

# Influence of microwave drying process on microstructure and thermodynamic properties of nopal cladodes

## Influencia del proceso de secado por microondas sobre la microestructura y las propiedades termodinámicas de cladodios de nopal

Leidy Laura Cruz-de la Cruz<sup>1</sup>; Teodoro Espinosa-Solares<sup>2\*</sup>; Miguel Ángel Aguilar-Méndez<sup>3</sup>; Diana Guerra-Ramírez<sup>2</sup>; Guadalupe Hernández-Eugenio<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidad de la Costa, Ingeniería en Agroindustrias. Carretera al Libramiento Paraje de Las Pulgas, Pinotepa Nacional, Oaxaca, C. P. 71606, MÉXICO.

<sup>2</sup>Universidad Autónoma Chapingo. Carretera México-Texcoco km 38.5, Texcoco, Estado de México, C. P. 56230, MÉXICO.

<sup>3</sup>CICATA-Legaria, Instituto Politécnico Nacional. Legaria núm. 694, Ciudad de México, C. P. 11500, MÉXICO.

\*Corresponding author: t.espinosa.s@taurus.chapingo.mx

### Abstract

**Introduction:** The drying of nopal offers an alternative for their preservation, storage, handling and consumption.

**Objective:** The effects of microwave drying on the microstructural characteristics of nopal and their thermodynamic properties at the food-water interface were evaluated.

**Methodology:** Nopal cladodes were microwave-dried by applying powers of 75 and 158 kW·kg<sup>-1</sup>. Microstructure of the samples was evaluated by Scanning Electron Microscope. Adsorption isotherms were determined at temperatures of 10, 20, 30 and 40 °C. Net isosteric heat (q<sub>st</sub>) was calculated using the Clausius-Clapeyron equation and the Peleg model.

**Results:** Samples dehydrated at 75 kW·kg<sup>-1</sup> showed greater preservation of their internal and external structure. When applying a higher power (158 kW·kg<sup>-1</sup>), greater damage was observed in the microstructure of the material. Type III adsorption isotherm curves were obtained according to the Brunauer classification. The q<sub>st</sub> of the dehydrated nopal was 7.51 kJ·mol<sup>-1</sup> for a moisture content of 0.05 kg<sub>H<sub>2</sub>O</sub>·kg<sup>-1</sup>.

**Limitations of the study:** The results obtained are valid only for microwave drying by applying powers of 75 and 158 kW·kg<sup>-1</sup>.

**Originality:** This work proposes the microwave drying of nopal as an alternative method that reduces drying time and allows the preservation of the material's structural properties.

**Conclusions:** The power applied in the microwave drying of nopal had a direct impact on the microstructure of the samples. The use of a power of 75 kW·kg<sup>-1</sup> was the best drying condition to preserve the structures constituting the cladodes.

### Resumen

**Introducción:** El secado del nopal proporciona una alternativa para su conservación, almacenamiento, manipulación y consumo.

**Objetivo:** Evaluar los efectos del secado por microondas sobre las características microestructurales del nopal y sus propiedades termodinámicas en la interfaz alimento-agua.

**Metodología:** Los cladodios de nopal se secaron en microondas a 75 y 158 kW·kg<sup>-1</sup>. La microestructura de las muestras se evaluó mediante microscopía electrónica de barrido. Las isotermas de adsorción se determinaron a 10, 20, 30 y 40 °C. El calor isostérico neto (q<sub>st</sub>) se calculó con la ecuación de Clausius-Clapeyron y el modelo de Peleg.

**Resultados:** En las muestras deshidratadas a 75 kW·kg<sup>-1</sup> hubo mayor preservación de estructuras internas y externas. Al aplicar 158 kW·kg<sup>-1</sup> se observaron mayores daños en la microestructura del material. Las curvas de isotermas de adsorción del tipo III se obtuvieron conforme a la clasificación de Brunauer. El q<sub>st</sub> del nopal deshidratado fue de 7.51 kJ·mol<sup>-1</sup>, para un contenido de humedad de 0.05 kg<sub>H<sub>2</sub>O</sub>·kg<sup>-1</sup>.

**Limitaciones del estudio:** Los resultados obtenidos son válidos únicamente para secado por microondas aplicando potencias de 75 y 158 kW·kg<sup>-1</sup>.

**Originalidad:** Se propone el secado de nopal por microondas como un método alternativo que reduce el tiempo de secado y permite la conservación de las propiedades estructurales del material.

**Conclusiones:** La potencia aplicada en el secado de nopal por microondas tuvo un impacto directo sobre la microestructura de las muestras. El uso de 75 kW·kg<sup>-1</sup> fue la mejor condición de secado para conservar las estructuras de los cladodios.

**Keywords:** dehydrated nopal, microstructural characteristics, microscopy, adsorption isotherms, net isosteric heat.

**Palabras clave:** nopal deshidratado, características microestructurales, microscopía, isotermas de adsorción, calor isostérico neto.

## Introduction

The nopal is a xerophytic plant belonging to the genus *Opuntia* that has physiological and morphological adaptations that allow it to live and grow under water-deficit conditions (Marín-Bustamante et al., 2018). Its flattened stems perform the photosynthetic process and are technically known as cladodes. The plant has mechanisms that allow water retention and low loss through evaporation and transpiration (Guevara-Figueroa et al., 2010).

Cladodes are vegetables rich in dietary fiber, carbohydrates, proteins, amino acids, vitamins, and minerals such as potassium, magnesium and calcium (Contreras-Padilla et al., 2016; Shedbalkar, Adki, Jadhav, & Bapat, 2010). Numerous medicinal properties have been documented in the literature, including as a treatment for diabetes, gastritis and hypocholesterolemia (Avila-Nava et al., 2014). Additionally, they have been reported to be useful in the treatment of burns, wounds, edema, and indigestion (Park & Chun, 2001). Other authors report properties such as antioxidant, anti-ulcerogenic (Galati et al., 2003), anti-viral, anti-inflammatory and healing activity (Aruwa, Amoo, & Kudanga, 2018).

The drying of nopal cladodes offers an alternative for their preservation, storage, handling and consumption, as well as an ingredient in a wide range of food products (López, de Ita, & Vaca, 2009). However, this operation is impeded by the cuticle (García-Saucedo, Valdez-Morales, Valverde, Cruz-Hernández, & Paredes-López, 2005). Microwave drying has been shown to provide uniformity in energy application, high thermal conductivity, reduced drying time, energy savings and advantages such as space utilization, easy cleaning, precise process control and quick start-up (Chahbani et al., 2018; Chandrasekaran, Ramanathan, & Basak, 2013; Chizoba-Ekezie, Sun, Han, & Cheng, 2017; Dadali, Demirhan, & Özbek, 2008; Guo, Sun, Cheng, & Han, 2017; Pereira, Marsaioli, & Ahrné, 2007; Pu, Li, Hui, & Raghavan, 2016; Therdthai & Zhou, 2009; Vongpradubchai & Rattanadecho, 2009; Wang et al., 2019). However, microwave drying can cause excessive heating, which can result in physical damage to the product such as carbonization, color loss and uneven temperature distribution (Vadivambal & Jayas, 2007), causing negative effects on the structure, color, porosity and elasticity of the product (Fernandes, Rodrigues, Law, & Mujumdar, 2011), and a possible change in chemical composition.

Adsorption isotherms allow optimizing drying processes, dehydrator design, microbiological control, evaluation of storage stability, prediction of the useful life of the product by determining the change in moisture during its shelf life and selection of packaging material (Amiri-Chayjan & Esna-Ashari, 2010; Ciro, Osorio, & Cortés, 2008; Vega-Gálvez, Lara-Aravena, & Lemus-

## Introducción

El nopal es una planta xerófila perteneciente al género *Opuntia* con adaptaciones fisiológicas y morfológicas que le permiten vivir y crecer en condiciones de déficit hídrico (Marín-Bustamante et al., 2018). Sus tallos aplanados realizan el proceso fotosintético y se conocen técnicamente como cladodios. La planta tiene mecanismos que le permiten la retención de agua y una baja pérdida por evaporación y transpiración (Guevara-Figueroa et al., 2010).

Los cladodios son vegetales ricos en fibra dietética, carbohidratos, proteínas, aminoácidos, vitaminas, y minerales como potasio, magnesio y calcio (Contreras-Padilla et al., 2016; Shedbalkar, Adki, Jadhav, & Bapat, 2010). En la literatura, se han atribuido numerosas propiedades medicinales a los cladodios, incluso como tratamiento para diabetes, gastritis e hipocolesterolemia (Avila-Nava et al., 2014). Además, se ha informado su utilidad en el tratamiento de quemaduras, heridas, edemas e indigestión (Park & Chun, 2001). Otros autores han reportado que presenta propiedades antioxidantes, antiulcerogénicas (Galati et al., 2003), antivirales, antiinflamatorias y curativas (Aruwa, Amoo, & Kudanga, 2018).

El secado de los cladodios de nopal proporciona una alternativa para su conservación, almacenamiento, manipulación y consumo, así como ingrediente en una amplia gama de productos alimenticios (López, de Ita, & Vaca, 2009). Sin embargo, esta operación se ve obstaculizada por la cutícula (García-Saucedo, Valdez-Morales, Valverde, Cruz-Hernández, & Paredes-López, 2005). Se ha demostrado que el secado por microondas proporciona uniformidad en la aplicación de la energía, alta conductividad térmica, reducción del tiempo de secado, ahorro de energía, y ventajas como el aprovechamiento del espacio, facilidad de limpieza, control preciso del proceso e inicio rápido (Chahbani et al., 2018; Chandrasekaran, Ramanathan, & Basak, 2013; Chizoba-Ekezie, Sun, Han, & Cheng, 2017; Dadali, Demirhan, & Özbek, 2008; Guo, Sun, Cheng, & Han, 2017; Pereira, Marsaioli, & Ahrné, 2007; Pu, Li, Hui, & Raghavan, 2016; Therdthai & Zhou, 2009; Vongpradubchai & Rattanadecho, 2009; Wang et al., 2019). No obstante, el secado por microondas puede causar calentamiento excesivo, lo cual puede originar daños físicos en el producto como carbonización, pérdida de color y distribución desigual de la temperatura (Vadivambal & Jayas, 2007), lo que ocasiona efectos negativos en la estructura, el color, la porosidad y la elasticidad del producto (Fernandes, Rodrigues, Law, & Mujumdar, 2011), y un posible cambio en la composición química.

