPPH se basó en la metodología descrita por Brand-Williams et al. (1995).

Como reactivo fue utilizada una disolución metanólica de DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl) preparada el mismo día del análisis.

El protocolo y las condiciones experimentales, así como los cálculos para determinar la capacidad antioxidante fueron análogas a las utilizadas en el caso de los métodos ABTS y CUPRAC, pero en este caso las lecturas de absorbancia se realizaron a una longitud de onda de 517 nm.

#### *d) FRAP*

El último método utilizado para la determinación de la capacidad antioxidante fue el método de FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power) que también se modificó a partir del método original (Benzie & Strain, 1996) para adaptarla al análisis en microplacas (González-Centeno et al., 2012).

Para la preparación del reactivo FRAP, el mismo día del análisis se mezclaron tres disoluciones diferentes en la proporción (1:1:10, v/v/v): (1) una disolución 0.01 M de TPTZ (2,4,6-tri(2-piridil)-s-triazine), (2) una disolución de  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0.02 M y un tampón acético-acetato (de pH 3.6, preparado con 3.1 g de  $\text{CH}_3\text{COONa}$  y 16 ml de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  glacial por cada litro de solución tampón).

El protocolo y las condiciones experimentales, así como los cálculos para determinar la capacidad antioxidante fueron las mismas que las utilizadas para los métodos ABTS, CUPRAC y DPPH, pero en este caso las lecturas de absorbancia se realizaron a una longitud de onda de 593 nm.

### **3.5. Tratamiento estadístico**

Los resultados experimentales se presentaron como la media  $\pm$  desviación estándar de las  $n$  mediciones realizadas. El estudio de la variabilidad de las muestras respecto a los diferentes parámetros analizados se llevó a cabo con ayuda del paquete estadístico R (versión 3.5.1.). Las diferencias se consideraron estadísticamente significativas cuando  $p < 0.05$ . Todas las determinaciones químicas se realizaron, como mínimo, por duplicado.

## 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Este estudio está basado en el producto sólido, obtenido a partir de higos, al cual denominamos café de higo, dado que el proceso aplicado para su producción está basado en su totalidad al que se utiliza para la producción del café convencional.

Además, este trabajo se presenta como un primer paso para la posterior evaluación del producto final, es decir, el café líquido o infusión, el cual podrá obtenerse a partir del producto sólido analizado en este estudio.

En este contexto, y con el objetivo de profundizar en el conocimiento del café obtenido a partir de higos, se llevó a cabo, inicialmente, una caracterización fisicoquímica general de las distintas muestras, seguida por un estudio exhaustivo de la fracción formada por la fibra alimentaria, así como por una evaluación tanto de los principales compuestos antioxidantes como de la capacidad antioxidante, determinada mediante la combinación de diferentes metodologías.

Para todos los parámetros analizados se compararon dos modalidades de café de higo, las cuales se diferencian únicamente en la utilización de horno de leña o de horno convencional en la fase de tostado. Además, también se compararon los resultados obtenidos con los datos obtenidos a partir del análisis de cuatro muestras comerciales tanto de café convencional como de sucedáneos de café, libres de cafeína.

### 4.1. Caracterización fisicoquímica

La caracterización fisicoquímica general de las diferentes muestras objeto de estudio incluyó, por una parte, la determinación de la humedad, actividad de agua, pH, acidez titulable y color y, por otra parte, la cuantificación del contenido en azúcares solubles, proteína y lípidos.

#### 4.1.1. Humedad

El contenido de agua es un parámetro fundamental el cual puede influir de forma decisiva en el proceso de conservación del café, ya que es en la fase acuosa en la cual pueden desarrollarse la mayoría de las reacciones de transformación y alteración del producto. La humedad juega un papel importante tanto en el crecimiento microbiológico como en la determinación de las propiedades tecnológicas del café; por ejemplo, puede provocar aglomeraciones de los gránulos, influyendo negativamente en la vida útil del producto (Dong et al., 2019).

En la **Tabla 1** se presenta el contenido en humedad, tanto para las muestras de café obtenido a partir de higos, así como de las muestras comerciales. Como puede observarse, el contenido en humedad no presentó diferencias significativas ( $p > 0.05$ ) entre los cafés elaborados exclusivamente a partir de higos, en horno eléctrico y en horno de leña ( $3.3 \pm 0.4$  y  $3.2 \pm 0.3$  g H<sub>2</sub>O/100 g ss, respectivamente).

En el caso de las muestras comerciales, se puede observar como el café de malta y el café de mezcla de achicoria, trigo e higos presentaron valores de humedad significativamente inferiores al café obtenido a partir de higos ( $1.6 \pm 0.1$  y  $1.2 \pm 0.3$  g

H<sub>2</sub>O/100 g ss, respectivamente). Sin embargo, tanto el café convencional como el café de achicoria ( $3.5 \pm 0.5$  y  $3.3 \pm 0.5$  g H<sub>2</sub>O/100 g ss, respectivamente) presentaron valores de humedad comparables ( $p > 0.05$ ) a los obtenidos para los cafés obtenidos a partir de higos.

**Tabla 1:** Contenido en humedad y actividad de agua para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos

Muestra		Humedad (g H <sub>2</sub> O/ 100 g ss)	Actividad de agua
Café de higo	Horno eléctrico	$3.3 \pm 0.4a^*$	$0.321 \pm 0.004a$
	Horno de leña	$3.2 \pm 0.3a$	$0.322 \pm 0.006a$
Muestras comerciales	Malta	$1.6 \pm 0.1b$	$0.219 \pm 0.003a$
	Convencional	$3.5 \pm 0.5a$	$0.317 \pm 0.004a$
	Achicoria	$3.3 \pm 0.5a$	$0.263 \pm 0.000a$
	Achicoria+trigo+higos	$1.2 \pm 0.3b$	$0.330 \pm 0.001a$

*\*Letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre las muestras*

El contenido en humedad del café puede afectar al pH, a la densidad y a los compuestos volátiles que se originan a partir del procesado de los granos de café (Lee et al., 2017). Este parámetro puede variar en función de la materia prima, el nivel de tostado, las condiciones de tiempo-temperatura durante el proceso de tostado y de los métodos de enfriamiento utilizados, considerándose como valores aceptables los situados entre un 1 y un 5% de humedad (Wang & Lim, 2015). De este modo, los resultados observados para las muestras de café obtenido a partir de higo, en las dos modalidades de producción, se encuentran dentro de los límites establecidos, lo cual sugiere una estabilidad aceptable del producto.

#### 4.1.2. Actividad de agua

La actividad de agua ( $A_w$ ) es el parámetro que determina el grado de disponibilidad del agua en el alimento, componente principal de gran parte de los alimentos. Las reacciones y los cambios microbiológicos que se producen en los alimentos requieren una cantidad mínima de agua libre y su velocidad aumenta a medida que aumenta la cantidad de agua disponible (Le Page et al., 2010).

Tanto la humedad como la  $A_w$  pueden afectar de forma considerable a la aceptación sensorial del producto, ya que son indicadores de la interacción con el ambiente dada por el grado de higroscopicidad del café.

En la **Tabla 1** se muestran los valores de  $A_w$  tanto para las muestras de café de higo como para las muestras comerciales. Como puede observarse, la  $A_w$  no presentó diferencias significativas ( $p > 0.05$ ) entre el café de higo elaborado en horno eléctrico y el café de higo elaborado en horno de leña.

Por otra parte, los valores de  $A_w$  de las muestras comerciales de café y sucedáneos tampoco presentaron diferencias significativas ( $p > 0.05$ ) con los valores correspondientes a los cafés elaborados a partir de higos. Por otra parte, cabe señalar que los valores de  $A_w$



obtenidos fueron muy similares a los reportados por Viuda-Martos et al., (2015) para el higo deshidratado, 0.327.

El bajo valor de  $A_w$ , inferior a 0.6, indica que se trata de un material con poca cantidad de agua en estado libre y, por lo tanto, con gran estabilidad y cuyo riesgo de deterioro debido a microorganismos mediante reacciones enzimáticas o no enzimáticas es mínimo (Viuda-Martos et al., 2015).

#### 4.1.3. pH

En la **Tabla 2** se presentan los valores de pH obtenidos para todas las muestras analizadas.

*Tabla 2: pH y acidez de las muestras de café de higo y de las muestras comerciales de café o sucedáneos*

Muestra		pH	Acidez titulable (g ac. Cítrico/100g)
Café de higo	Horno eléctrico	4.313±0.005d*	4.9±0.1b
	Horno de leña	4.110±0.010e	5.3±0.3b
Muestras comerciales	Malta	4.807±0.005b	0.9±0.1e
	Convencional	5.55±0.05a	3.1±0.2c
	Achicoria	4.50±0.03c	6.1±0.1a
	Achicoria+trigo+higos	4.383±0.012d	4.3±0.1c

*\*Las letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre las muestras*

Como puede observarse, la muestra de café de higo elaborada en horno eléctrico presentó un pH significativamente mayor ( $p < 0.05$ ) ( $4.313 \pm 0.005$ ) que la muestra de café de higo en horno de leña ( $4.110 \pm 0.010$ ).

Por otra parte, las muestras comerciales de café presentaron valores de pH significativamente más elevados ( $p < 0.05$ ) que los cafés obtenidos a partir de higos. Los valores se situaron en el rango comprendido entre  $4.383 \pm 0.012$  para el café de mezcla de achicoria, trigo e higos, hasta  $5.55 \pm 0.05$  para el café convencional. Cabe señalar que el hecho de presentar valores bajos de pH es un buen indicador del bajo riesgo de contaminación microbiológica a la que el producto estará sometido durante su conservación.

En general, los resultados de pH obtenidos, para todas las muestras, en el presente trabajo fueron comparables a los descritos previamente en la bibliografía para muestras de café convencional. En concreto, podemos destacar los trabajos de Ludwig et al., (2012) (4.01-6.38), Lee et al., (2017) ( $5.80 \pm 0.07$ ), Franca et al., (2005) (6.04-6.50) y Dong et al., (2019) (5.54-5.70).

#### 4.1.4. Acidez titulable

La acidez titulable, la cual puede proporcionar propiedades antioxidantes al producto, viene determinada por el grado de tostado del café o producto similar (Ludwig et al., 2012).

La acidez representa uno de los puntos más importantes en la percepción organoléptica del café, siendo uno de los criterios fundamentales para la evaluación de su calidad global (Dong et al., 2019).

