

**IDENTIFICACIÓN DE COMPUESTOS VOLATILES EN EL CAFÉ VERDE DEL
MUNICIPIO SUCRE DEL ESTADO PORTUGUESA VENEZUELA**

***(IDENTIFICATION OF VOLATILE COMPOUNDS IN THE GREEN COFFEE OF
THE SUCRE MUNICIPALITY OF THE PORTUGUESA STATE VENEZUELA)***

Wilmer Salazar, Juan Fernández, Ruíz P-Isabel, José Salazar.

Universidad Nacional Experimental de los Llanos Occidentales “Ezequiel Zamora” UNELLEZ. Centro de
Creación Intelectual para la Seguridad Alimentaria (CCISA) UNELLEZ VIPI. Estado
Cojedes, Venezuela.

wilmerjohansalazar@gmail.com / jfermol@gmail.com.

Recibido: 01-05-2020/ Aceptado: 15-10-2020

RESUMEN

Los compuestos volátiles del café son los responsables del aroma y se encuentran en pequeñas cantidades en el grano de café verde y por efecto del tostado su contenido se ve incrementado. Existe muy poca información sobre el contenido de compuestos volátiles en los café de Venezuela, por lo que se realizó esta investigación cuyo objetivo fue la caracterización de los compuestos volátiles en el café verde del municipio Sucre del estado Portuguesa. El análisis de los compuestos volátiles del café implicó las etapas de aislamiento de la fracción volátil, separación de la mezcla en sus componentes individuales, detección e identificación de cada uno de ellos. Para tal fin, se utilizaron las técnicas de Micro-extracción en Fase Sólida (SPME) y Cromatografía de Gas acoplada a Espectrometría de Masas (GC/MS) para la separación de los compuestos y posterior identificación. Los resultados muestran una concentración de 692,03 mg/L de compuestos volátiles en los granos de café verde, de los cuales los alcanos representan el mayor porcentaje con 30,88 % (213,67 mg/L), seguidos de los alquenos con un 13,28 % (91,88 mg/L) y las cetonas con un 12,12 % (83,89 mg/L). Se concluye que en el café verde del municipio Sucre del Estado Portuguesa se encontraron compuestos volátiles de relevancia como el Dodecano, 2,6,10- trimetil y docecano 2,6,11- trimetil docecano que influyen en las características aromáticas de la bebida de café.

Palabras Clave: *Café verde, Compuestos volátiles, Alcanos.*

SUMMARY

The volatile compounds in coffee are responsible for the aroma and are found in small quantities in green coffee beans and due to the effect of roasting, their content is increased. There is very little information on the content of volatile compounds in Venezuela's coffee, so this research was carried out with the objective of characterizing the volatile compounds in green coffee in the Sucre municipality of the state of Portuguesa. The analysis of the volatile compounds in coffee involves the steps of isolation of the volatile fraction, separation of the mixture into its individual components, detection and identification of each of them. For this purpose, in the present study the techniques of Solid Phase Micro-extraction (SPME) and Gas Chromatography coupled to Mass Spectrometry (GC / MS) were used for the separation of the compounds and subsequent identification. The results show a concentration of 692.03 mg/l of volatile compounds in green coffee beans, of which alkanes represent the highest percentage with 30.88% (213.67 mg/l), followed by alkenes with 13.28% (91.88 mg/l) and ketones with 12.12% (83.89 mg/l). It is concluded that in the green coffee of the Sucre municipality of the Portuguese State, relevant volatile compounds were found such as Dodecane, 2,6,10-trimethyl and docecano2,6,11-trimethyl docecano that influence the aromatic characteristics of the coffee drink

Keywords: Green coffee, volatile compounds, alkanes

INTRODUCCIÓN

El estudio de los compuestos volátiles en el café, ha sido motivo de muchas investigaciones durante años, con la finalidad de asociar compuestos volátiles a descriptores sensoriales (Salazar y Fernández, 2018). El aroma y sabor, atributos más importantes del café, lo han hecho muy popular a nivel mundial, por esta razón los investigadores han tratado de descubrir durante años, la identidad de los constituyentes más relevantes (Holsher *et al.*, 1992; Ribeiro *et al.*, 2009).