Las isoterms de adsorción permiten optimizar el proceso de secado, el diseño del deshidratador,

Mondaca, 2006). Net isosteric heat ( $q_{st}$ ) is a measure of the attraction forces between the water molecules and the surface of the food substrate (Al-Muhtaseb, Al-Harashseh, Hararah, & Magee, 2010). The  $q_{st}$  provides an idea of the microstructure associated with the food and the physical interpretation of the food-water interface (McMinn & Magee, 2003; Moraes, Rosa, & Pinto, 2008; Toğrul & Arslan, 2006). In the literature,  $q_{st}$  has been determined for a great diversity of foods, finding values between 10-75  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ , varying according to the drying method, the contact area of the materials, and the resulting mass and heat transfer phenomena (Chenlo, Moreira, Prieto, & Torres, 2011; Miranda et al., 2012; Rohitha-Prasantha & Amunogoda, 2013; Singh, Mishra, & Saha, 2011; Yogendrarajah, Samapundo, Devlieghere, de Saeger, & de Meulenaer, 2015).

Although nopal is a widely accepted food in Mexico, it is mainly consumed fresh, so there is very little scientific information on processes to prolong its shelf life. Medina-Torres, Gallegos-Infante, González-Laredo, and Rocha-Guzman (2008) evaluated the effect of convective and osmotic drying on mechanical properties of nopal, and reported that nopal samples dried by the former method preserved their mechanical properties in a better way. However, some other reports point out that use of convective drying may cause quality alteration of dried foods (Chahbani et al., 2018; Giri & Prasad, 2007). In view of the above, the aim of this research was to elucidate the effect of microwave drying, at two specific powers (75 and 158  $\text{kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ ), on the microstructural characteristics of dehydrated nopal. In addition, isotherms at different temperatures (10, 20, 30 and 40 °C) and net isosteric heat ( $q_{st}$ ) were used as tools to explain the interaction of water with the matrix of the nopal cladodes.

## Materials and methods

### Raw material

The nopal cladodes used in the experimentation were from the Atlixco variety, which were acquired in Otumba, State of Mexico. Homogeneous pieces weighing between 120-130 g, with thickness of 5-7 mm, intermediate maturity and no mechanical damages, were selected. The cladodes that comprised the sample were washed and peeled (the spines were removed, and the tips were trimmed), in order to finally obtain pieces of 12.5 cm in length and  $64.2 \pm 0.38$  g in weight.

### Microwave drying

Samples with  $92.91 \pm 0.19$  % moisture were intermittently dehydrated in a microwave oven (Ms 1446SQP, LG brand, with internal dimensions of 0.37 x 0.36 x 0.23 m, a voltage of 120 V, and frequency of 2450 MHz) by applying powers of 75 and 158  $\text{kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ ,

el control microbiológico, la evaluación de la estabilidad de almacenamiento y la predicción de la vida útil del producto al determinar el cambio de humedad durante su vida de anaquel y la selección del material de envasado (Amiri-Chayjan & Esna-Ashari, 2010; Ciro, Osorio, & Cortés, 2008; Vega-Gálvez, Lara-Aravena, & Lemus-Mondaca, 2006). El calor isostérico neto ( $q_{st}$ ) es una medida de las fuerzas de atracción entre las moléculas de agua y la superficie del sustrato alimenticio (Al-Muhtaseb, Al-Harashseh, Hararah, & Magee, 2010). El  $q_{st}$  proporciona una idea de la microestructura asociada al alimento y la interpretación física de la interfaz alimento-agua (McMinn & Magee, 2003; Moraes, Rosa, & Pinto, 2008; Toğrul & Arslan, 2006). En la literatura, el  $q_{st}$  se ha determinado para una gran diversidad de alimentos, encontrando valores entre 10 y 75  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ , que varían según el método de secado, la zona de contacto de los materiales, y los fenómenos resultantes de transferencia de masa y calor (Chenlo, Moreira, Prieto, & Torres, 2011; Miranda et al., 2012; Rohitha-Prasantha & Amunogoda, 2013; Singh, Mishra, & Saha, 2011; Yogendrarajah, Samapundo, Devlieghere, de Saeger, & de Meulenaer, 2015).

Aunque el nopal es un alimento ampliamente aceptado en México, su consumo es principalmente en fresco, por lo que hay muy poca información científica sobre los procesos para prolongar su vida de anaquel. Medina-Torres, Gallegos-Infante, González-Laredo, y Rocha-Guzmán (2008) evaluaron el efecto del secado convectivo y el osmótico sobre las propiedades mecánicas del nopal, y observaron que las muestras de nopal secadas con el primer método conservaron sus propiedades mecánicas de una mejor manera. Sin embargo, algunos estudios señalan que el secado por convección puede causar alteración en la calidad de los alimentos deshidratados (Chahbani et al., 2018; Giri & Prasad, 2007). Considerando lo anterior, el objetivo de esta investigación fue elucidar el efecto del secado por microondas bajo dos potencias específicas (75 y 158  $\text{kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ ) sobre las características microestructurales del nopal deshidratado. Además, se utilizaron las isoterms de adsorción a diferentes temperaturas (10, 20, 30 y 40 °C) y el calor isostérico neto ( $q_{st}$ ) como herramientas para explicar la interacción del agua con la matriz de los cladodios de nopal.

## Materiales y métodos

### Materia prima

Los cladodios de nopal utilizados fueron de la variedad Atlixco, los cuales se adquirieron en Otumba, Estado de México. Se seleccionaron piezas homogéneas de entre 120 y 130 g, grosor de 5 a 7 mm, madurez intermedia y sin daños mecánicos. Los cladodios que integraban la muestra se lavaron y se limpiaron (se retiraron las espinas y se recortaron las puntas),



until reducing the moisture to  $7.72 \pm 0.515$  %. Once dry, the samples were stored in plastic bags at room temperature until the analyses were performed. The surface temperature of cladodes was measured using an infrared thermometer (Fluke 561, Fluke®, USA). For each drying condition three replicates were used.

### Microstructure analysis and microanalysis

The study of the microstructure and elemental analysis were performed using a scanning electron microscope (JSM-6390 LV, JEOL, Japan), equipped with an energy-dispersive X-ray (EDS) detector and a Peltier cooling stage. Dried nopal samples were mounted on brass sample holders using double-sided carbon tape and coated with gold under vacuum sputtering (Desk IV, Denton Vacuum). Elemental analysis of the dried samples were obtained by EDS. In the case of fresh samples, these were placed on a cooled specimen holder and their temperature was gradually decreased until reaching  $-25$  °C. The equipment was operated using an accelerating voltage of 20 kV and the images were obtained at different magnifications.

### Drying kinetics

Drying kinetics were obtained at the two specific powers (75 and 158 kW·kg<sup>-1</sup>). Weight loss in the cladodes was monitored when they were being dehydrated; to do this, the sample was pulled out every 10 s and the weight and temperature were determined to later obtain the moisture content by weight difference.

### Adsorption isotherms

The materials dehydrated by applying a power of 75 kW·kg<sup>-1</sup> were used to plot the adsorption isotherms, since it was the best drying condition to preserve the structures constituting the cladodes. The adsorption isotherms were obtained at four temperatures (10, 20, 30 and 40 °C) in a water activity ( $a_w$ ) range from 0.461 to 0.988, using a gravimetric method based on the  $a_w$  generated by saturated salt solutions (potassium carbonate, magnesium nitrate, sodium nitrite, sodium chloride, ammonium sulfate, potassium chromate, potassium nitrate and potassium sulfate) (Lee & Lee, 2008). A known amount of dry sample (2 g) was placed in the different solutions provided in hermetically sealed containers for 14 days. They were then removed and the  $a_w$  and equilibrium moisture ( $x_e$ ) content were determined. The  $a_w$  was measured using an Aqualab CX-2 water activity meter (Decagon Devices, USA), calibrated prior to use with deionized water and adjusted according to the working temperature. The  $x_e$  was obtained based on weight differences in accordance with the official method of the Association of Official Analytical Chemists 934.06 (AOAC, 1990), following the method reported by McMinn and Magee (2003). The Equations used to model the isotherms are presented in Table 1.

obteniéndose finalmente piezas de 12.5 cm de largo y  $64.2 \pm 0.38$  g de peso.

### Secado por microondas

Se deshidrataron intermitentemente muestras con humedad de  $92.91 \pm 0.19$  % en un horno de microondas (Ms 1446SQP, marca LG, con dimensiones internas de 0.37 x 0.36 x 0.23 m, voltaje de 120 V y frecuencia de 2450 MHz) aplicando potencias de 75 o 158 kW·kg<sup>-1</sup>, hasta reducir la humedad a  $7.72 \pm 0.515$  %. Una vez secas, las muestras se almacenaron en bolsas de plástico a temperatura ambiente hasta la realización de los análisis. La temperatura de la superficie de los cladodios se midió con un termómetro infrarrojo (Fluke 561, Fluke®, EUA). Cada condición de secado se realizó por triplicado.