En la **Tabla 2** se presenta el contenido en acidez titulable tanto para los cafés elaborados a partir de higos como para las muestras comerciales analizadas.

Las muestras de café de higo, preparadas tanto en horno eléctrico como en horno de leña, presentaron unos valores de  $4.9\pm 0.1$  y  $5.3\pm 0.3$  g ácido cítrico/100 g muestra, respectivamente, siendo las diferencias entre ambos valores no significativas ( $p>0.05$ ).

Por otra parte, las muestras comerciales de café o sucedáneos presentaron valores significativamente inferiores ( $p<0.05$ ), a excepción del café de achicoria, el cual presentó un valor de acidez titulable de  $6.1\pm 0.1$  g ácido cítrico/100g.

Según Franca et al., (2005), un contenido elevado de acidez podría estar relacionado con una baja calidad del café, debido al proceso de fermentación de los granos.

#### 4.1.5. Color

Los procesos de secado y tostado producen modificaciones en el color de los higos, desde un marrón claro hacia marrón oscuro, dependiendo del grado de tostado que se desee alcanzar (Lee et al., 2017). Los cambios de color, a su vez, se relacionan con cambios en la composición química, influyendo en el sabor y el aroma desarrollado durante esta etapa debido a la pirólisis de los compuestos orgánicos, por lo que se trata de un parámetro determinante (Esquivel & Jiménez, 2012).

Una evaluación detallada del color se puede conseguir mediante la determinación de las coordenadas de color CIE-Lab. En la **Tabla 3** parecen los parámetros CIE-Lab de color,  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$  para las diferentes muestras de café analizadas.

*Tabla 3: Parámetros de color de las muestras de café de higo y de las muestras comerciales de café o sucedáneos*

Muestra	Parámetros de color			
	$L^*$	$a^*$	$b^*$	
Café de higo	Horno eléctrico	$26.3\pm 0.6b^{\#}$	$13.2\pm 0.2b$	$15.7\pm 0.5b$
	Horno de leña	$25.6\pm 0.1b$	$11.3\pm 0.1b$	$13.3\pm 0.1b$
Muestras comerciales	Malta	$22.1\pm 1.0c$	$8.5\pm 0.5bc$	$9.0\pm 1.1c$
	Convencional	$26.3\pm 0.2b$	$6.2\pm 0.1c$	$9.0\pm 0.5c$
	Achicoria	$34.8\pm 0.8a$	$15.2\pm 0.4a$	$26.2\pm 1.8a$
	Achicoria+trigo+higos	$34.7\pm 0.2a$	$12.7\pm 0.2b$	$23.0\pm 0.9a$

*<sup>#</sup>Las letras diferentes indican diferencias significativas ( $p<0.05$ ) entre las muestras*

La luminosidad ( $L^*$ ) es producto de la presencia de sustancias higroscópicas y de pigmentos que, cuando son tratados térmicamente, incrementan su volumen y, en consecuencia, la luz reflejada (Viuda-Martos et al., 2015).

El café convencional puede clasificarse en función del valor de la luminosidad, otorgando para valores de  $L^*$  de 20 la denominación de oscuros, 25 de medianos y 30 de

ligeramente tostados (Wang et al., 2015). En el caso de los cafés de higo, la luminosidad presentó valores de  $26.3 \pm 0.6$  para la muestra elaborada en horno eléctrico y de  $25.6 \pm 0.1$  para la muestra obtenida en horno de leña, siendo estas diferencias no significativas ( $p > 0.05$ ). Por tanto, utilizando la escala del café convencional, ambos cafés podrían ser comparables al café medianamente tostado.

La muestra de café convencional presentó un valor de luminosidad muy similar ( $26.3 \pm 0.2$ ) a los cafés de higo. Sin embargo, el café de malta presentó una luminosidad menor ( $p < 0.05$ ) ( $22.1 \pm 1.0$ ). Por otra parte, valores más elevados de luminosidad ( $p < 0.05$ ) fueron obtenidos tanto para el café de achicoria ( $34.8 \pm 0.8$ ) como para el café de mezcla de achicoria, trigo e higos ( $34.7 \pm 0.2$ ).

Por otra parte, el parámetro  $a^*$  (rojo-verde) se ha relacionado con el contenido en un componente potencialmente tóxico, la acrilamida, al presentar un comportamiento similar a esta molécula durante el proceso de tostado del café (Wang & Lim, 2015). De este modo, Gökmen & Şenyuva (2006) establecieron una correlación entre dicho parámetro y el contenido de acrilamida en muestras de café convencional (en su caso un valor del parámetro  $a^*$  de 6 se correspondía con un contenido de 300 ng/g café).

En este estudio los valores del parámetro de color  $a^*$  fueron de  $13.2 \pm 0.2$  y  $11.3 \pm 0.1$  para los cafés elaborados a partir de higos en horno eléctrico y en horno de leña, respectivamente, siendo la diferencia entre ambos valores no significativa ( $p > 0.05$ ). Teniendo en cuenta la correlación descrita por Gökmen & Şenyuva (2006), el nivel de acrilamida de las muestras (el cual se situaría entre 580 y 660 ng/g muestra) es considerablemente inferior al límite establecido para los sustitutos del café (4000 ng/g muestra) por la Unión Europea (R 2013/647/EU).

En la **Tabla 3**, también puede observarse como este parámetro presentó valores significativamente inferiores ( $p < 0.05$ ), tanto para el café convencional ( $6.2 \pm 0.1$ ) como para el café de malta ( $8.5 \pm 0.5$ ), siendo estos comparables a los encontrados en la bibliografía para el café convencional (Moreira et al., 2017). Por otra parte, el café de mezcla de achicoria, trigo e higos presentó un valor similar al del café de higo ( $p > 0.05$ ), mientras que para el café de achicoria se obtuvo un valor significativamente superior ( $p < 0.05$ ). No obstante, en ambas muestras el nivel de acrilamida se sitúa muy por debajo de los límites establecidos por la UE para este tipo de productos.

En cuanto al parámetro  $b^*$  (amarillo-azul), los valores obtenidos fueron de  $15.7 \pm 0.5$  y  $13.3 \pm 0.1$  para el café elaborado a base de higos en horno eléctrico y en horno de leña, respectivamente. Estos valores fueron superiores ( $p < 0.05$ ) a los obtenidos tanto para el café convencional como para el café de malta y muy inferiores a los determinados para el resto de las muestras comerciales ( $p < 0.05$ ).

#### **4.1.6. Azúcares solubles**

En la **Tabla 4** se presenta el contenido de azúcares solubles de las muestras de café obtenidas a partir de higo en las dos modalidades de producción, así como de las cuatro muestras comerciales.

El contenido en azúcares solubles fue de  $81.3 \pm 1.9$  y  $79.4 \pm 1.5$  g/100g ss para los cafés de higo producidos en horno eléctrico y horno de leña, respectivamente; no presentando diferencias significativas entre ambos valores ( $p > 0.05$ ).

El café convencional y el café de malta presentaron valores para los azúcares solubles significativamente inferiores ( $p < 0.05$ ) a los cafés de higo ( $35.4 \pm 0.9$  y  $48.0 \pm 3.3$  g/100g ss, respectivamente). Por otra parte, tanto el café de achicoria como el café de mezcla de achicoria, trigo e higos presentaron valores similares ( $p > 0.05$ ) a los obtenidos para las muestras de café de higo.

*Tabla 4: Contenido en azúcares solubles, proteína y lípidos para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos*

Muestra		Azúcares solubles (g/100g ss)	Proteínas (g/100g ss)	Lípidos (g/100g ss)	Valor energético** (Kcal/100g)
Café de higo	Horno eléctrico	$81.3 \pm 1.9a^*$	$2.6 \pm 0.2b$	$2.2 \pm 0.3b$	381
	Horno de leña	$79.4 \pm 1.5a$	$3.5 \pm 0.4b$	$1.6 \pm 0.1c$	384
Malta		$48.0 \pm 3.3c$	$10 \pm 2a$	$1.5 \pm 0.1c$	374
Muestras comerciales	Convencional	$35.4 \pm 0.9d$	$14 \pm 3a$	$8.7 \pm 0.4a$	386
	Achicoria	$82.3 \pm 1.7a$	$2.5 \pm 0.2b$	$0.3 \pm 0.1d$	371
	Achicoria+trigo+higos	$80.8 \pm 1.5a$	$2.4 \pm 0.3b$	$0.3 \pm 0.1d$	368

\*Las letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre las muestras.

\*\*Sistema ATWATER

#### 4.1.7. Proteínas

En la **Tabla 4** también se presenta el contenido proteico, tanto para los cafés obtenidos a partir de higos, así como para las diferentes muestras comerciales de café y sucedáneos.

Los cafés de higo producidos en horno eléctrico y en horno de leña no presentaron diferencias significativas ( $p > 0.05$ ) en cuanto al contenido en proteínas,  $2.6 \pm 0.2$  y  $3.5 \pm 0.4$  g/100 g ss, respectivamente.

Por otra parte, cabe destacar que tanto el café de malta como el café convencional presentaron valores de contenido proteico significativamente mayores que los cafés de higo,  $10 \pm 2$  y  $14 \pm 3$  g/100 g ss, respectivamente. En cambio, el café de achicoria y el café de mezcla de achicoria, trigo e higos presentaron valores similares ( $p > 0.05$ ).

Este resultado es del mismo orden que el observado en la bibliografía para el café convencional, 10 g/100 g ss (Esquivel & Jiménez, 2012). Por otra parte, cabe destacar que el contenido proteico de los cafés de higo se asemeja a los valores reportados tanto por Viuda-Martos et al., (2015) ( $3.2$  g/100 g ss) como por Arvaniti et al., (2019) ( $3.3$  g/100 g ss) para el higo deshidratado.

#### 4.1.8. Lípidos

Los datos correspondientes al contenido de lípidos de las diferentes muestras analizadas también se presentan en la **Tabla 4**.

En este caso se obtuvieron valores significativamente diferentes ( $p < 0.05$ ) para el café de higo en horno eléctrico y el café de higo en horno de leña:  $2.2 \pm 0.3$  y  $1.6 \pm 0.1$  g/100g ss, respectivamente, siendo en ambas muestras, el macronutriente menos abundante. Arvaniti et al. (2019) presentaron valores similares, 0.9 g lípidos/100g ss, para muestras de higo deshidratado.