Estas cualidades sensoriales tan particulares y agradables son producidas por mezclas de numerosos compuestos volátiles (Blank *et al.*, 1991; Czerny y Grosh, 2000; Salazar y Fernández, *ob. cit.*). La mayor parte de los volátiles del café se derivan de compuestos no volátiles presentes en el grano crudo, los cuales reaccionan durante el tostado (Dark y Nursten, 1985; Salazar y Fernández, *ob. cit.*). Los compuestos volátiles son los

responsables de las características aromáticas de la bebida de café, los mismos se encuentran en pequeñas concentraciones en el café verde y durante el proceso de torrefacción son intensificados, desarrollándose compuestos agradables y desagradables en la degustación de la bebida (Salazar, *et al.*, 2012).

En Venezuela existe una limitada información sobre la identificación y/o cuantificación de compuestos volátiles, por tal motivo se realizó esta investigación que tuvo como objetivo la caracterización de los compuestos volátiles en el café verde del municipio Sucre del estado Portuguesa.

MATERIALES Y MÉTODOS

Preparación de la muestra: En la investigación se trabajó con café arábico, Criollo (Typica), del municipio Sucre del estado Portuguesa, cultivado y cosechado en una altitud de 1200 msnm, con procesamiento postcosecha de vía húmeda y secados al sol. Se tomó una muestra de 200 gramos de café pergamino, el cual fue trasladado hasta las instalaciones del laboratorio de calidad del café del Centro de Investigaciones Agrícolas para el Desarrollo (CIRAD) en Montpellier Francia, donde se despergamino y posteriormente se utilizó un molino a fricción para su molienda, previa adición de nitrógeno líquido a la muestra, para la obtención del café verde en polvo.

Determinación de los compuestos volátiles: La extracción de los compuestos volátiles en el café verde se realizó por Headspace-SPME (Bertrand *et al.*, 2012). La muestra de café verde molida se deja reposar a temperatura ambiente por 90 minutos antes de tomar la muestra. Se tomaron, aproximadamente, 2 gramos de café verde molido y se colocaron en un recipiente de vidrio de 2 ml, el cual se selló herméticamente, dejando 1/3 del frasco como espacio de cabeza. Posteriormente los frascos se colocaron en un horno a temperatura de 50 °C por un tiempo de 15 minutos, hasta la temperatura de equilibrio.

Los compuestos volátiles se extrajeron mediante la colocación de una fibra de SPME, en contacto con el espacio de cabeza durante 45 minutos a temperatura de equilibrio. Para la desorción de los compuestos, la fibra se ubicó en el cromatógrafo de gases (GC) y se

calentó hasta 250 ° C durante 4 minutos. La fibra SPME que se utilizó fue la A CAR/PDMS (Carboxen / Polidimetilsiloxano, 75 µm), la cual se usó por su afinidad para todas las clases de compuestos volátiles y ha sido previamente documentada en investigaciones anteriores sobre extracción de compuestos volátiles en café (Akiyama, *et al.*, 2003; Bicchi *et al.*, 2002; Roberts *et al.*, 2000).

Los extractos de café SPME se analizaron con un aparato GC- Espectroscopia de Masa (GC-MS) (HP-6890A GC conectado a un MS HP-5973N) equipado con una columna capilar DB-WAX (60 m x 0,32 mm, con 0,25 µm (J & W Scientific)). La inyección se realizó en splitless por 4 min a 250 ° C en el acople de SPME Supelco específico de 0,75 mm i.d. Se utilizó como gas portador el helio, a una tasa de flujo de 1,5 ml / min. Los rangos de temperatura en el horno se programaron desde 50 a 200 ° C en 3 ° C / min, seguido por un aumento desde 170 hasta 250 ° C en 8 ° C / min.