### Análisis de microestructuras y microanálisis

El estudio de la microestructura y el análisis elemental se realizaron con un microscopio electrónico de barrido (JSM-6390 LV, JEOL, Japón) equipado con un detector de dispersión de energía de rayos X (EDS) y un módulo de enfriamiento Peltier. Las muestras de nopal seco se montaron con cinta de carbono de doble cara en portamuestras de latón y se recubrieron con oro mediante pulverización catódica bajo condiciones de vacío (Desk IV, Denton Vacuum). El análisis elemental de las muestras secas se obtuvo mediante EDS. En el caso de las muestras frescas, éstas se colocaron en un portamuestras enfriado y su temperatura disminuyó gradualmente hasta alcanzar los  $-25$  °C. El equipo se operó con un voltaje de aceleración de 20 kV, y se obtuvieron imágenes a diferentes aumentos.

### Cinética de secado

La cinética de secado se obtuvo a las dos potencias específicas (75 y 158 kW·kg<sup>-1</sup>). Se monitoreó la pérdida de peso en los cladodios mientras se deshidrataban; para ello, se extrajo la muestra cada 10 s y se determinó el peso y la temperatura para, posteriormente, obtener el contenido de humedad por diferencia de peso.

### Isotermas de adsorción

Los materiales deshidratados a una potencia de 75 kW·kg<sup>-1</sup> se utilizaron para trazar las isotermas de adsorción, dado que esa fue la mejor condición de secado para conservar las estructuras de los cladodios. Las isotermas de adsorción se obtuvieron a cuatro temperaturas (10, 20, 30 y 40 °C) en un rango de actividad de agua ( $a_w$ ) de 0.461 a 0.988, para lo cual se utilizó un método gravimétrico basado en la  $a_w$  generada por soluciones salinas saturadas (carbonato de potasio, nitrato de magnesio, nitrito de sodio, cloruro de sodio, sulfato de amonio, cromato de

**Table 1. Used equations for isothermal modeling.****Cuadro 1. Ecuaciones utilizadas para la modelación isotérmica.**

Model/ Modelo	Mathematical equation <sup>1</sup> / Ecuación matemática <sup>1</sup>	Reference/ Referencia
Peleg	$x_e = A(a_w)^c + B(a_w)^d$ (1)	(Sopade, Xun, Halley, & Hardin, 2007)
GAB	$x_e = \left[ \frac{x_0 C k a_w}{(1 - k a_w)(1 - k a_w + C k a_w)} \right]$ (2)	(Singh et al., 2011)
Halsey	$x_e = \left[ -A / \ln(a_w) \right]^{\frac{1}{n_0}}$ (3)	(Lopes-Filho, Romanelli, Barboza, Gabas, & Telis-Romero, 2002)
Oswin	$x_e = A \left[ a_w / (1 - a_w) \right]^{n_0}$ (4)	(Shivhare, Arora, Ahmed, & Raghavan, 2004)
BET	$x_e = \frac{x_0 C_B a_w}{(1 - a_w)[1 + (C - 1) \times a_w]}$ (5)	(Chenlo et al., 2011)
Iglesias and Chirife	$x_e = A + B \times \left[ a_w / (1 - a_w) \right]$ (6)	(Lee & Lee, 2008)
Kuhn	$x_e = -A / \ln(a_w) + B$ (7)	(Ayranci & Duman, 2005)
Smith	$x_e = A + B \times \ln(1 - a_w)$ (8)	(Miranda et al., 2012)

<sup>1</sup>A, B, C, C<sub>B</sub>, c, d, k, and n<sub>0</sub> are constants of the models.

<sup>1</sup>A, B, C, C<sub>B</sub>, c, d, k y n<sub>0</sub> son constantes de los modelos.

### Isosteric heat of adsorption

The sorption isotherms obtained at different temperatures allow the q<sub>st</sub> of sorption to be calculated (Simal, Femenia, Castell-Palou, & Rosselló, 2007). This parameter can be determined by the Clausius-Clayperon equation (Chenlo et al., 2011; Moreira, Chenlo, Prieto, & Torres, 2012; Singh et al., 2011):

$$a_w = a_0 \times e^{\left(\frac{-q_{st}}{RT}\right)} \quad (9)$$

### Statistical analysis

The nonlinear regression of the models applied to the experimental values was carried out with Sigma Plot 10 software that uses the Marquardt-Levenberg algorithm to find the parameters that minimize the difference of the sum of squares between the observed and predicted values of the dependent variable. The quality of fit of the proposed models was evaluated using the coefficient of determination (R<sup>2</sup>) and standard error (SE) using the nonlinear regression model, with an experimental probability of 95 % (P ≤ 0.05).

## Results and discussion

### Microstructural changes due to microwave application

#### Cuticule

Figure 1 shows the cuticle of fresh and dehydrated nopal (at powers of 75 and 158 kW·kg<sup>-1</sup>). The fresh nopal (Figure 1a) has a waxy layer that protects the epidermis,

potasio, nitrato de potasio y sulfato de potasio) (Lee & Lee, 2008). Se colocó una cantidad conocida de muestra seca (2 g) en las diferentes soluciones proporcionadas en recipientes cerrados herméticamente durante 14 días. Posteriormente, se retiraron y se determinó el contenido a<sub>w</sub> y de humedad de equilibrio (x<sub>e</sub>). La a<sub>w</sub> se obtuvo con un medidor de actividad de agua Aqualab CX-2 (Decagon Devices, EUA) calibrado previo a su uso con agua desionizada, y se ajustó conforme a la temperatura de trabajo. La x<sub>e</sub> se obtuvo en función de las diferencias de peso de acuerdo con el método oficial de la *Association of Official Analytical Chemists* 934.06 (AOAC, 1990), siguiendo la metodología reportada por McMinn y Magee (2003). Las ecuaciones utilizadas para modelar las isotermas se presentan en el Cuadro 1.

### Calor isostérico de adsorción

Las isotermas de sorción obtenidas a diferentes temperaturas permiten calcular el q<sub>st</sub> de la sorción (Simal, Femenia, Castell-Palou, & Rosselló, 2007). Este parámetro se puede determinar a partir de la ecuación de Clausius-Clayperon (Chenlo et al., 2011; Moreira, Chenlo, Prieto, & Torres, 2012; Singh et al., 2011):

$$a_w = a_0 \times e^{\left(\frac{-q_{st}}{RT}\right)} \quad (9)$$

### Análisis estadístico

La regresión no-lineal de los modelos aplicados a los valores experimentales se llevó a cabo con el programa Sigma Plot 10, el cual utiliza el algoritmo de Marquardt-Levenberg para encontrar los parámetros que minimizan la diferencia de la suma de cuadrados

with slightly sunken stomata formed by two occlusive cells and the ostium where the gas exchange of the photosynthetic process is carried out. This morphology is similar to that reported in the analysis of 10 materials of the genus *Opuntia* (Silva, Acevedo, & Silva, 2001). When applying low power during drying ( $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ ), the cuticular surface showed wrinkling and the contour of the stomata emerged from the surface forming eruptions, which allowed seeing the opening of the ostium (Figure 1b). Figure 1c shows that when applying a greater amount of energy ( $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ ), the cuticular surface exhibited less pronounced eruptions, so it tended to be a more flattened surface. In the dehydrated nopal cladodes, white granular formations were observed, which may have been formed by the transfer of vapor and the entrainment of calcium oxalate to the surface.

Elemental microanalysis to determine the composition of the white granules formed in the cuticle showed high concentrations of calcium and potassium (Table 2). The presence of these elements may be due to the migration to the cuticular surface of calcium oxalates, mucilage polysaccharides and organic acids present in the vacuoles of the parenchyma and chlorenchyma. At a higher power, there was a lower surface concentration of salt-forming minerals such as calcium, potassium, chlorine, magnesium and phosphorus. This phenomenon may be due to their concentration in the parenchyma and not in the cuticle.

#### Internal tissues

Figure 2 shows the inner layers of the fresh and dehydrated cladodes. In fresh nopal, four layers were distinguished: cuticle, epidermis, chlorenchyma and parenchyma (Figure 2a). The chlorenchyma is composed of cylindrical, elongated cells in multilayers, with small intercellular spaces in agreement with what was observed by Silva et al. (2001). Andersen, Lucchini, Moriconi, and Fernández (2006) studied the anatomy of *Lippia turbinata* "poleo" leaves, considering the multilayers of the palisade cells as a xeromorphic feature. These cells are responsible for the

entre los valores observados y los predichos de la variable dependiente. La calidad del ajuste de los modelos propuestos se evaluó mediante el coeficiente de determinación ( $R^2$ ) y el error estándar (EE), para ello se utilizó el modelo de regresión no-lineal con una probabilidad experimental de 95 % ( $P \leq 0.05$ ).