El resto de las muestras presentaron valores similares, como el caso del café de malta ( $1.5 \pm 0.1$  g/ 100 g ss) o inferiores, como el café de achicoria o el café de mezcla de achicoria, trigo e higos ( $0.3 \pm 0.1$  g /100 g ss, en ambas muestras). Sin embargo, el café convencional presentó un contenido de lípidos significativamente mayor ( $p < 0.05$ ), de  $8.7 \pm 0.4$  g/100 g ss.

Este resultado se corresponde con el obtenido por Wang & Lim (2015), quienes obtuvieron un contenido en lípidos de entre un 8 y un 18%, así como con los resultados de Esquivel & Jiménez (2012), quienes obtuvieron entre un 11 y un 17% de lípidos para granos de café convencional.

## 4.2. Fibra alimentaria

En este apartado se presentan los resultados obtenidos en la caracterización de la fracción formada por la fibra alimentaria (DF) presente en las dos tipologías de café de higo estudiadas, así como en las diferentes muestras comerciales analizadas.

Para llevar a cabo el estudio, se realizó la extracción de la DF presente en las muestras y a partir de los extractos obtenidos se realizó, por una parte, un exhaustivo estudio de la composición de los diferentes polisacáridos que forman las paredes celulares, en especial de las pectinas o polisacáridos pécticos presentes en las muestras de café de higo, y por otra, de las propiedades funcionales relacionadas con la DF.

### 4.2.1. Contenido en fibra alimentaria

Los extractos ricos en DF obtenidos a partir de frutas y hortalizas proporcionan numerosos beneficios para la salud, como la reducción de los niveles de colesterol, la mejora de la tolerancia a la glucosa y la respuesta a la insulina, la reducción de la hiperlipidemia y la hipertensión, la contribución a la salud gastrointestinal y la prevención de ciertos tipos de cáncer, en su mayor parte relacionados con el sistema digestivo, como el cáncer de colon (Janissen & Huynh, 2018; Viuda-Martos et al., 2015).

En general, la DF presente en la mayoría de frutas y hortalizas está formada por una amplia variedad de polisacáridos como la celulosa, las hemicelulosas y las pectinas (Janissen & Huynh, 2018).

El contenido de DF que, dada la ausencia de almidón en las muestras, se corresponde con el residuo insoluble en alcohol (AIR) tanto para el café de higo (en las dos tipologías de producción) así como para las diferentes muestras comerciales analizadas se presenta en la **Tabla 5**.

*Tabla 5: Contenido en fibra alimentaria para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos*

Muestra		Fibra alimentaria (g /100 g ss)
Café de higo	Horno eléctrico	13±3c*
	Horno de leña	19±2b
Muestras comerciales	Malta	64±2a
	Convencional	55±1a
	Achicoria	14±1c
	Achicoria+trigo+higos	16±1bc

\*Las letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre las muestras

Tal como puede observarse en dicha tabla, se obtuvieron diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre el contenido de DF para el café elaborado a partir de higos proveniente de horno eléctrico y el proveniente de horno de leña, presentando valores de  $13 \pm 3$  y  $19 \pm 2$  g/100 g ss, respectivamente. Estas diferencias podrían deberse a una posible mayor degradación de los polisacáridos al estar expuestos a temperaturas más elevadas durante la fase de tostado en horno eléctrico.

El contenido de DF tanto para la muestra de café convencional como para el café de malta fue considerablemente superior ( $p < 0.05$ ), con valores que alcanzaron los 55 g/100g ss para el café convencional y hasta los 64 g/100g ss para el café de malta. En cambio, los cafés o sucedáneos producidos a partir de achicoria o de mezcla presentaron valores similares a los obtenidos para los cafés elaborados a partir de higos.

Por otra parte, el contenido de fibra alimentaria obtenido en este estudio es del mismo orden que el propuesto en la bibliografía para frutos de higo por Sadia et al., (2014), con 14.2 g DF/100 g ss y por Viuda-Martos et al., (2015), 14.6-19.7 g DF/100g ss. Así mismo, el estudio realizado por Ballesteros et al. (2014) presentó valores de contenido en DF del mismo orden (54.1 y 60.5 g/100g ss) que el determinado, en este estudio, para la muestra de café convencional.

#### 4.2.2. Composición de azúcares neutros y ácidos urónicos

En la **Tabla 6** se presenta, para cada muestra, la composición de los diferentes azúcares que conformaron los polisacáridos de la pared celular, que integran la DF.

Los azúcares más abundantes en los AIRs de las muestras de café de higo, tanto para la muestra elaborada en horno eléctrico como para la muestra producido en horno de leña, fueron la xilosa, la arabinosa, la glucosa y los ácidos urónicos, mientras que la galactosa se determinó en menores cantidades. Por otra parte, cabe mencionar que no se obtuvieron diferencias significativas ( $p > 0.05$ ) en ninguno de los azúcares mencionados.

El AIR de la muestra de café de malta presentó una composición muy similar a los cafés de higo, basada en xilosa, arabinosa y glucosa, aunque presentando un contenido muy inferior de ácidos urónicos ( $p < 0.05$ ).

**Tabla 6:** Composición de azúcares expresada en % molar para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos

Muestra	Ramnosa	Fucosa	Arabinosa	Xylosa	Manosa	Galactosa	Glucosa	Ácidos urónicos	
<b>Café de higo</b>	<b>Horno eléctrico</b>	tr.	tr.	29.3±0.4a*	35.7±0.3a	tr.	1.1±0.0c	21.8±1.4b	12.4±1.4a
	<b>Horno de leña</b>	tr.	tr.	26.1±1.2a	32.2±1.4a	tr.	0.8±0.2c	24.3±0.7b	16.7±2.9a
<b>Muestras comerciales</b>	<b>Malta</b>	tr.	tr.	30.9±0.9a	38.6±1.4a	tr.	4.1±0.5a	23.6±1.8b	2.9±0.5b
	<b>Convencional</b>	tr.	tr.	15.8±0.8b	19.6±1.2b	tr.	0.6±0.0c	62.1±2.3a	2.2±0.2b
	<b>Achicoria</b>	tr.	tr.	11.0±0.2b	13.6±0.3b	7.2±0.6a	2.6±0.3b	63.2±0.8a	1.9±0.1b
	<b>Achicoria+trigo+higos</b>	tr.	tr.	4.6±0.3c	5.7±0.3c	0.8±0.1b	0.5±0.1c	87.3±0.7a	1.1±0.2b

\*Las letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre las muestras

Por otra parte, los AIRs correspondientes tanto al café convencional como al café de achicoria y al café de mezcla de achicoria, trigo e higos, presentaron un contenido de azúcares con un perfil diferente, siendo la glucosa el azúcar mayoritario en todas ellas con porcentajes molares superiores al 60%, e incluso próximos al 90% en el caso del café de mezcla. En estas muestras, también se detectaron importantes cantidades de otros azúcares como la xilosa y la arabinosa, además de una presencia minoritaria de manosa, galactosa y ácidos urónicos.

#### 4.2.3. Composición de polisacáridos

A partir de la composición individual de los azúcares presentes en los AIRs de las diferentes muestras analizadas se llevó a cabo una estimación de los diferentes tipos de polisacáridos presentes en la DF de cada una de las muestras. En concreto se observó la presencia de pectinas, formadas principalmente por ácidos urónicos y ramnosa en la cadena principal, y por arabinosa y galactosa en las ramificaciones, de hemicelulosas, formadas mayoritariamente por xilosa, manosa, y glucosa no celulósica y, finalmente, de celulosa, formada únicamente por unidades de glucosa (**Tabla 7**).

*Tabla 7: Contenido de pectinas, hemicelulosas y celulosa para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos*

	Muestra	Pectinas (% molar)	Hemicelulosas (% molar)	Celulosa (% molar)
Café de higo	Horno eléctrico	43.6±1.9a*	34.6±1.3a	21.8±0.6b
	Horno de leña	42.4±1.7a	37.7±0.8a	17.5±4.6b
Muestras comerciales	Malta	37.8±0.8a	41.1±1.1a	20.9±1.8b
	Convencional	17.9±0.9b	25.3±0.4b	56.8±1.3a
	Achicoria	15.4±0.3b	20.1±0.1b	57.2±0.4a
	Achicoria+trigo+higos	6.1±0.5c	14.4±0.3c	78.6±0.7a

\*Las letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre las muestras

En la **Tabla 7** se puede observar como las muestras de café de higo elaborado tanto en horno de leña como en horno convencional no presentaron diferencias significativas ( $p > 0.05$ ), en cuanto a los porcentajes correspondientes a los diferentes tipos de polisacáridos que forman las paredes celulares. En ambas muestras se observó el predominio de los polisacáridos pécticos, seguido por las hemicelulosas y por la celulosa. El contenido de pectinas está asociado a la fibra soluble, la cual presenta efectos beneficiosos para la salud debido a sus efectos hipoglucémicos y hipocolesterolémicos (Abdul-Hamid & Luan, 2000).

La muestra de café de malta presentó una composición bastante similar a las muestras de café de higo, caracterizada por la predominancia de pectinas y hemicelulosas, y por la presencia de un menor porcentaje de celulosa. Por el contrario, tanto las muestras de café convencional como las de achicoria y mezcla, presentaron una composición totalmente



diferente basada en la predominancia de la celulosa, con valores superiores al 50% (cercanos al 80% para el café de mezcla) y caracterizadas por un bajo contenido en pectinas, en particular la muestra correspondiente a la mezcla de achicoria, trigo e higos, con un porcentaje inferior al 7%.

En la bibliografía encontramos valores similares para el café convencional (Ballesteros et al., 2014; Aguiar et al., 2016), en los cuales predomina la presencia de grandes cantidades de celulosa y hemicelulosas.

#### **4.2.4. Extracción secuencial de pectinas en cafés de higo**

Con la finalidad de tener un mayor conocimiento tanto del tipo como de las características de las pectinas presentes en los dos tipos de café de higo, siendo éstas el tipo de polímero mayoritario, se llevó a cabo un proceso de extracción secuencial de los polisacáridos pécticos. Los AIRs se extrajeron secuencialmente con agua, CDTA y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , siguiendo método propuesto originalmente por Redgwell & Selvendran (1986) y modificado por Femenia et al., (1998).

Los rendimientos correspondientes a cada una de las extracciones, así como la composición de los monosacáridos presentes en cada fracción y el grado de metilación de las pectinas extraídas en cada fracción, se muestran en la **Tabla 8**.