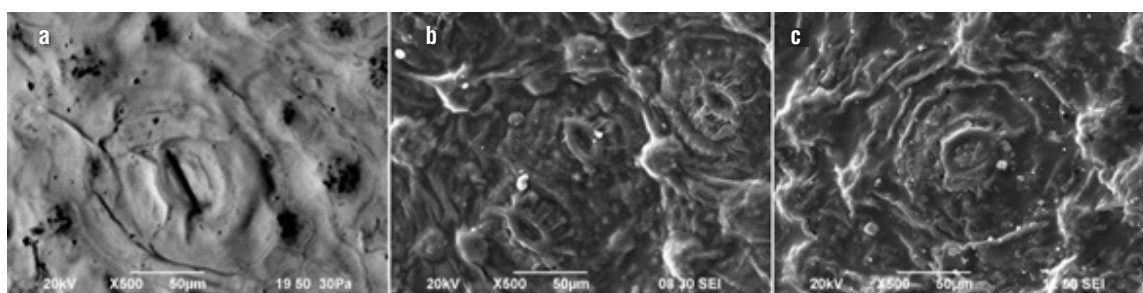
## Resultados y discusión

### Cambios microestructurales debido a la aplicación de microondas

#### Cutícula

La Figura 1 muestra las cutículas de nopal fresco y deshidratado (a potencias de 75 y  $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ ). El nopal fresco (Figura 1a) posee una capa cerosa que protege la epidermis, con estomas ligeramente hundidos formados por dos células oclusivas y el ostium donde se realiza el intercambio gaseoso del proceso fotosintético. Esta morfología es similar a la reportada en el análisis de 10 materiales del género *Opuntia* (Silva, Acevedo, & Silva, 2001). Al aplicar una baja potencia durante el secado ( $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ ), la superficie cuticular presentó pliegues, y el contorno de los estomas emergió de la superficie y formó erupciones, lo cual permitió ver la apertura del ostium (Figura 1b). La Figura 1c muestra que al aplicar una mayor cantidad de energía ( $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ ), la superficie cuticular presenta erupciones menos pronunciadas, por lo que tiende a ser una superficie más plana. En los cladodios de nopal deshidratado se observaron gránulos blancos, los cuales se pudieron haber formado por la transferencia de vapor y el arrastre de oxalato de calcio a la superficie.

El microanálisis elemental para determinar la composición de los gránulos blancos formados en la cutícula mostró altas concentraciones de calcio y potasio (Cuadro 2). La presencia de estos elementos puede deberse a la migración, hacia la superficie cuticular, de oxalatos de calcio, polisacáridos del mucílago, y ácidos orgánicos presentes en las vacuolas del parénquima y el clorénquima. A una potencia



**Figure 1. Cuticle microstructure: a) fresh nopal, b) nopal dried at  $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$  and c) nopal dried at  $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ .**  
**Figura 1. Microestructura de la cutícula: a) nopal fresco, b) nopal secado a  $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$  y c) nopal secado a  $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ .**

**Table 2. Concentrations of the elements present in the salt granules formed on the cuticular surface of the dry nopal.****Cuadro 2. Concentraciones de los elementos presentes en los gránulos de sal formados en la superficie cuticular del nopal seco.**

Element / Elemento	Concentration (%) / Concentración (%)	
	Dried at 75 kW·kg <sup>-1</sup> / Secado a 75 kW·kg <sup>-1</sup>	Dried at 158 kW·kg <sup>-1</sup> / Secado a 158 kW·kg <sup>-1</sup>
Ca	14.97	7.32
K	10.55	1.53
Cl	2.28	0.70
Mg	2.09	0.56
P	0.81	0.52
S	0.30	0.55

photosynthetic process, so they are rich in chlorophyll, which gives them a green color.

In the drying of the nopal cladodes by applying a power of 75 kW·kg<sup>-1</sup>, water-permeable areas were formed by opening the cell membranes of the chlorenchyma and the parenchyma (Figures 2b and 2c). In the chlorenchyma, circular orifices were observed in the xylem ducts and in the parenchyma holes were observed at the sites where the vacuoles were found. By increasing the drying power to 158 kW·kg<sup>-1</sup>, water evaporation occurred more quickly (according to the drying kinetics), causing the rupture of cell membranes, indicating that by applying a greater amount of energy the tissues suffer greater damage (Figure 2d). Therdtthai and Zhou (2009) determined that by increasing the working power, more and larger pores are generated, due to the rapid and massive vaporization of the water.

#### *Parenchyma*

The parenchyma of fresh and dehydrated nopal (75 and 158 kW·kg<sup>-1</sup>) is shown in Figure 3. The parenchyma is the tissue of the inner or central portion of the fresh cladodes. Microstructural analysis verified that the cells comprising it have a spongy isodiametric geometry (Figure 3a), whose function is the accumulation of mucilage and water. Silva et al. (2001) indicate that the closer cells are to the center of the parenchyma, the more they lose their structure and the thinner their walls become. The cells are white due to the reduced number of chloroplasts and the presence of large vacuoles occupying 95 % of cell volume. Cell vacuoles have circular drusen formed by calcium oxalate crystals in accordance with what was observed by Soares-da Silva et al. (2010) and Silva et al. (2001).

The parenchyma of the material dehydrated at low power showed holes, open and porous cell membranes

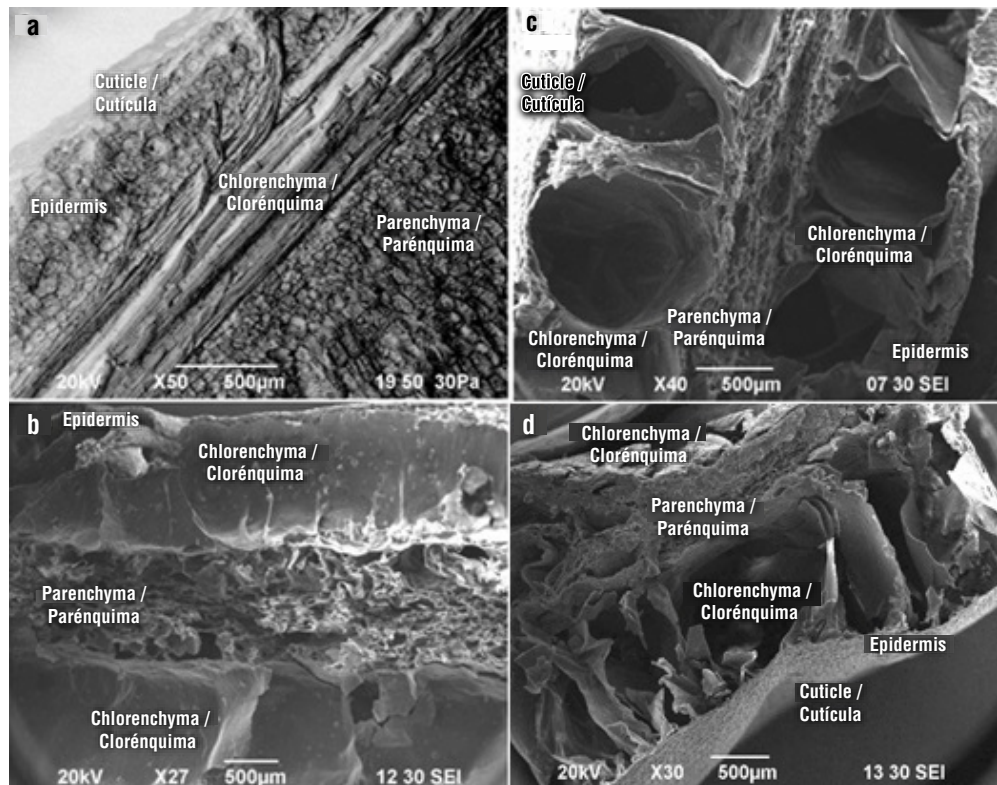
mayor, hubo una menor concentración superficial de minerales formadores de sal como el calcio, potasio, cloro, magnesio y fósforo. Este fenómeno pudo deberse a su concentración en el parénquima y no en la cutícula.

#### *Tejidos internos*

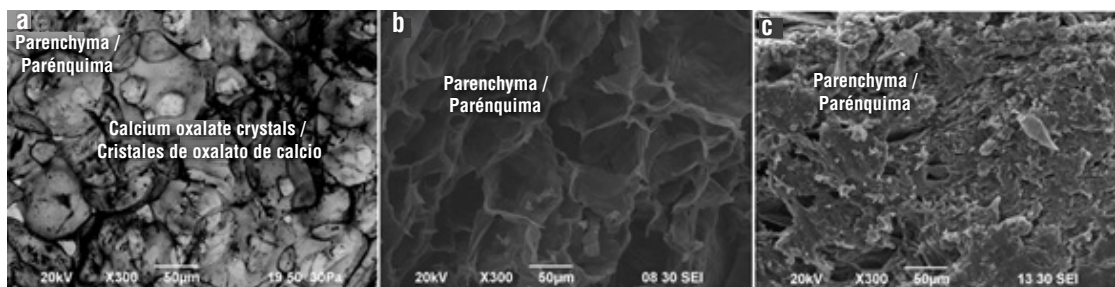
La Figura 2 muestra las capas internas de los cladodios frescos y deshidratados. En el nopal fresco se distinguieron cuatro capas: cutícula, epidermis, clorénquima y parénquima (Figura 2a). El clorénquima está compuesto por células cilíndricas alargadas en multicapas, con pequeños espacios intercelulares, lo que concuerda con lo observado por Silva et al. (2001). Andersen, Lucchini, Moriconi, y Fernández (2006) estudiaron la anatomía de las hojas de *Lippia turbinata* (poleo) y consideraron a las multicapas de las células de la empalizada como un rasgo xeromórfico. Dichas células son responsables del proceso de fotosíntesis, por lo que son ricas en clorofila, lo que les da una tonalidad verde.

En el secado de los cladodios de nopal con la potencia de 75 kW·kg<sup>-1</sup>, se formaron áreas permeables al agua al abrirse las membranas celulares del clorénquima y el parénquima (Figuras 2b y 2c). En el clorénquima se observaron orificios circulares en los conductos del xilema, y en el parénquima se distinguieron huecos en los sitios donde se encontraban las vacuolas. Al aumentar la potencia de secado a 158 kW·kg<sup>-1</sup>, la evaporación del agua ocurrió más rápidamente (conforme a la cinética de secado), lo que provocó la ruptura de las membranas celulares; esto indica que al aplicar una mayor cantidad de energía los tejidos sufren un mayor daño (Figura 2d). Therdtthai y Zhou (2009) determinaron que al aumentar la potencia de trabajo se generan poros más grandes debido a la rápida y masiva vaporización del agua.