Como puede observarse, una elevada proporción de las pectinas presentes en las dos tipologías de café de higos fue extraída principalmente con CDTA. En el caso del café elaborado en horno eléctrico el rendimiento fue cercano al 50%, mientras que en el café de horno de leña se aproximó al 45% del AIR. También cabe destacar los porcentajes extraídos con carbonato sódico, ya que en este caso los valores del rendimiento obtenido alcanzaron un 17% para el café de higo en horno eléctrico y cerca del 21% para el de horno de leña. Por otra parte, los rendimientos en la primera extracción llevada a cabo en medio acuoso fueron inferiores al 10% para ambos tipos de muestra.

Tal como se puede observar en la **Tabla 8**, los polisacáridos obtenidos en las diferentes etapas de la extracción secuencial fueron mayoritariamente de naturaleza péctica, caracterizados por un elevado contenido en ácidos urónicos. En todas las extracciones, con  $\text{H}_2\text{O}$ , CDTA y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  los porcentajes de ácido galacturónico fueron iguales o superiores al 80% del total de azúcares, llegando hasta el 95% en el caso del extracto obtenido con CDTA a partir del café de higo elaborado en horno eléctrico. Estos resultados sugieren la presencia mayoritaria de homogalacturonanos, como polisacárido principal que forma las pectinas presentes en las muestras de café de higo.

Finalmente, los residuos obtenidos, además de contener glucosa y xilosa, lo cual indica la presencia de importantes cantidades de celulosa y hemicelulosas, presentaron también un contenido importante de pectinas, como indica la presencia de cantidades considerables de ácido galacturónico y en menor medida de otros azúcares como la arabinosa y galactosa. Este resultado es comparable a lo que se ha observado en extracciones secuenciales realizadas a partir del AIR de otros alimentos como por ejemplo el brócoli (Femenia et al., 2000).

**Tabla 8:** Extracción secuencial de pectinas. Rendimiento de la extracción, grado de metilesterificación y composición de azúcares neutros y ácidos urónicos expresada en % molar para las muestras de café de higo

Muestra: Café de higo		Rendimiento (g/100g AIR)	DME (%)	Ramnosa	Fucosa	Arabinosa	Xylosa	Manosa	Galactosa	Glucosa	Ácidos urónicos
Extracción en H <sub>2</sub> O	Horno eléctrico	5.0	60.1±0.6a*	1.3±0.1b	0.1±0.0b	5.4±0.0a	0.7±0.0b	0.7±0.0b	4.0±0.0a	2.3±0.0b	85.5±0.1a
	Horno de leña	9.1	59.7±0.6a	1.1±0.0b	tr.	4.6±0.2b	0.8±0.1b	0.9±0.1b	3.8±0.1a	3.5±0.3b	85.3±0.2a
Extracción en CDTA	Horno eléctrico	49.4	21.0±0.2c	2.2±0.4a	tr.	7.9±0.2a	tr.	1.1±0.0b	5.2±0.5a	4.5±0.2b	79.1±0.9a
	Horno de leña	43.9	16.7±0.2c	1.7±0.4a	tr.	5.5±1.2a	0.3 ±0.4b	0.8±0.1b	3.5±1.0a	2.9±0.5b	85.6±5.2a
Extracción en Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Horno eléctrico	16.9	40.9±0.4b	0.5±0.0c	tr.	1.7±0.1c	0.4±0.3b	0.2±0.0b	1.0±0.0b	0.7±0.0b	95.3±0.5a
	Horno de leña	20.8	56.6±0.6a	0.7±0.0c	tr.	3.0±0.1b	0.6±0.1b	0.3±0.0b	1.5±0.0b	3.3±0.1b	90.7±0.0a
Residuo	Horno eléctrico	28.7	54.4±0.6ab	0.7±0.1c	0.6±0.1a	2.1±0.1c	9.5±1a	3.4±0.1a	3.3±0.3a	39.0±0.9a	41.4±0.4b
	Horno de leña	26.2	48.3±0.5b	1.0±0.1b	0.6±0.1a	3.4±0.1b	10.4±0.1a	4.2±0.2a	4.9±0.3a	45.9±2.2a	29.5±2.8b

\*Las letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre las muestras

#### 4.2.4.1. Grado de metilesterificación (DME)

En función del grado de metilesterificación, las pectinas pueden clasificarse como pectinas de alto metoxilo (HMP), cuando presentan valores de DME superiores al 50% y de bajo metoxilo (LMP), cuando los valores de DME son inferiores al 50%.

En la **Tabla 8** se muestran los resultados obtenidos para el DME de los diferentes tipos de pectinas extraídas.

Tal como puede observarse, las pectinas extraídas con CDTA presentaron una tendencia claramente diferente a las pectinas extraídas con los demás disolventes, así como con las pectinas que formaron parte de los residuos finales. Por una parte, las pectinas solubles en CDTA son claramente de bajo metoxilo, mientras que en las demás fracciones los valores oscilan entre un 41 y un 60%.

En las extracciones realizadas con H<sub>2</sub>O se obtuvieron pectinas de alto metoxilo con un grado de metil-esterificación superior el 50%, mientras que en las extracciones llevadas a cabo con Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> hubo diferencias significativas entre las dos tipologías de café, pudiéndose clasificar como de bajo metoxilo en el caso de las pectinas correspondientes a la muestra elaborada en horno eléctrico, y de alto metoxilo las pectinas de la muestra elaborada en horno de leña. Estas diferencias son debidas probablemente a la elevada temperatura aplicada durante la elaboración del café en horno eléctrico. En cuanto a las pectinas remanentes en los residuos, se obtuvieron valores en torno al 50% para las dos tipologías de café de higo.

#### 4.2.4.2. Estructura de las pectinas

A partir de la composición de azúcares de cada una de las fracciones obtenidas en el proceso de extracción secuencial de pectinas se determinaron tres ratios molares, los cuales permiten conocer la linealidad, el número de cadenas laterales y la longitud de las cadenas poliméricas que forman los diferentes tipos de polisacáridos pécticos extraídos.

Estas relaciones ofrecen una importante información sobre las principales características de la estructura de las pectinas presentes en las muestras, las cuales pueden determinar su funcionalidad. Los resultados obtenidos se muestran en la **Tabla 9**.

De los resultados obtenidos en la **Tabla 9** se puede observar como las pectinas extraídas en Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> son las que presentaron un valor de linealidad más elevado. Por el contrario, las pectinas que no se extrajeron y permanecieron en los residuos finales son las que presentaron una menor linealidad.

En los valores relativos al número de cadenas, se observó el mismo comportamiento. Las extracciones en Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> fueron las que presentaron un valor más elevado, lo cual sugiere la presencia de pectinas con una menor presencia de ramificaciones o cadenas laterales, lo cual es coincidente con el parámetro de linealidad. Por otra parte, las pectinas presentes en los residuos fueron las que presentaron un número menor, lo cual implica una mayor presencia de ramificaciones.

Tabla 9: Linealidad, número de cadenas y longitud de las cadenas laterales para las muestras de café de higo

Muestra:	Café de higo	Linealidad	Número de cadenas laterales	Longitud de las cadenas laterales
Extracción H <sub>2</sub> O	Horno eléctrico	8.1±0.1cd*	68±3c	7.4±0.3ab
	Horno de leña	8.8±0.2c	76±1c	7.7±0.3ab
Extracción CDTA	Horno eléctrico	4.9±0.4de	32±6d	5.5±0.6c
	Horno de leña	9.4±2.0c	61±12cd	5.5±0.1c
Extracción Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Horno eléctrico	30.4±1.5a	198±16a	5.5±0.2c
	Horno de leña	17.1±0.4b	128±4b	6.5±0.4bc
Residuo	Horno eléctrico	6.4±0.5cde	57±6cd	7.9±0.1a
	Horno de leña	3.5±0.4e	33±5d	8.5±0.3a

\*Las letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre las muestras

En cuanto a la longitud de las cadenas laterales, los residuos son los que presentaron unos valores más elevados. Por otra parte, las extracciones en CDTA son las que presentaron una menor longitud de cadena lateral. La existencia de diferencias significativas entre las diferentes extracciones del café obtenido a partir de higo en horno eléctrico y en horno de leña indica que existe una cierta heterogeneidad en la estructura de los polisacáridos pécicos presentes en ambas fracciones, probablemente originada durante las diferentes etapas del procesado.

#### 4.2.5. Propiedades funcionales

Con el objetivo de profundizar en el conocimiento de las muestras de café de higo en las dos modalidades de producción, así como de las muestras comerciales, se determinaron propiedades funcionales que afectan tanto al proceso de hidratación, como la capacidad de hinchamiento y la capacidad de retención de agua, como una propiedad que afecta a la capacidad de retener moléculas orgánicas, como es el caso de la capacidad de retención de lípidos.

##### 4.2.5.1. Capacidad de hinchamiento (Sw)

En la **Tabla 10** pueden observarse los valores correspondientes a la capacidad de hinchamiento de las muestras de café de higo analizadas, es decir, la cantidad de agua que es capaz de absorber el producto por cada g de AIR.

Tal como se puede observar en dicha tabla, no se obtuvieron diferencias significativas ( $p > 0.05$ ) entre los valores correspondientes al hinchamiento para las muestras de café de higo producido en horno eléctrico y en horno de leña, presentando valores de 17±2 y 18±3 ml agua/g AIR, respectivamente.

Sin embargo, las muestras de café obtenido a partir de higos presentaron una capacidad de hinchamiento significativamente mayor ( $p>0.05$ ) que las muestras de café de malta y café convencional ( $4.7\pm 0.0$  y  $3.9\pm 0.1$  ml agua/g AIR, respectivamente).

*Tabla 10: Propiedades funcionales para las muestras de café de higo*

Muestra		Sw (ml agua/g AIR)	WRC (g agua/g AIR)	FAC (g aceite/g AIR)
Café de higo	Horno eléctrico	$17\pm 2a^*$	$5.1\pm 0.5a$	$4.1\pm 0.3a$
	Horno de leña	$18\pm 3a$	$4.8\pm 0.6a$	$3.9\pm 0.3a$

*\*Las letras diferentes indican diferencias significativas ( $p<0.05$ ) entre las muestras*

La capacidad de hinchamiento de las muestras, atribuida a los polisacáridos que forman la fibra alimentaria, ha sido relacionada con una disminución de los niveles de colesterol en sangre (Elleuch et al., 2011). Por tanto, cabe destacar que, en este aspecto, el café obtenido a partir de higos podría resultar más beneficioso para la salud que otras variedades comerciales de café.

#### 4.2.5.2. Capacidad de retención de agua (WRC)

La capacidad de retención de agua es la cantidad de agua que puede ser retenida por el producto después de ser sometida a un proceso de centrifugación y puede atribuirse principalmente al contenido en DF que presenta el producto analizado (Buenrostro-Figueroa et al., 2017).

Los resultados obtenidos correspondientes a la WRC de los AIRs obtenidos a partir de café de higo también se muestran en la **Tabla 10**.

En este caso, las muestras de café de higo elaboradas tanto en horno eléctrico como en horno de leña tampoco presentaron diferencias significativas ( $p>0.05$ ) con valores de  $5.1\pm 0.5$  y  $4.8\pm 0.6$  g agua/g AIR, respectivamente.

Sin embargo, sí que se obtuvieron diferencias significativas ( $p<0.05$ ) respecto al café convencional ( $3.9\pm 0.3$  g agua/g AIR) y respecto al café de malta, al presentar éste una WRC de tan sólo  $1.1\pm 0.1$  g agua/g AIR.

En la bibliografía, se han encontrado resultados similares reportados por Viuda-Martos et al., (2015) ( $3.20-5.00$  g agua/g muestra) y por Buenrostro-Figueroa et al., (2017) ( $3.74$  g/g muestra) para subproductos de higo. En el caso de subproductos de café convencional, Ballesteros et al., (2015) también obtuvieron valores similares para esta propiedad, comprendidos entre  $5.11$  y  $5.73$  g agua/g muestra.

La WRC se considera un parámetro importante para medir la capacidad de la DF para modificar el peso de las heces (Ballesteros et al., 2015), lo cual puede contribuir de forma positiva a regular el tránsito intestinal durante el proceso digestivo.

#### 4.2.5.3. Capacidad de retención de lípidos (FAC)

Los resultados obtenidos de la capacidad de retención de lípidos (FAC) para las muestras de higo también se muestran en la **Tabla 10**.

Como puede observarse, los valores obtenidos para la FAC de las muestras de higo elaboradas en horno eléctrico y en horno de leña ( $4.1\pm 0.3$  y  $3.9\pm 0.3$  g aceite/g AIR, respectivamente), no presentaron diferencias significativas ( $p>0.05$ ).

Estos valores tampoco fueron significativamente diferentes ( $p>0.05$ ) a los obtenidos para las muestras de café convencional y de café de malta ( $3.8\pm 0.9$  y  $5.0\pm 0.5$  g aceite/g AIR, respectivamente).

Por otra parte, los valores de FAC obtenidos en este trabajo son similares a los obtenidos para concentrado de fibra de zanahoria por Eim et al., (2008) ( $5.54\pm 0.05$  g aceite/g muestra) y por Chau et al. (2004) (1.50-6.56 g aceite/g muestra). Además, en el estudio realizado por Ballesteros et al. (2015) con subproductos de café convencional también se obtuvieron resultados similares (4.72-5.20 g aceite/g muestra).

### 4.3. Propiedades antioxidantes

En este apartado se presentan los resultados de las determinaciones tanto de compuestos con actividad antioxidante como es el caso de los polifenoles y los flavonoides, así como de la capacidad antioxidante de los extractos obtenidos a partir de las diferentes muestras de café y sucedáneos.

La capacidad antioxidante del café se atribuye tanto a sus antioxidantes naturales, como los compuestos fenólicos, como a antioxidantes provenientes de los procesos de tostado, como pueden ser las melanoidinas (Aguiar et al., 2016). Además de los importantes efectos del procesado, el contenido y la capacidad antioxidante pueden estar influenciados por otros factores como el color, el estado de madurez o la variedad del fruto (Arvaniti et al., 2019).

#### 4.3.1. Compuestos antioxidantes

Los ácidos fenólicos, en especial el ácido gálico y el ácido clorogénico, y los compuestos flavonoides son los compuestos antioxidantes con mayor presencia en los higos (Arvaniti et al., 2019). Es por ello que, a continuación, se presentan las concentraciones de estos compuestos tanto en las muestras de café de higo, como en las distintas muestras comerciales.

##### a) Fenólicos totales

Los resultados de los compuestos fenólicos totales para las diferentes muestras analizadas aparecen en la **Tabla 11**.

Tal como se puede observar en dicha tabla, la muestra de café de higo elaborada en horno eléctrico presentó valores de fenólicos totales significativamente mayores ( $p<0.05$ ) que la muestra de café de higo en horno de leña,  $23.6\pm 0.6$  y  $19.5\pm 0.4$  mg ácido gálico/ g

muestra, respectivamente. La causa de esta diferencia puede deberse a la diferente temperatura utilizada en la fase de tostado. Así, en el caso del café de higo elaborado en horno eléctrico, la elevada temperatura aplicada podría haber favorecido la formación de este tipo de compuestos (Arvaniti et al., 2019).

Por otra parte, cabe destacar que ambas muestras presentaron valores significativamente mayores ( $p < 0.05$ ) que otros tipos de café, como el café de mezcla de achicoria, higos y trigo ( $13.2 \pm 0.3$  mg ác. gálico/g muestra), el café convencional ( $10.3 \pm 0.9$  mg ác. gálico/g muestra) o el café de malta ( $3.2 \pm 0.2$  mg ác. gálico/g muestra), sólo siendo superados por el café de achicoria ( $28.4 \pm 0.3$  mg ác. gálico/g muestra).

**Tabla 11:** Contenido de polifenoles totales y flavonoides para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos

Muestra		Polifenoles totales (mg ác. gálico/g muestra)	Flavonoides (mg catequina/100 g muestra)
Café de higo	Horno eléctrico	$23.6 \pm 0.6b^*$	$1.21 \pm 0.09d$
	Horno de leña	$19.5 \pm 0.4c$	$1.13 \pm 0.08d$
Muestras comerciales	Malta	$3.2 \pm 0.2f$	$1.3 \pm 0.3cd$
	Convencional	$10.3 \pm 0.9e$	$3.924 \pm 0.015a$
	Achicoria	$28.4 \pm 0.3a$	$2.562 \pm 0.002b$
	Achicoria+trigo+higos	$13.2 \pm 0.3d$	$1.68 \pm 0.08c$

\*Letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre las muestras

De los resultados obtenidos se puede deducir que el café de higo, en ambas tipologías, podría clasificarse como un producto rico en componentes fenólicos, lo cual podría aportarle un valor añadido, además de la ausencia de cafeína, frente al café convencional.

A pesar de la formación de este tipo de compuestos durante el procesado, una gran parte de los componentes fenólicos detectados en las muestras de café, probablemente tienen su origen en el material de partida: los higos. De este modo, valores similares fueron obtenidos por Harzallah et al. (2016), quienes determinaron el contenido de fenólicos totales en higos de diferentes variedades, y observaron que este parámetro está relacionado con el color de la piel. Así, valores de 58, 60 y 40 mg ác. gálico/g de muestra fueron obtenidos en higos de color negro, morado y verde, respectivamente.

#### b) Flavonoides

Los compuestos flavonoides son un grupo de antioxidantes que se encuentra incluidos dentro del amplio grupo de los polifenoles. En la **Tabla 11** se muestran los valores obtenidos para el contenido de flavonoides presentes en las diferentes muestras analizadas.

Como puede observarse, las muestras de café de higo elaboradas en horno eléctrico y en horno de leña no presentaron diferencias significativas ( $p > 0.05$ ) en cuanto al contenido de flavonoides ( $1.21 \pm 0.09$  y  $1.13 \pm 0.08$  mg cat./100 g de muestra, respectivamente).

Además, el contenido de flavonoides del café de higo tampoco presentó diferencias significativas ( $p > 0.05$ ) con el café de malta, el cual contiene  $1.3 \pm 0.3$  mg cat./100 g muestra. No obstante, estos valores sí son significativamente inferiores ( $p < 0.05$ ) a los obtenidos para los otros tipos de café. De este modo, el café de mezcla de achicoria, trigo e higos presentó  $1.68 \pm 0.08$  mg cat./100 g, el café de achicoria  $2.562 \pm 0.002$  mg cat./100 g y el café convencional  $3.924 \pm 0.015$  mg cat./100 g de muestra.

Los valores determinados para los flavonoides presentes en el café de higo son comparables a otros valores encontrados en la bibliografía para diferentes variedades de higo. Por ejemplo, Viuda-Martos et al., (2015), obtuvieron 9.53 y 4.58 mg cat./100 g para la pulpa de las variedades de higo “cuello de dama” y “colar”, respectivamente; y Solomon et al., (2006) reportaron concentraciones comprendidas entre 2.1 y 21.5 mg cat./100 g, en función de la variedad de higo analizada.

#### 4.3.2. Capacidad antioxidante

La capacidad antioxidante atribuida a la fracción fenólica de los vegetales incluye no sólo múltiples compuestos químicos sino también diferentes mecanismos de actuación, de modo que, actualmente, como ya se ha comentado, no existe ninguna metodología analítica que permita obtener la capacidad antioxidante de un alimento en su totalidad (Arvaniti et al., 2019).

Por ese motivo, en este trabajo la capacidad antioxidante se determinó mediante la combinación de cuatro métodos analíticos; en concreto los métodos ABTS, CUPRAC, DPPH y FRAP, cada uno de ellos basado en una reacción química diferente. Dado que cada técnica de capacidad antioxidante se basa en un sistema químico y/o reacción diferentes, el valor del potencial antioxidante obtenido para cada muestra puede presentar grandes fluctuaciones en función de la técnica aplicada (Pellegrini et al., 2003).

Los resultados experimentales obtenidos mediante la aplicación de los métodos antioxidantes ABTS, CUPRAC, DPPH y FRAP a las diferentes muestras de café y sucedáneos se incluyen en la **Tabla 12**.

Tal como puede observarse en dicha tabla, en general, la muestra de café de higo elaborada en horno eléctrico presentó valores de capacidad antioxidante significativamente mayores ( $p < 0.05$ ) que la muestra de café de higo elaborada en horno de leña. De esta forma y de acuerdo con los ensayos ABTS, DPPH y FRAP, la muestra de café de higo producida en horno eléctrico presentó valores de  $58 \pm 2$ ,  $201 \pm 19$  y  $33 \pm 1$  mg trolox/g muestra, respectivamente; mientras que la muestra de café de higo en horno de leña presentó, para los mismos métodos, valores de  $45 \pm 1$ ,  $150 \pm 13$  y  $26 \pm 2$  mg trolox/g muestra.