**Figure 2. Inner microstructure:** a) longitudinal cut of fresh nopal, b) longitudinal cut of nopal dried at  $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ , c) cross section of nopal dried at  $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$  and d) cross section of nopal dried at  $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ .  
**Figura 2. Microestructura interna:** a) corte longitudinal de nopal fresco, b) corte longitudinal de nopal secado a  $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ , c) corte transversal de nopal secado a  $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$  y d) corte transversal de nopal secado a  $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ .



**Figure 3. Parenchyma microstructure:** a) fresh nopal, b) nopal dried at  $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$  and c) nopal dried at  $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ .  
**Figura 3. Microestructura del parénquima:** a) nopal fresco, b) nopal secado a  $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$  y c) nopal secado a  $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ .

(generated by removing the water stored in the vacuoles), and the conservation of the cellular geometry (Figure 3b). Figure 3c shows the parenchyma of the nopal dehydrated at a higher power in which it can be seen that the cells were compressed and impermeable. When rapid vaporization took place, compounds such as oxalates were not mobilized causing their concentration *in situ*, and causing the cell membranes to compress, without showing cavities or holes.

The power applied in the microwave drying of nopal had a direct impact on the microstructure of the

### Parénquima

El parénquima del nopal fresco y deshidratado (con 75 y  $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ ) se presenta en la Figura 3. El parénquima es el tejido de la porción interna o central de los cladodios frescos. El análisis microestructural mostró que las células que lo componen tienen geometría isodiamétrica esponjosa (Figura 3a), cuya función es acumular mucílago y agua. Silva et al. (2001) mencionan que cuanto más cerca están las células del centro del parénquima, más se pierde su estructura y más se adelgazan sus paredes. Las células son blancas debido



samples. Using the lower power ( $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ ), there was greater preservation and differentiation of the structures constituting the cladodes (epidermis, chlorenchyma and parenchyma), while increasing the power to  $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ , resulted in greater structural damages due to the rupture of the membranes. This can be attributed to the rapid and violent vaporization of water during the transport phenomena of the fluid during drying. In the drying kinetics at the two specific powers it was observed that the temperature increased with the power and that the drying time was reduced, indicating a greater speed in the moisture loss. The dehydrated nopal cladodes at lower specific power had water-permeable areas and a wide contact surface, providing good interaction at the food-water interface.

### Drying kinetics

The drying kinetics of the nopal varied according to the power applied (Figure 4a). At  $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ , the material reached a constant moisture content at 310 s and maximum temperatures of  $98 \text{ }^\circ\text{C}$ ; thus, the heat treatment was  $23250 \text{ kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ . By applying  $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ , the temperature increased rapidly, reaching maximum temperatures of  $107 \text{ }^\circ\text{C}$ , and the material reached a constant moisture content at 260 s, with which  $41080 \text{ kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$  were applied, indicating a greater speed in the loss of moisture when increasing the power.

### Adsorption isotherms at low specific power

Adsorption isotherms were obtained in an  $a_w$  range from 0.461 to 0.988, since the  $a_w$  of the dehydrated product was  $0.478 \pm 0.003$  (Figure 4b). Isotherms were obtained with the typical sigmoidal shape of Brunauer type III curves. These types of curves indicate weak interactions between the adsorbate and the adsorbent (Brunauer, Deming, Deming, & Teller, 1940), maintaining low amounts of water at low  $a_w$  and large amounts at high relative humidity levels (Samaniego-Esguerra, Boag, & Robertson, 1991).

The type III sigmoid curve has been obtained in various foods such as chocolate powder (Medeiros, Bartolomeu-Ayrosa, de Moraes-Pitombo, & da Silva-Lannes, 2006), dehydrated soursop powder (Ceballos, Giraldo, & Orrego, 2009), naranjilla pulp powder (Gabas, Telis-Romero, Giraldo-Gómez, & Telis, 2009), mango pulp (Rangel-Marrón et al., 2011) and yam (Montes et al., 2009). Characteristics shared by these products are their broad exposure surface when in powder form, their porous or membranous materials, and in some cases their high sugar content.

In the adsorption isotherms at different temperatures, it was observed that the moisture content decreases when the temperature increases at the different  $a_w$  levels. Shivhare et al. (2004) explained that the kinetic

al reducido número de cloroplastos y a la presencia de grandes vacuolas que ocupan el 95 % del volumen celular. Las vacuolas celulares tienen drusas circulares formadas por cristales de oxalato de calcio, tal como lo señalan Soares-da Silva et al. (2010) y Silva et al. (2001).

El parénquima del material deshidratado con la potencia baja mostró vacíos, membranas celulares abiertas y porosas (generadas al eliminar el agua almacenada en las vacuolas), y conservación de la geometría celular (Figura 3b). La Figura 3c muestra el parénquima del nopal deshidratado con la potencia mayor, en donde se puede observar que las células estaban comprimidas e impermeables. Cuando se presentó vaporización rápida, algunos compuestos como los oxalatos no se movilizaron, lo cual llevó a su concentración *in situ*, y provocó que las membranas celulares se comprimieran, sin mostrar cavidades o huecos.

La potencia aplicada en el secado de nopal por microondas tuvo un impacto directo en la microestructura de las muestras. Al utilizar la potencia más baja ( $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ ) se logró una mayor conservación y diferenciación de las estructuras que constituyen los cladodios (epidermis, clorénquima y parénquima), mientras que al incrementar la potencia a  $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$  se produjeron mayores daños estructurales debido a la ruptura de las membranas. Esto se puede atribuir a la rápida y violenta vaporización del agua durante los fenómenos de transporte del fluido durante el secado. En la cinética de secado de las dos potencias específicas se observó que la temperatura aumentaba con la potencia, y que el tiempo de secado se reducía, lo que indica una mayor velocidad en la pérdida de humedad. Los cladodios de nopal deshidratado con la potencia específica inferior tuvieron zonas permeables al agua y una superficie amplia de contacto, lo que resultó en una interacción buena en la interfaz alimento-agua.

### Cinética de secado

La cinética de secado del nopal varió de acuerdo con la potencia aplicada (Figura 4a). Con  $75 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ , el material alcanzó un contenido de humedad constante a los 310 s y temperaturas máximas de  $98 \text{ }^\circ\text{C}$ ; así, el tratamiento térmico fue de  $23250 \text{ kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ . Al aplicar  $158 \text{ kW}\cdot\text{kg}^{-1}$ , la temperatura aumentó rápidamente, alcanzando temperaturas máximas de  $107 \text{ }^\circ\text{C}$ , y el material mostró un contenido de humedad constante a los 260 s, con lo que se aplicaron  $41080 \text{ kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ , lo cual indica una mayor velocidad en la pérdida de humedad al aumentar la potencia.

### Isotermas de adsorción a potencias específicas bajas

Las isotermas de adsorción se realizaron en un rango de  $a_w$  de 0.461 a 0.988, ya que la  $a_w$  del producto

energy associated with the water molecules present in food increases with increasing temperature; this, in turn, results in the decrease in attractive forces and therefore the escape of the water molecules, which translates into a decrease in the degree of adsorption with the increase in temperature at an  $a_w$  specific.

The model with the best fit, based on the coefficient of determination, was the Peleg one; the Equations obtained were:

For 10 °C:

$$x_e = 7.2465(a_w)^{22.7537} + 0.6658(a_w)^{2.2087} \quad (10)$$

For 20 °C:

$$x_e = 6.5612(a_w)^{29.6249} + 0.9156(a_w)^{3.6484} \quad (11)$$

For 30 °C:

$$x_e = 5.773(a_w)^{31.9739} + 0.7004(a_w)^{2.8287} \quad (12)$$

For 40 °C:

$$x_e = 3.9133(a_w)^{34.3677} + 0.7271(a_w)^{3.3805} \quad (13)$$

The values of the correlation coefficient ( $R^2$ ) and the standard error (SE) of the nonlinear regressions applied to the experimental values of the adsorption isotherms are shown in Table 3.

#### Net isosteric heat of nopal dehydrated at low specific power

The  $q_{st}$  curve was calculated using the equations provided by the Peleg model in a moisture content range from 0.05 to 1.00  $\text{kg}_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \text{kg}^{-1}$ . This curve allows the estimation of the energy additional to the enthalpy of vaporization at a specific temperature to achieve the separation or union of the water at the food interface.

In Figure 4c, it can be seen that at high moisture contents the  $q_{st}$  is low, so the energy demand at this stage is mainly for water vaporization (enthalpy of vaporization). In the monolayer where the water is

deshidratado fue de  $0.478 \pm 0.003$  (Figura 4b). Las isotermas se obtuvieron con la típica forma sigmoidea de las curvas de Brunauer tipo III. Este tipo de curvas indican interacciones débiles entre el adsorbato y el adsorbente (Brunauer, Deming, Deming, & Teller, 1940), manteniendo cantidades bajas de agua con  $a_w$  baja y cantidades grandes de agua con niveles altos de humedad relativa (Samaniego-Esguerra, Boag, & Robertson, 1991).

La curva sigmoidea del tipo III se ha obtenido en varios alimentos, como el chocolate en polvo (Medeiros, Bartolomeu-Ayrosa, de Moraes-Pitombo, & da Silva-Lannes, 2006), el polvo de guanábana deshidratado (Ceballos, Giraldo, & Orrego, 2009), la pulpa de naranjilla en polvo (Gabas, Telis-Romero, Giraldo-Gómez, & Telis, 2009), la pulpa de mango (Rangel-Marrón et al., 2011) y el ñame (Montes et al., 2009). Las características que comparten estos productos son su amplia superficie de exposición cuando se encuentran en forma de polvo, sus materiales porosos o membranosos y, en algunos casos, su alto contenido de azúcar.