Las diferencias encontradas entre los valores de capacidad antioxidante son posiblemente debidas a las diferentes condiciones utilizadas durante el procesado del producto. De hecho, se ha observado como la aplicación de niveles de procesado “intermedios” repercuten de forma positiva en la capacidad antioxidante, ya que en muchas ocasiones son el perfecto balance entre la degradación de compuestos fenólicos y la formación de productos de la reacción de Maillard (Aguiar et al., 2016; Esquivel &



Jiménez, 2012; Arvaniti et al., 2019). En el caso del horno de leña, el producto permanece un mayor tiempo expuesto a elevadas temperaturas, lo cual podría producir una mayor degradación de los compuestos con potencial actividad antioxidante y, en cambio, las altas temperaturas alcanzadas en el horno eléctrico podrían provocar la formación de productos con capacidad antioxidante.

**Tabla 12:** Capacidad antioxidante para las muestras de café de higo y para las muestras comerciales de café o sucedáneos

Muestra		ABTS (mg trolox/g muestra)	CUPRAC (mg trolox/g muestra)	DPPH (mg trolox/g muestra)	FRAP (mg trolox/g muestra)
Café de higo	Horno eléctrico	58±2a*	53±5ab	201±19a	33±1a
	Horno de leña	45±1b	46±1b	150±13b	26±2b
Muestras comerciales	Malta	5.8±0.8d	13±1c	30±6c	5.4±0.3c
	Convencional	46±6b	53±2ab	229±19a	31±4a
	Achicoria	65±2a	60±5a	223±23a	39±4a
	Achicoria+trigo+higos	32.6±1.2c	34±1c	150±13b	23±1b

\*Las letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) entre las muestras

En el caso del ensayo CUPRAC, aunque la muestra de café de higo elaborado en horno eléctrico también presentó, para la capacidad antioxidante, un valor medio más elevado (53±5 mg trolox/g muestra) que el café de higo producido en horno de leña (46±1 mg trolox/ g muestra) las diferencias no fueron, en este caso, significativas ( $p > 0.05$ ).

Respecto a las muestras comerciales de café y sucedáneos, se puede observar (**Tabla 12**) como las muestras de café de malta y de café mezcla de achicoria, trigo e higos presentaron valores de capacidad antioxidante significativamente inferiores ( $p < 0.05$ ) que el café de higo, independientemente del método utilizado para la determinación de la capacidad antioxidante. Por otra parte, las muestras de café convencional y de café de achicoria no presentaron diferencias significativas ( $p > 0.05$ ) respecto al café obtenido a partir de higos, obteniéndose, en general, valores similares de capacidad antioxidante para las diferentes metodologías utilizadas.

#### 4.3.3. Correlación entre compuestos y capacidad antioxidante

Con el objetivo de evaluar la posible correlación entre el contenido de compuestos antioxidantes y la capacidad antioxidante de todas las muestras, determinada a partir de la aplicación de los cuatro métodos utilizados, se calcularon los correspondientes coeficientes de correlación de Pearson ( $r$ ).

Como puede observarse en la **Tabla 13** los coeficientes de correlación entre los diferentes métodos para calcular la capacidad antioxidante y el contenido en fenólicos totales indican, en todos los casos, una correlación positiva ( $0.47 \leq r \leq 0.83$ ). Cabe destacar la elevada correlación entre los fenólicos y el método ABTS, así como con los métodos CUPRAC y FRAP. Esta correlación puede ser debida a la presencia de ácido gálico y

ácido clorogénico en las muestras ya que estos compuestos, presentes en los higos, contribuyen de forma sustancial a la expresión de la capacidad antioxidante (Arvaniti et al., 2019). Sin embargo, esta tendencia no se repite para los compuestos flavonoides, los cuales presentan una baja correlación tanto con los polifenoles como con la capacidad antioxidante.

Respecto a la posible correlación entre las diferentes metodologías (**Tabla 13**), todas las posibles combinaciones establecidas entre los diferentes métodos indicaron una correlación positiva y elevada, con valores de  $r \geq 0.85$ ; lo cual indica que todas ellas proporcionan valores comparables e intercambiables en la caracterización de la capacidad antioxidante de los distintos tipos de café.

Tal como puede observarse en la **Tabla 13**, los métodos antioxidantes que presentaron una mayor correlación son CUPRAC-FRAP, CUPRAC-ABTS y ABTS-FRAP. El motivo puede ser que presentan una elevada similitud en el número de electrones que el antioxidante puede ceder (Huang et al., 2005). Además, también se obtuvo una buena correlación entre los métodos CUPRAC-DPPH y FRAP-DPPH, lo cual es destacable, ya que, en la mayoría de los estudios realizados, en general, el método DPPH presenta una correlación muy baja con otras metodologías (González-Centeno et al., 2012).

*Tabla 13: Coeficientes de correlación de Pearson. Métodos analíticos de determinación de la capacidad antioxidante y compuestos fenólicos*

	Polifenoles	Flavonoides	ABTS	CUPRAC	DPPH	FRAP
Polifenoles	1					
Flavonoides	0.004	1				
ABTS	0.83	0.09	1			
CUPRAC	0.67	0.20	0.96	1		
DPPH	0.47	0.35	0.85	0.93	1	
FRAP	0.71	0.20	0.95	0.97	0.91	1

En general, los resultados de correlación entre métodos son comparables a los obtenidos por Dalmau et al. (2017), quienes obtuvieron correlaciones muy similares al comparar los métodos ABTS, CUPRAC, FRAP y el contenido en fenólicos totales presentes en muestras de manzana.

## 5. CONCLUSIONES

En el presente estudio, se ha caracterizado el café obtenido en un 100% a partir de higo (*Ficus carica*) en dos modalidades de producción, tostado en horno eléctrico y tostado en horno de leña. En concreto, para su evaluación se ha llevado a cabo una caracterización fisicoquímica general, un exhaustivo análisis de la fibra alimentaria, en particular de los polisacáridos pécticos, así como un estudio tanto de los compuestos como de la capacidad antioxidante de las muestras. Además, una gran parte de los resultados obtenidos han sido comparados con cuatro variedades comerciales de café y/o sucedáneos.

A partir de los resultados obtenidos se han podido extraer las siguientes conclusiones:

- El café elaborado a base de higos, en ambas modalidades de producción, se presenta como un producto con una estabilidad aceptable, como indican los datos relacionados con los parámetros de humedad, actividad de agua y pH.
- Desde un punto de vista nutricional, el café de higo presentó una composición química en la que destaca la presencia mayoritaria de azúcares solubles, seguida por un considerable porcentaje de fibra alimentaria y menores cantidades de proteína y lípidos.
- El café de higo producido en horno de leña presentó un contenido en fibra alimentaria superior al café de higo producido en horno eléctrico. Las altas temperaturas de tostado alcanzadas durante el tostado en horno eléctrico pueden ser las causantes de la degradación de los polisacáridos presentes en esta fracción.
- En cuanto a la fibra alimentaria, el café de higo, de ambas tipologías, se caracteriza por su alto contenido en pectinas, formadas principalmente por ácido galacturónico. Estos polisacáridos están asociados con la fibra denominada soluble, la cual es reconocida por sus efectos beneficiosos sobre la salud.
- Además, ambos tipos de café de higo presentaron valores importantes relativos a las propiedades funcionales relacionadas con el proceso de hidratación, en concreto Sw y WRC, en comparación con las muestras comerciales analizadas. Estas propiedades, en la literatura científica, también han sido relacionadas con numerosos efectos beneficiosos.
- Finalmente, el café de higo también se caracterizó por presentar un elevado contenido en compuestos polifenólicos, además de una considerable capacidad antioxidante. Por lo que respecta a ambos parámetros, el café de higo elaborado en horno eléctrico presentó unos valores superiores a los obtenidos para el café de higo elaborado en horno de leña. Esto puede ser debido a las elevadas temperaturas alcanzadas en la fase de tostado en horno eléctrico, las cuales pueden repercutir de forma positiva en la formación de nuevos compuestos, producto de las reacciones que ocurren durante esta fase, tales como la reacción de Maillard, contribuyendo así al aumento de la actividad antioxidante.

## 6. NOMENCLATURA

Abreviación	Descripción
<b>ABTS</b>	ácido 2,2'-Azinobis-(3-etilBenzoTiazolina-6-Sulfónico)
<b>AIR</b>	residuo insoluble en alcohol
<b>AOAC</b>	Association of Official Agricultural Chemists
<b>A<sub>w</sub></b>	actividad de agua
<b>CDTA</b>	ácido ciclohexano-trans-1,2-diaminotetracético
<b>CUPRAC</b>	cupric reducing antioxidant capacity
<b>DME</b>	grado de metilesterificación
<b>DPPH</b>	radical 2,2 difenilo-1-picrilhidrazilo
<b>FAC</b>	capacidad de retención de lípidos
<b>FRAP</b>	ferric reducing antioxidant power
<b>GA</b>	ácido gálico
<b>MeOH</b>	metanol
<b>ORAC</b>	oxygen radical absorbance capacity
<b>R</b>	residuo
<b>S<sub>w</sub></b>	hinchamiento
<b>WRC</b>	capacidad de retención de agua