En las isotermas de adsorción a diferentes temperaturas se observó que el contenido de humedad disminuye cuando la temperatura aumenta en los diferentes niveles de  $a_w$ . Shivhare et al. (2004) explicaron que la energía cinética asociada con las moléculas de agua presentes en los alimentos aumenta con el incremento de la temperatura; esto, a su vez, conlleva a la disminución de las fuerzas de atracción y, por lo tanto, al escape de las moléculas de agua, lo cual se traduce en una disminución del grado de adsorción con el aumento de la temperatura a una  $a_w$  específica.

El modelo con el mejor ajuste, con base en el coeficiente de determinación, fue el de Peleg; las ecuaciones obtenidas fueron:

Para 10 °C:

$$x_e = 7.2465(a_w)^{22.7537} + 0.6658(a_w)^{2.2087} \quad (10)$$

**Table 3. Goodness of fit of the different adsorption isotherm models.**

**Cuadro 3. Bondad de ajuste de los diferentes modelos de isotermas de adsorción.**

Model/Modelo	$R^2$				Standard error/Error estándar			
	10 °C	20 °C	30 °C	40 °C	10 °C	20 °C	30 °C	40 °C
Peleg	0.9917	0.9962	0.9965	0.9955	0.0905	0.0417	0.0328	0.0358
GAB	0.9898	0.9984	0.9980	0.9950	0.0984	0.0262	0.0245	0.0369
Halsey	0.9905	0.9978	0.9950	0.9945	0.0927	0.0307	0.0376	0.0380
Oswin	0.9899	0.9970	0.9931	0.9941	0.0959	0.0358	0.0440	0.0394
BET	0.9882	0.9954	0.9936	0.9948	0.1036	0.0439	0.0423	0.0368
Iglesias and Chirife	0.9868	0.9945	0.9940	0.9944	0.1097	0.0481	0.0411	0.0384
Kuhn	0.9865	0.9943	0.9939	0.9944	0.1076	0.0490	0.0415	0.0382
Smith	0.8693	0.8769	0.8987	0.9220	0.3445	0.2277	0.1689	0.1428

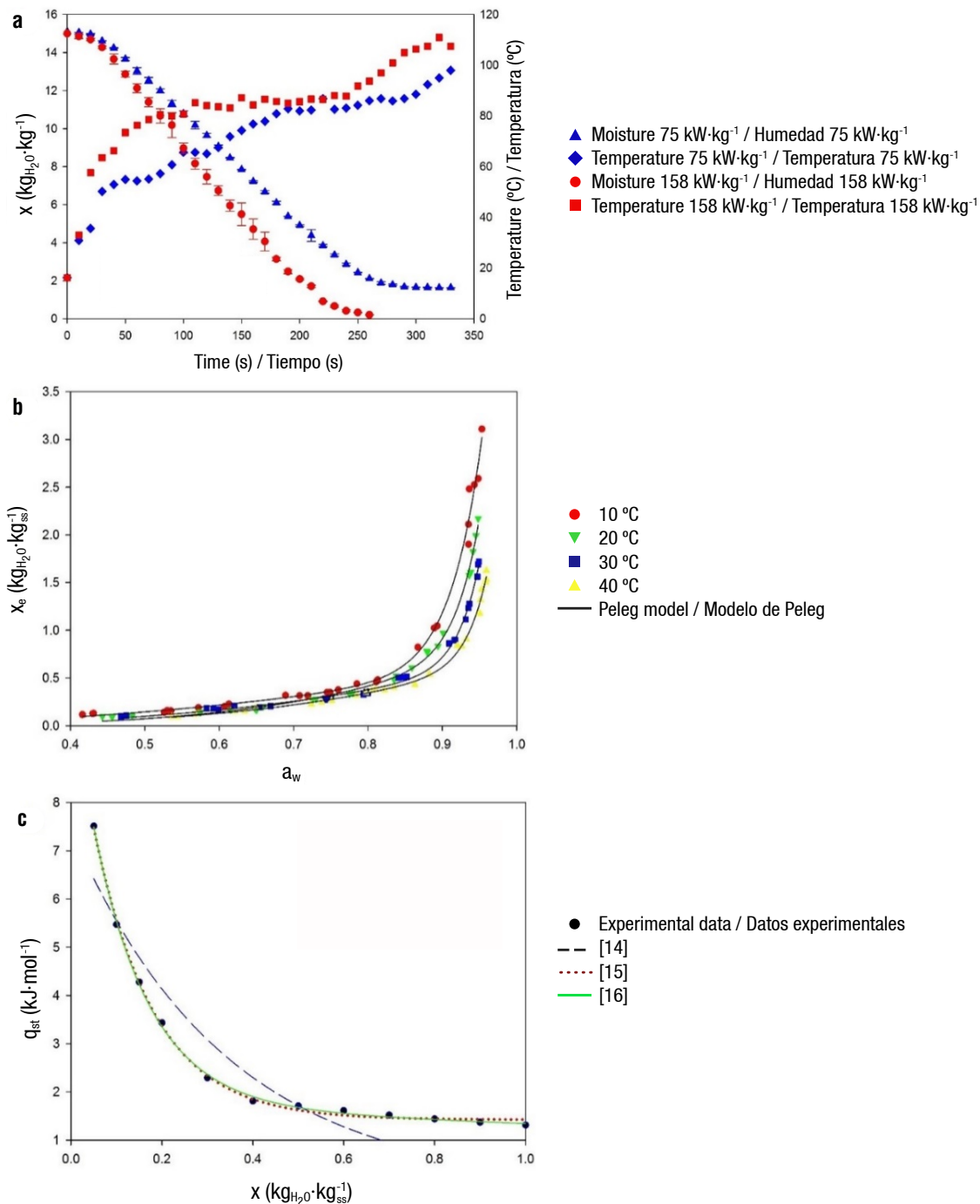


Figure 4. a) Drying kinetics, b) adsorption isotherms and c) net isosteric heat.

Figura 4. a) Cinética de secado, b) isothermas de adsorción y c) calor isostérico neto.

adsorbed by chemisorption and has a strong bond with the surface of the food, the  $q_{st}$  rises and is precisely the additional energy to break the union.

The  $q_{st}$  for the dry material was  $7.51 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  at a moisture content of  $0.05 \text{ kg}_{\text{H}_2\text{O}}\cdot\text{kg}^{-1}$ . This value is relatively low compared to that obtained in other materials; this may be due to the drying method

Para  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ :

$$x_e = 6.5612(a_w)^{29.6249} + 0.9156(a_w)^{3.6484} \quad (11)$$

Para  $30 \text{ }^\circ\text{C}$ :

$$x_e = 5.773(a_w)^{31.9739} + 0.7004(a_w)^{2.8287} \quad (12)$$

Para  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ :

$$x_e = 3.9133(a_w)^{34.3677} + 0.7271(a_w)^{3.3805} \quad (13)$$



as observed by Lee and Lee (2008). These authors compared the  $q_{st}$  obtained by freeze, vacuum and hot-air drying of a mushroom (*Innotus obliquus*). Particle size may also be the cause of a low  $q_{st}$  value. Moreira et al. (2012) and Singh et al. (2011) observed that  $q_{st}$  decreases as the contact surface increases since lower values are obtained in ground grains than in whole ones. The dehydrated nopal has a large exposure area which can generate a similar behavior.

The  $q_{st}$  values obtained for different moisture contents were modeled using decreasing exponential equations with different parameters. Equations 14-16 allow calculating the  $q_{st}$  value as a function of moisture content. The four-parameter exponential model was the one that had a better fit ( $R^2$  of 99.9). The equations obtained were as follows:

$$q_{st} = 7.438 \times e^{-2.9385x} \quad (14)$$

$$q_{st} = 1.4223 + 8.8226 \times e^{-7.5531x} \quad (15)$$

$$q_{st} = 8.6878 \times e^{-0.081687x} + 1.7473 \times e^{-0.2624x} \quad (16)$$

## Conclusions

The power applied in the microwave drying of nopal had a direct impact on the microstructure of the samples. When using a power of  $75 \text{ kW} \cdot \text{kg}^{-1}$  there was greater preservation and differentiation of the structures constituting the cladodes (epidermis, chlorenchyma and parenchyma), while increasing the power ( $158 \text{ kW} \cdot \text{kg}^{-1}$ ) resulted in greater structural damages due to the rupture of the membranes. The net isosteric heat value was low, probably due to the material's wide contact area and the high conductivity of the heat generated by the microwaves from inside the sample. It can be concluded that microwave drying of nopal is an alternative method that reduces drying time and allows the preservation of the material's structural properties when a power of  $75 \text{ kW} \cdot \text{kg}^{-1}$  is used for a time of 310 s.

## Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge the funding support provided by Universidad Autónoma Chapingo (Project 135403002), and express their gratitude to Bioprocesses Research Group for the discussion of the manuscript.

End of English version

Los valores del coeficiente de correlación ( $R^2$ ) y el error estándar (EE) de las regresiones no-lineales aplicadas a los valores experimentales de las isoterms de adsorción se muestran en el Cuadro 3.

## Calor isostérico neto del nopal deshidratado a potencia específica baja

La curva de  $q_{st}$  se calculó con las ecuaciones proporcionadas por el modelo de Peleg en un rango de contenido de humedad de 0.05 a  $1.00 \text{ kg}_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \text{kg}^{-1}$ . Dicha curva permite estimar la energía adicional a la entalpía de vaporización a una temperatura específica para lograr la separación o unión del agua en la interfaz alimentaria.

En la Figura 4c se puede observar que con altos contenidos de humedad el  $q_{st}$  es bajo, por lo que la demanda de energía en esta etapa se debe principalmente a la vaporización de agua (entalpía de vaporización). En la monocapa, donde el agua es adsorbida por quimisorción y tiene una unión fuerte con la superficie del alimento, el  $q_{st}$  se eleva y la energía adicional es precisamente para romper la unión.

El  $q_{st}$  del material seco fue de  $7.51 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$  a un contenido de humedad de  $0.05 \text{ kg}_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \text{kg}^{-1}$ . Este valor es relativamente bajo en comparación con el obtenido en otros materiales, lo cual puede deberse al método de secado, tal como lo indican Lee y Lee (2008). Estos autores compararon el  $q_{st}$  obtenido en secado por congelación, al vacío y por aire caliente de un hongo (*Innotus obliquus*). El tamaño de las partículas también puede ser la causa de un valor de  $q_{st}$  bajo. Moreira et al. (2012) y Singh et al. (2011) observaron que el  $q_{st}$  disminuye a medida que aumenta la superficie de contacto, ya que se obtienen valores más bajos en los granos molidos que en los enteros. El nopal deshidratado tiene una extensa área de exposición, lo que puede generar un comportamiento similar.

Los valores de  $q_{st}$  obtenidos para los diferentes contenidos de humedad se modelaron utilizando ecuaciones exponenciales decrecientes con diferentes parámetros. Las Ecuaciones 14 a 16 permiten calcular el valor del  $q_{st}$  en función del contenido de humedad. El modelo exponencial de cuatro parámetros fue el que presentó el mejor ajuste ( $R^2$  de 99.9). Las ecuaciones obtenidas fueron las siguientes:

$$q_{st} = 7.438 \times e^{-2.9385x} \quad (14)$$

$$q_{st} = 1.4223 + 8.8226 \times e^{-7.5531x} \quad (15)$$

$$q_{st} = 8.6878 \times e^{-0.081687x} + 1.7473 \times e^{-0.2624x} \quad (16)$$

## References / Referencias

- Al-Muhtaseb, A. H., Al-Harabsheh, M., Hararah, M., & Magee, T. R. (2010). Drying characteristics and quality change of unutilized-protein rich-tomato pomace with and without osmotic pre-treatment. *Industrial Crops and Products*, 31(1), 171-177. doi: 10.1016/j.sbspro.2015.06.383
- Amiri-Chayjan, R., & Esna-Ashari, M. (2010). Modeling isosteric heat of soya bean for desorption energy estimation using neural network approach. *Chilean journal of agricultural research*, 70(4), 616-625. doi: 10.4067/S0718-58392010000400012
- Andersen, A., Lucchini, F., Moriconi, J., & Fernández, E. A. (2006). Variabilidad en la morfo-anatomía foliar de *Lippia turbinata* (Verbenaceae) en la provincia de San Luis (Argentina). *Phyton*, 75, 137-143. Retrieved from [http://www.revistaphyton.fund-romuloraggio.org.ar/vol75/Andersen\\_A.pdf](http://www.revistaphyton.fund-romuloraggio.org.ar/vol75/Andersen_A.pdf)
- Aruwa, C. E., Amoo, S. O., & Kudanga, T. (2018). *Opuntia* (Cactaceae) plant compounds, biological activities and prospects – A comprehensive review. *Food Research International* 112, 328-344. doi: 10.1016/j.foodres.2018.06.047
- Association of Official Analytical Chemists (AOAC). (1990). *Official Methods of Analysis*. Arlington: Author.
- Avila-Nava, A., Calderón-Oliver, M., Medina-Campos, O. N., Zou, T., Gu, L., Torres, N., Tovar, A. R., & Pedraza-Chaverri, J. (2014). Extract of cactus (*Opuntia ficus indica*) cladodes scavenges reactive oxygen species in vitro and enhances plasma antioxidant capacity in humans. *Journal of functional foods*, 10, 13-24. doi: 10.1016/j.jff.2014.05.009
- Ayranci, E., & Duman, O. (2005). Moisture sorption isotherms of cowpea (*Vigna unguiculata* L. Walp) and its protein isolate at 10, 20 and 30 °C. *Journal of Food Engineering*, 70(1), 83-91. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2004.08.044
- Brunauer, S., Deming, L. S., Deming, W. E., & Teller, E. (1940). On a theory of the van der Waals adsorption of gases. *Journal of the American Chemical Society*, 62, 1723-1732. doi: 10.1021/ja01864a025
- Ceballos, A. M., Giraldo, G. I., & Orrego, C. E. (2009). Evaluación de varios modelos de isoterms de adsorción de agua en polvo de fruta deshidratada. *Vector*, 4, 107-116.
- Ciro, H., Osorio, J. A., & Cortés, E. A. (2008). Determination of the isosteric heat to plantain pulp (*Musa paradisiaca*) by sorption isotherms. *DYNA*, 75(156), 127-134. Retrieved from <http://www.scielo.org.co/pdf/dyna/v75n156/a12v75n156.pdf>
- Chahbani, A., Fakhfakh, N., Balti, M. A., Mabrouk, M., El-Hatmid, H., Zouari, N., & Kechaou, N. (2018). Microwave drying effects on drying kinetics, bioactive compounds and antioxidant activity of green peas (*Pisum sativum* L.). *Food Bioscience*, 25, 32-38. doi: 10.1016/j.fbio.2018.07.004
- Chandrasekaran, S., Ramanathan, S., & Basak, T. (2013). Microwave food processing - A review. *Food*

## Conclusiones

La potencia aplicada en el secado de nopal por microondas tuvo un impacto directo en la microestructura de las muestras. Al utilizar una potencia de 75 kW·kg<sup>-1</sup>, se logró una mayor conservación y diferenciación de las estructuras que constituyen los cladodios (epidermis, clorénquima y parénquima), mientras que aumentar la potencia (158 kW·kg<sup>-1</sup>) generó mayores daños estructurales debido a la ruptura de membranas. El valor del calor isostérico neto fue bajo, probablemente debido a la extensa área de contacto del material y a la alta conductividad del calor generado por las microondas al interior de la muestra. Se puede concluir que el secado de nopal por microondas es un método alternativo que reduce el tiempo de secado y permite conservar las propiedades estructurales del material cuando se utiliza una potencia de 75 kW·kg<sup>-1</sup> durante un tiempo de 310 s.

## Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo financiero otorgado por la Universidad Autónoma Chapingo (Proyecto 135403002), y expresan su gratitud al Grupo de Investigación de Bioprocesos por la discusión del manuscrito.

## Fin de la versión en español

- Research International*, 52(1), 243-261. doi: 10.1016/j.foodres.2013.02.033
- Chenlo, F., Moreira, R., Prieto, D. M., & Torres, M. D. (2011). Desorption isotherms and net isosteric heat of chestnut flour and starch. *Food and Bioprocess Technology*, 4(8), 1497-1504. doi: 10.1007/s11947-009-0239-2
- Chizoba-Ekezie, F. G., Sun, D. W., Han, Z., & Cheng, J. H. (2017). Microwave-assisted food processing technologies for enhancing product quality and process efficiency: A review of recent developments. *Trends in Food Science & Technology*, 67, 58-69. doi: 10.1016/j.tifs.2017.05.014
- Contreras-Padilla, M., Rodríguez-García, M. E., Gutiérrez-Cortez, E., Valderrama-Bravo, M. C., Rojas-Molina, J. I., & Rivera-Muñoz, E. M. (2016). Physicochemical and rheological characterization of *Opuntia ficus mucilage* at three different maturity stages of cladode. *European Polymer Journal*, 78, 226-234. doi: 10.1016/j.eurpolymj.2016.03.024
- Dadali, G., Demirhan, E., & Özbek, B. (2008). Effect of drying conditions on rehydration kinetics of microwave dried spinach. *Food and Bioprocess Technology*, 86(4), 235-241. doi: 10.1016/j.fbp.2008.01.006
- Fernandes, F. A. N., Rodrigues, S., Law, C. L., & Mujumdar, A. S. (2011). Drying of exotic tropical fruits: a comprehensive review. *Food and Bioprocess Technology*, 4(2), 163-185. doi: 10.1007/s11947-010-0323-7