## 7. BIBLIOGRAFÍA

- Abdul-Hamid, A., & Luan, Y. S. (2000). Functional properties of dietary fibre prepared from defatted rice bran. *Food Chemistry*, 68(1), 15–19. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(99\)00145-4](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(99)00145-4)
- Aboughe-Angone, S., Nguema-Ona, E., Ghosh, P., Lerouge, P., Ishii, T., Ray, B., & Driouich, A. (2008). Cell wall carbohydrates from fruit pulp of *Argania spinosa*: structural analysis of pectin and xyloglucan polysaccharides. *Carbohydrate Research*, 343(1), 67–72. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2007.10.018>
- Aguiar, J., Estevinho, B. N., & Santos, L. (2016). Microencapsulation of natural antioxidants for food application – The specific case of coffee antioxidants – A review. *Trends in Food Science & Technology*, 58, 21–39. <https://doi.org/10.1016/J.TIFS.2016.10.012>
- Alves, R. C., Soares, C., Casal, S., Fernandes, J. O., & Oliveira, M. (2010). Acrylamide in espresso coffee: Influence of species, roast degree and brew length. *Food Chemistry*, 119(3), 929–934. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2009.07.051>
- Solomon, A., Golubowicz, S., Yablowicz, Z., Grossman, S., Bergman, M., Gottlieb, H., Flaishman, M. A. (2006). Antioxidant Activities and Anthocyanin Content of Fresh Fruits of Common Fig (*Ficus carica* L.). <https://doi.org/10.1021/JF060497H>
- Apak, R., Güçlü, K., Özyürek, M., & Karademir, S. E. (2004). Novel Total Antioxidant Capacity Index for Dietary Polyphenols and Vitamins C and E, Using Their Cupric Ion Reducing Capability in the Presence of Neocuproine: CUPRAC Method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(26), 7970–7981. <https://doi.org/10.1021/jf048741x>
- Aronson, J. K. (2016). Caffeine. *Meyler's Side Effects of Drugs* (pp. 7–15). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53717-1.00432-7>
- Arvaniti, O. S., Samaras, Y., Gatidou, G., Thomaidis, N. S., & Stasinakis, A. S. (2019). Review on fresh and dried figs: Chemical analysis and occurrence of phytochemical compounds, antioxidant capacity and health effects. *Food Research International*, 119, 244–267. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2019.01.055>
- Ballesteros, L. F., Cerqueira, M. A., Teixeira, J. A., & Mussatto, S. I. (2015). Characterization of polysaccharides extracted from spent coffee grounds by alkali pretreatment. *Carbohydrate Polymers*, 127, 347–354. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2015.03.047>
- Ballesteros, L. F., Teixeira, J. A., & Mussatto, S. I. (2014). Chemical, Functional, and Structural Properties of Spent Coffee Grounds and Coffee Silverskin. *Food and Bioprocess Technology*, 7(12), 3493–3503. <https://doi.org/10.1007/s11947-014-1349-z>
- Basanta, M. F., de Escalada Plá, M. F., Stortz, C. A., & Rojas, A. M. (2013). Chemical and functional properties of cell wall polymers from two cherry varieties at two developmental stages. *Carbohydrate Polymers*, 92(1), 830–841. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2012.09.091>
- Bauzá, C. (2016). Fibra alimentaria: Caracterización Fisicoquímica de Variedades

- Autóctonas de Higo (*Ficus carica*) de las Islas Baleares. *Trabajo de Fin de Grado*.
- 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. <https://doi.org/10.1006/ABIO.1996.0292>
- Blumenkrantz, N., & Asboe-Hansen, G. (1973). New method for quantitative determination of uronic acids. *Analytical Biochemistry*, 54(2), 484–489. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/4269305>
- 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. [https://doi.org/10.1016/S0023-6438\(95\)80008-5](https://doi.org/10.1016/S0023-6438(95)80008-5)
- Buenrostro-Figueroa, J. J., Velázquez, M., Flores-Ortega, O., Ascacio-Valdés, J. A., Huerta-Ochoa, S., Aguilar, C. N., & Prado-Barragán, L. A. (2017). Solid state fermentation of fig (*Ficus carica* L.) by-products using fungi to obtain phenolic compounds with antioxidant activity and qualitative evaluation of phenolics obtained. *Process Biochemistry*, 62, 16–23. <https://doi.org/10.1016/J.PROCBIO.2017.07.016>
- Burton, R. A., Gidley, M. J., & Fincher, G. B. (2010). Heterogeneity in the chemistry, structure and function of plant cell walls. *Nature Chemical Biology*, 6(10), 724–732. <https://doi.org/10.1038/nchembio.439>
- Carpita, N. C., & Gibeaut, D. M. (1993). Structural models of primary cell walls in flowering plants: consistency of molecular structure with the physical properties of the walls during growth. *The Plant Journal*, 3(1), 1–30. <https://doi.org/10.1111/j.1365-313X.1993.tb00007.x>
- Chau, C. F., Chen, C. H., & Lee, M. H. (2004). Comparison of the characteristics, functional properties, and in vitro hypoglycemic effects of various carrot insoluble fiber-rich fractions. *LWT - Food Science and Technology*, 37(2), 155–160. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2003.08.001>
- Dalmau, M. E., Bornhorst, G. M., Eim, V., Rosselló, C., & Simal, S. (2017). Effects of freezing, freeze drying and convective drying on in vitro gastric digestion of apples. *Food Chemistry*, 215, 7–16. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2016.07.134>
- Davidson, M. H., McDonald, A.: Fiber: Forms and function. *Nutrition Research*, 18, 1998, pp. 617-624. (n.d.). Retrieved December 17, 2018, from <http://www.sciencedirect.com/reference/11635>
- Huang, D., Ou, B., & Prior, R. L. (2005). The Chemistry behind Antioxidant Capacity Assays. <https://doi.org/10.1021/JF030723C>
- Derriche, R., & Berrahmoune, K. S. (2007). Valorisation of olive oil cake by extraction of hemicelluloses. *Journal of Food Engineering*, 78(4), 1149–1154. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.12.026>
- DeVries, J. W. (2004). Dietary fiber: the influence of definition on analysis and regulation. *Journal of AOAC International*, 87(3), 682–706. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15287669>
- di Donfrancesco, B., Gutierrez Guzman, N., & Chambers, E. (2018). Similarities and differences in sensory properties of high quality Arabica coffee in a small region of Colombia. *Food Research International*.

<https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2018.08.090>

- Dong, W., Hu, R., Long, Y., Li, H., Zhang, Y., Zhu, K., & Chu, Z. (2019). Comparative evaluation of the volatile profiles and taste properties of roasted coffee beans as affected by drying method and detected by electronic nose, electronic tongue, and HS-SPME-GC-MS. *Food Chemistry*, 272, 723–731. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2018.08.068>
- Drake, S. L., & Drake, M. A. (2011). Comparison of salty taste and time intensity of sea and land salts from around the world. *Journal of Sensory Studies*, 26(1), 25–34. <https://doi.org/10.1111/j.1745-459X.2010.00317.x>
- Ebringerová, A., Hromádková, Z., & Heinze, T. (2005). Hemicellulose. *Polysaccharides I* (pp. 1–67). Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag. <https://doi.org/10.1007/b136816>
- Eim, V. S., Simal, S., Rosselló, C., & Femenia, A. (2008). Effects of addition of carrot dietary fibre on the ripening process of a dry fermented sausage (sobrassada). *Meat Science*, 80(2), 173–182. <https://doi.org/10.1016/J.MEATSCI.2007.11.017>
- Eim, V. S., Simal, S., Rosselló, C., Femenia, A., & Bon, J. (2013). Optimisation of the addition of carrot dietary fibre to a dry fermented sausage (sobrassada) using artificial neural networks. *Meat Science*, 94(3), 341–348. <https://doi.org/10.1016/J.MEATSCI.2013.02.009>
- Elleuch, M., Bedigian, D., Roiseux, O., Besbes, S., Blecker, C., & Attia, H. (2011). Dietary fibre and fibre-rich by-products of food processing: Characterisation, technological functionality and commercial applications: A review. *Food Chemistry*, 124(2), 411–421. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2010.06.077>
- Ercisli, S., Tosun, M., Karlidag, H., Dzubur, A., Hadziabulic, S., & Aliman, Y. (2012). Color and Antioxidant Characteristics of Some Fresh Fig (*Ficus carica* L.) Genotypes from Northeastern Turkey. *Plant Foods for Human Nutrition*, 67(3), 271–276. <https://doi.org/10.1007/s11130-012-0292-2>
- Esquivel, P., & Jiménez, V. M. (2012). Functional properties of coffee and coffee by-products. *Food Research International*, 46(2), 488–495. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2011.05.028>
- Femenia, A., Bestard, M., Sanjuan, N., Rosselló, C., & Mulet, A. (2000). Effect of rehydration temperature on the cell wall components of broccoli (*Brassica oleracea* L. Var. italica) plant tissues. *Journal of Food Engineering*, 46(3), 157–163. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(00\)00078-9](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(00)00078-9)
- Femenia, A., Garosi, P., Roberts, K., Waldron, K. W., Selvendran, R. R., & Robertson, J. A. (1998). Tissue-related changes in methyl-esterification of pectic polysaccharides in cauliflower (*Brassica oleracea* L. var. botrytis) stems. *Planta*, 205(3), 438–444. <https://doi.org/10.1007/s004250050341>
- Franca, A. S., Mendonça, J. C. F., & Oliveira, S. D. (2005). Composition of green and roasted coffees of different cup qualities. *LWT - Food Science and Technology*, 38(7), 709–715. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2004.08.014>
- Gabriellii, I., Gatenholm, P., Glasser, W., Jain, R., & Kenne, L. (2000). Separation, characterization and hydrogel-formation of hemicellulose from aspen wood. *Carbohydrate Polymers*, 43(4), 367–374. [https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(00\)00181-8](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(00)00181-8)

- Gaspar, S., & Ramos, F. (2016). Caffeine: Consumption and Health Effects. *Encyclopedia of Food and Health*, 573–578. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-384947-2.00099-4>
- Gökmen, V., & Anese, M. (2016). Acrylamide in Coffee and Coffee Substitutes. *Acrylamide in Food*, 181–195. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-802832-2.00009-7>
- Gökmen, V., & Şenyuva, H. Z. (2006). Study of colour and acrylamide formation in coffee, wheat flour and potato chips during heating. *Food Chemistry*, 99(2), 238–243. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2005.06.054>
- González-Centeno, M. R., Rosselló, C., Simal, S., Garau, M. C., López, F., & Femenia, A. (2010). Physico-chemical properties of cell wall materials obtained from ten grape varieties and their byproducts: grape pomaces and stems. *LWT - Food Science and Technology*, 43(10), 1580–1586. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2010.06.024>
- González-Centeno, M. R., Jourdes, M., Femenia, A., Simal, S., Rosselló, C., & Teissedre, P. L. (2012). Proanthocyanidin Composition and Antioxidant Potential of the Stem Winemaking Byproducts from 10 Different Grape Varieties (*Vitis vinifera L.*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(48), 11850–11858. <https://doi.org/10.1021/jf303047k>
- Harzallah, A., Bhourri, A. M., Amri, Z., Soltana, H., & Hammami, M. (2016). Phytochemical content and antioxidant activity of different fruit parts juices of three figs (*Ficus carica L.*) varieties grown in Tunisia. *Industrial Crops and Products*, 83, 255–267. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2015.12.043>
- Hosseini, S. S., Khodaiyan, F., & Yarmand, M. S. (2016). Optimization of microwave assisted extraction of pectin from sour orange peel and its physicochemical properties. *Carbohydrate Polymers*, 140, 59–65. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.12.051>
- Janissen, B., & Huynh, T. (2018). Chemical composition and value-adding applications of coffee industry by-products: A review. *Resources, Conservation and Recycling*, 128, 110–117. <https://doi.org/10.1016/J.RESCONREC.2017.10.001>
- Jarvis, M. C. (2011). Plant cell walls: Supramolecular assemblies. *Food Hydrocolloids*, 25(2), 257–262. <https://doi.org/10.1016/J.FOODHYD.2009.09.010>
- Kaya, M., Sousa, A. G., Crépeau, M.-J., Sørensen, S. O., & Ralet, M. C. (2014). Characterization of citrus pectin samples extracted under different conditions: influence of acid type and pH of extraction. *Annals of Botany*, 114(6), 1319–1326.
- Le Page, J. F., Mirade, P. S., & Daudin, J. D. (2010). Development of a device and method for the time-course estimation of low water fluxes and mean surface water activity of food products during ripening and storage. *Food Research International*, 43(4), 1180–1186. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2010.02.014>
- Lee, S. J., Kim, M. K., & Lee, K. G. (2017). Effect of reversed coffee grinding and roasting process on physicochemical properties including volatile compound profiles. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 44, 97–102. <https://doi.org/10.1016/J.IFSET.2017.07.009>
- Ludwig, I. A., Sanchez, L., Caemmerer, B., Kroh, L. W., De Peña, M. P., & Cid, C. (2012). Extraction of coffee antioxidants: Impact of brewing time and method. *Food Research International*, 48(1), 57–64.