- Gabas, A. L., Telis-Romero, J., Giraldo-Gómez, G. I., & Telis, V. R. (2009). Propiedades termodinámicas de sorción de agua de la pulpa de lulo en polvo con encapsulantes. *Food Science and Technology*, 29(4), 911-918. doi: 10.1590/S0101-20612009000400032
- Galati, E. M., Mondello, M. R., Giuffrida, D., Dugo, G., Miceli, N., Pergolizzi, S., & Taviano, M. F. (2003). Chemical characterization and biological effects of Sicilian *Opuntia ficus indica* (L.) Mill. fruit juice: antioxidant and antiulcerogenic activity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(17), 4903-4908. doi: 10.1021/jf030123d
- García-Saucedo, P. A., Valdez-Morales, M., Valverde, M. E., Cruz-Hernández, A., & Paredes-López, O. (2005). Plant regeneration of three *Opuntia* genotypes used as human food. *Plant Cell, Tissue and Organ Culture*, 80(2), 215-219. doi: 10.1007/s11240-004-9158-0
- Giri, S. K., & Prasad, S. (2007). Drying kinetics and rehydration characteristics of microwave-vacuum and convective hot-air dried mushrooms. *Journal of Food Engineering*, 78(2), 512-521. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2005.10.021
- Guevara-Figueroa, T., Jiménez-Islas, H., Reyes-Escogido, M. L., Mortensen, A. G., Laursen, B. B., Lin, L. W., & Barba-de la Rosa, A. P. (2010). Proximate composition, phenolic acids, and flavonoids characterization of commercial and wild nopal (*Opuntia* spp.). *Journal of Food Composition and Analysis*, 23(6), 525-532. doi: 10.1016/j.jfca.2009.12.003
- Guo, Q., Sun, D. W., Cheng, J. H., & Han, Z. (2017). Microwave processing techniques and their recent applications in the food industry. *Trends in Food Science & Technology*, 67, 236-247. doi: 10.1016/j.tifs.2017.07.007
- Lee, J. H., & Lee, M. J. (2008). Effect of drying method on the moisture sorption isotherms for *Inonotus obliquus* mushroom. *LWT - Food Science and Technology*, 41(8), 1478-1484. doi: 10.1016/j.lwt.2007.08.016
- Lopes-Filho, J. F., Romanelli, P. F., Barboza, S. H., Gabas, A. L., & Telis-Romero, J. (2002). Sorption isotherms of alligator's meat (*Caiman crocodilus yacare*). *Journal of Food Engineering*, 52(2), 201-206. doi: 10.1016/S0260-8774(01)00105-4
- López, R., de Ita, A., & Vaca, M. (2009). Drying of prickly pear cactus cladodes (*Opuntia ficus indica*) in a forced convection tunnel. *Energy Conversion and Management*, 50(9), 2119-2126. doi: 10.1016/j.enconman.2009.04.014
- Marín-Bustamante, M. Q., Chanona-Pérez, J. J., Guemes-Vera, N., Arzate-Vázquez, I., Perea-Flores, M. J., Mendoza-Pérez, J. A., Calderón-Domínguez G., Casarez-Santiago, R. G. (2018). Evaluation of physical, chemical, microstructural and micromechanical properties of nopal spines (*Opuntia ficus-indica*). *Industrial Crops and Products*, 123, 707-718. doi: 10.1016/j.indcrop.2018.07.030
- McMinn, W. A., & Magee, T. R. (2003). Thermodynamic properties of moisture sorption of potato. *Journal of Food Engineering*, 60(2), 157-165. doi: 10.1016/S0260-8774(03)00036-0
- Medeiros, M. L., Bartolomeu-Ayrosa, A. M. I., de Moraes-Pitombo, R. N., & da Silva-Lannes, S. C. (2006). Sorption isotherms of cocoa and cupuassu products. *Journal of Food Engineering*, 73(4), 402-406. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2005.02.002
- Medina-Torres, L., Gallegos-Infante, J. A., González-Laredo, R. F., & Rocha-Guzman, N. E. (2008). Drying kinetics of nopal (*Opuntia ficus-indica*) using three different methods and their effect on their mechanical properties. *LWT*, 41(7), 1183-1188. doi: 10.1016/j.lwt.2007.07.016
- Miranda, M., Vega-Gálvez, A., Sanders, M., López, J., Lemus-Mondaca, R., Martínez, E., & di Scala, K. (2012). Modelling the water sorption isotherms of quinoa seeds (*Chenopodium quinoa* Willd.) and determination of sorption heats. *Food and Bioprocess Technology*, 5(5), 1686-1693. doi: 10.1007/s11947-011-0610-y
- Montes, E., Torres, R., Andrade, R., Pérez, O., Marimon, J., & Meza, I. (2009). Modelado de las isotermas de desorción del ñame (*Dioscorea rotundata*). *DYNA*, 76, 145-152. Retrieved from <http://www.scielo.org.co/pdf/dyna/v76n157/a14v76n157.pdf>
- Moraes, M. A., Rosa, G. S., & Pinto, L. A. (2008). Moisture sorption isotherms and thermodynamic properties of apple Fuji and garlic. *International Journal of Food Science & Technology*, 43(10), 1824-1831. doi: 10.1111/j.1365-2621.2008.01716.x
- Moreira, R., Chenlo, F., Prieto, D. M., & Torres, M. D. (2012). Water adsorption isotherms of chia (*Salvia hispanica* L.) seeds. *Food and Bioprocess Technology*, 5(3), 1077-1082. doi: 10.1007/s11947-010-0400-y
- Park, E. H., & Chun, M. J. (2001). Wound healing activity of *Opuntia ficus-indica*. *Fitoterapia*, 72(2), 165-167. doi: 10.1016/S0367-326X(00)00265-3
- Pereira, N. R., Marsaioli, A., & Ahrné, L. M. (2007). Effect of microwave power, air velocity and temperature on the final drying of osmotically dehydrated bananas. *Journal of Food Engineering*, 81(1), 79-87. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2006.09.025
- Pu, H., Li, Z., Hui, J., & Raghavan, G. S. (2016). Effect of relative humidity on microwave drying of carrot. *Journal of Food Engineering*, 190, 167-175. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2016.06.027
- Rangel-Marrón, M., Welti-Chanes, J., Córdova-Quiroz, A. V., Cerón-Bretón, J. G., Cerón-Bretón, R. M., & Anguebes-Franceschi, F. (2011). Estimation of moisture sorption isotherms of mango pulp freeze-dried. *International Journal of Biology and Biomedical Engineering*, 5, 18-23. Retrieved from <http://www.naun.org/main/NAUN/bio/19-922.pdf>
- Rohitha-Prasanth, B. D., & Amunogoda, P. N. (2013). Moisture adsorption characteristics of solar-dehydrated mango and jackfruit. *Food and Bioprocess Technology*, 6(7), 1720-1728. doi: 10.1007/s11947-012-0832-7
- Samaniego-Esguerra, C. M., Boag, I. F., & Robertson, G. L. (1991). Comparison of regression methods for fitting



- the GAB model to the moisture isotherms of some dried fruit and vegetables. *Journal of Food Engineering*, 13(2), 115-133. doi: 10.1016/0260-8774(91)90014-J
- Shedbalkar, U. U., Adki, V. S., Jadhav, J. P., & Bapat, V. A. (2010). Opuntia and other cacti: applications and biotechnological insights. *Tropical Plant Biology*, 3(3), 136-150. doi: 10.1007/s12042-010-9055-0
- Shivhare, U. S., Arora, S., Ahmed, J., & Raghavan, G. S. (2004). Moisture adsorption isotherms for mushroom. *LWT - Food Science and Technology*, 37(1), 133-137. doi: 10.1016/S0023-6438(03)00135-X
- Silva, H., Acevedo, E., & Silva, P. (2001). Anatomía del tejido fotosintético de diez taxa de Opuntia establecidos en el secano árido mediterráneo de Chile. *Revista Chilena de Historia Natural*, 74(2), 341-351. doi: 10.4067/S0716-078X2001000200011
- Simal, S., Femenia, A., Castell-Palou, A., & Rosselló, C. (2007). Water desorption thermodynamic properties of pineapple. *Journal of Food Engineering*, 80(4), 1293-1301. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2006.10.001
- Singh, K. P., Mishra, H. N., & Saha, S. (2011). Sorption isotherms of barnyard millet grain and kernel. *Food and Bioprocess Technology*, 4(5), 788-796. doi: 10.1007/s11947-009-0195-x
- Soares-da Silva, M. G., Batista-Dubeux, J. C., da Silva-Lagos, L. C., Mota, D. L., Soares-da Silva, L. L., Ferreira-dos Santos, M. V., & Cordeiro-dos Santos, D. (2010). Anatomy of different forage cacti with contrasting insect resistance. *Journal of Arid Environments*, 74(6), 718-722. doi: 10.1016/j.jaridenv.2009.11.003
- Sopade, P. A., Xun, P. Y., Halley, P. J., & Hardin, M. (2007). Equivalence of the Peleg, Pilonis and Singh-Kulshrestha models for water absorption in food. *Journal of Food Engineering*, 78(2), 730-734. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2005.10.007
- Therdthai, N., & Zhou, W. (2009). Characterization of microwave vacuum drying and hot air drying of mint leaves (*Mentha cordifolia* Opiz ex Fresen). *Journal of Food Engineering*, 91(3), 482-489. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2008.09.031
- Toğrul, H., & Arslan, N. (2006). Moisture sorption behaviour and thermodynamic characteristics of rice stored in a chamber under controlled humidity. *Biosystems Engineering*, 95(2), 181-195. doi: 10.1016/j.biosystemseng.2006.06.011
- Vadivambal, R., & Jayas, D. S. (2007). Changes in quality of microwave-treated agricultural products - a review. *Biosystems Engineering*, 98(1), 1-16. doi: 10.1016/j.biosystemseng.2007.06.006
- Vega-Gálvez, A., Lara-Aravena, E., & Lemus-Mondaca, R. (2006). Isothermas de adsorción en harina de maíz (*Zea mays* L.). *Food Science and Technology*, 26, 821-827. doi: 10.1590/S0101-20612006000400017
- Vongpradubchai, S., & Rattanadecho, P. (2009). The microwave processing of wood using a continuous microwave belt drier. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 48(5), 997-1003. doi: 10.1016/j.cep.2009.01.008
- Wang, Q., Li, S., Han, X., Ni, Y., Zhao, D., & Hao, J. (2019). Quality evaluation and drying kinetics of shitake mushrooms dried by hot air, infrared and intermittent microwave-assisted drying methods. *LWT - Food Science and Technology*, 107, 236-242. doi: 10.1016/j.lwt.2019.03.020
- Yogendrarajah, P., Samapundo, S., Devlieghere, F., de Saeger, S., & de Meulenaer, B. (2015). Moisture sorption isotherms and thermodynamic properties of whole black peppercorns (*Piper nigrum* L.). *LWT - Food Science and Technology*, 64(1), 177-188. doi: 10.1016/j.lwt.2015.05.045