<https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2012.02.023>

- Manrique, G. D., & Lajolo, F. M. (2002). FT-IR spectroscopy as a tool for measuring degree of methyl esterification in pectins isolated from ripening papaya fruit. *Postharvest Biology and Technology* (Vol. 1). Elsevier. Retrieved from <https://www.infona.pl/resource/bwmeta1.element.elsevier-6f2bcd43-582d-3f52-802d-f510ac57b442>
- Marín, F. R., Soler-Rivas, C., Benavente-García, O., Castillo, J., & Pérez-Alvarez, J. A. (2007). By-products from different citrus processes as a source of customized functional fibres. *Food Chemistry*, *100*(2), 736–741. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2005.04.040>
- Mopuri, R., Ganjayi, M., Meriga, B., Koorbanally, N. A., & Islam, M. S. (2018). The effects of *Ficus carica* on the activity of enzymes related to metabolic syndrome. *Journal of Food and Drug Analysis*, *26*(1), 201–210. <https://doi.org/10.1016/J.JFDA.2017.03.001>
- Moreira, A. S. P., Nunes, F. M., Simões, C., Maciel, E., Domingues, P., Domingues, M. R. M., & Coimbra, M. A. (2017). Data on coffee composition and mass spectrometry analysis of mixtures of coffee related carbohydrates, phenolic compounds and peptides. *Data in Brief*. <https://doi.org/10.1016/j.dib.2017.05.027>
- Mussatto, S. I., Machado, E. M. S., Martins, S., & Teixeira, J. A. (2011). Production, Composition, and Application of Coffee and Its Industrial Residues. *Food and Bioprocess Technology*, *4*(5), 661–672. <https://doi.org/10.1007/s11947-011-0565-z>
- Ochoa-Villarreal, M., Aispuro-Hernández, E., Vargas-Arispuro, I., & Martínez-Téllez, M. A. (2012). Plant Cell Wall Polymers: Function, Structure and Biological Activity of Their Derivatives. In *Polymerization*. InTech. <https://doi.org/10.5772/46094>
- Olson, A., Gray, G. M., & Chiu, M. (1987). *Chemistry and analysis of soluble dietary fiber*. *Food technology (USA)*. Institute of Food Technologists. Retrieved from <http://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=US8845398>
- Owino, W. O., Nakano, R., Kubo, Y., & Inaba, A. (2004). Alterations in cell wall polysaccharides during ripening in distinct anatomical tissue regions of the fig (*Ficus carica* L.) fruit. *Postharvest Biology and Technology*, *32*(1), 67–77. <https://doi.org/10.1016/J.POSTHARVBIO.2003.10.003>
- Pappas, C. S., Malovikova, A., Hromadkova, Z., Tarantilis, P. A., Ebringerova, A., & Polissiou, M. G. (2004). Determination of the degree of esterification of pectinates with decyl and benzyl ester groups by diffuse reflectance infrared Fourier transform spectroscopy (DRIFTS) and curve-fitting deconvolution method. *Carbohydrate polymers*. Elsevier Science Pub. Co. Retrieved from <http://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=US201300979393>
- Pellegrini, N., Serafini, M., Colombi, B., Del Rio, D., Salvatore, S., Bianchi, M., & Brighenti, F. (2003). Total Antioxidant Capacity of Plant Foods, Beverages and Oils Consumed in Italy Assessed by Three Different In Vitro Assays. *The Journal of Nutrition*, *133*(9), 2812–2819. <https://doi.org/10.1093/jn/133.9.2812>
- Pérez, M. del M., Ghinea, R., Rivas, M. J., Yebra, A., Ionescu, A. M., Paravina, R. D., & Herrera, L. J. (2016). Development of a customized whiteness index for dentistry based on CIELAB color space. *Dental Materials*, *32*(3), 461–467. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.12.008>

- Polizeli, M., Rizzatti, A., Monti, R., Terenzi, H. F., Jorge, J. A., & Amorim, D. S. (2005). Xylanases from fungi: properties and industrial applications. *Applied Microbiology and Biotechnology*, *67*(5), 577–591. <https://doi.org/10.1007/s00253-005-1904-7>
- Prior, R. L., Wu, X., & Schaich, K. (2005). Standardized Methods for the Determination of Antioxidant Capacity and Phenolics in Foods and Dietary Supplements. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *53*(10), 4290–4302. <https://doi.org/10.1021/jf0502698>
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M., & Rice-Evans, C. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radical Biology & Medicine*, *26*(9–10), 1231–1237. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/10381194>
- Redgwell, R. J., & Selvendran, R. (1986). Structural features of cell-wall polysaccharides of onion *Allium cepa*. *Carbohydrate Research*, *157*, 183–199. [https://doi.org/10.1016/0008-6215\(86\)85068-6](https://doi.org/10.1016/0008-6215(86)85068-6)
- Rodríguez-González, V. M., Femenia, A., González-Laredo, R. F., Rocha-Guzmán, N. E., Gallegos-Infante, J. A., Candelas-Cadillo, M. G., Rosselló, C. (2011). Effects of pasteurization on bioactive polysaccharide acemannan and cell wall polymers from *Aloe barbadensis* Miller. *Carbohydrate Polymers*, *86*(4), 1675–1683. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.084>
- Sadia, H., Ahmad, M., Sultana, S., Abdullah, A. Z., Teong, L., Zafar, M., & Bano, A. (2014). Nutrient and mineral assessment of edible wild fig and mulberry fruits. *Fruits*, *69*(2), 159–166. <https://doi.org/10.1051/fruits/2014006>
- Samoggia, A., & Riedel, B. (2018). Coffee consumption and purchasing behavior review: Insights for further research. *Appetite*, *129*, 70–81. <https://doi.org/10.1016/J.APPET.2018.07.002>
- Scheller, H. V., & Ulvskov, P. (2010). Hemicelluloses. *Annual Review of Plant Biology*, *61*(1), 263–289. <https://doi.org/10.1146/annurev-arplant-042809-112315>
- Sedaghat, S., & Rahemi, M. (2018). Effects of physio-chemical changes during fruit development on nutritional quality of fig (*Ficus carica* L. var. ‘Sabz’) under rain-fed condition. *Scientia Horticulturae*, *237*, 44–50. <https://doi.org/10.1016/J.SCIENTA.2018.04.003>
- Sezer, B., Apaydin, H., Bilge, G., & Boyaci, I. H. (2018). Coffee arabica adulteration: Detection of wheat, corn and chickpea. *Food Chemistry*, *264*, 142–148. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2018.05.037>
- Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965). *Colorimetry of Total Phenolics with Phosphomolybdic-Phosphotungstic acid reagents*. *American Journal of Enology and Viticulture* (Vol. 16). American Society of Enologists. Retrieved from <http://www.ajevonline.org/content/16/3/144>
- Sun, R., Fang, J. M., & Tomkinson, J. (2000). Characterization and esterification of hemicelluloses from rye straw. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *48*(4), 1247–1252. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/10775380>
- Tejada-Ortigoza, V., Garcia-Amezquita, L. E., Serna-Saldívar, S. O., & Welti-Chanes, J. (2016). Advances in the Functional Characterization and Extraction Processes of Dietary Fiber. *Food Engineering Reviews*, *8*(3), 251–271. <https://doi.org/10.1007/s12393-015-9134-y>

- Vallejo, F., Marín, J. G., & Tomás-Barberán, F. A. (2012). Phenolic compound content of fresh and dried figs (*Ficus carica* L.). *Food Chemistry*, *130*(3), 485–492. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2011.07.032>
- Viuda-Martos, M., Barber, X., Pérez-Álvarez, J. A., & Fernández-López, J. (2015). Assessment of chemical, physico-chemical, techno-functional and antioxidant properties of fig (*Ficus carica* L.) powder co-products. *Industrial Crops and Products*, *69*, 472–479. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2015.03.005>
- Wang, W., Ma, X., Jiang, P., Hu, L., Zhi, Z., Chen, J., Liu, D. (2016). Characterization of pectin from grapefruit peel: A comparison of ultrasound-assisted and conventional heating extractions. *Food Hydrocolloids*, *61*, 730–739. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.06.019>
- Wang, X., & Lim, L.-T. (2015). Physicochemical Characteristics of Roasted Coffee. *Coffee in Health and Disease Prevention*, 247–254. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-409517-5.00027-9>
- Willats, W. G. ., Knox, J. P., & Mikkelsen, J. D. (2006). Pectin: new insights into an old polymer are starting to gel. *Trends in Food Science & Technology*, *17*(3), 97–104. <https://doi.org/10.1016/J.TIFS.2005.10.008>
- Wojdyło, A., Nowicka, P., Carbonell-Barrachina, A., & Hernández, F. (2016). Phenolic compounds, antioxidant and antidiabetic activity of different cultivars of *Ficus carica* L. fruits. *Journal of Functional Foods*, *25*, 421–432. <https://doi.org/10.1016/J.JFF.2016.06.015>
- Yapo, B. M. (2011). Pectic substances: From simple pectic polysaccharides to complex pectins- A new hypothetical model. *Carbohydrate Polymers*, *86*(2), 373–385. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.05.065>