El método de ionización de impacto electrónico fue de una energía de ionización de 70 eV. El rango para el escaneado de masas fue de 40 a 300 amu a una velocidad de barrido de 5,36 exploraciones / segundos. La temperatura de la línea de transferencia se fijó en 260 ° C.

Los compuestos volátiles del espacio de cabeza fueron identificados comparando sus índices de retención relativos y sus espectros de masas con los de la base de datos (Wiley datos espectrales de masa).

Análisis estadístico de los datos: La muestra fue analizada por triplicado y los valores de las aéreas de los compuestos identificados para las tres cromatografías se les calculó el coeficiente de variación (CV) y se tomó aquellos compuestos cuyo CV era igual o menor al 35 %.

DISCUSIÓN

Los compuestos volátiles presentes en la muestra de café verde estudiada se muestran en la Tabla 1, en el mismo se aprecia que se encontraron cuarenta y nueve (49) compuestos

IDENTIFICACIÓN DE COMPUESTOS VOLATILES EN EL CAFÉ VERDE DEL MUNICIPIO SUCRE DEL ESTADO PORTUGUESA VENEZUELA

volátiles distribuidos en nueve (9) familias de compuestos tales como: Ácidos, alcanos, alcoholes, aldehídos, alquenos, cetonas, compuestos azufrados, esterés y pirazina.

Así mismo, se aprecia que se encontró una concentración de 692,03 mg/l de compuestos volátiles, de los cuales los alcanos representan el mayor porcentaje con 30,88 % (213,67 mg/l), seguidos de los alquenos con un 13,28 % (91,88 mg/l) y las cetonas con un 12,12 % (83,89 mg/l).

En el café verde se han encontrado compuestos, tales como, ácidos, esterés, furanos, cetonas, piridinas y compuestos azufrados, entre otros. Estos resultados coinciden con los reportados por Agresti *et al.*, (2008) cuando reporto la presencia de ácidos, aldehídos, alcanos, alquenos, ésteres, furanos, cetonas, lactonas, oxasoles, fenoles, piridinas, pirazinas, pirroles y compuestos azufrados en muestras de café verde.

Tabla 1. Compuestos volátiles presentes en el café verde del municipio Sucre del Estado Portuguesa.

Familia de Compuestos	Compuesto Volátil	Concentración (mg/l)	Porcentaje (%)
Ácidos	Acido 3 metil butonico	45,55	6,58
	Acetato de metilo fenilo		
	Ácido acético		
Alcanos	Dodecano	213,67	30,88
	2,6,10- trimetil docecano		
	2,6,11- trimetil docecano		
	Hexano		
	Nonano		
	2,6- Dimetil nonano		
	Octano		
	Tetradecano		
	Undecano		
Alcoholes	1-3 butanol	75,68	10,94
	1-butanol		
	1- Hexanol		
	2 Metil etanol		
	3- Metil- 1 metanol		
	Fenol		
	tetrahidro geraniol		
	alcohol furfuril		

IDENTIFICACIÓN DE COMPUESTOS VOLATILES EN EL CAFÉ VERDE DEL MUNICIPIO SUCRE DEL ESTADO PORTUGUESA VENEZUELA

Tabla 1. (Cont.)

Familia de Compuestos	Compuesto Volátil	Concentración (mg/l)	%
Aldehídos	Benzaldehído	67,16	9,71
	Butanal		
	2- Metil butanal		
	3- Metil butanal		
	Etanal		
	Hexanal		
	Nonal		
	Fenilacetaldehído		
	5-HMF		
Alquenos	1,2,3- Trimetil benzeno	91,88	13,28
	1,2,4- Trimetil benzeno		
	Etilbenzeno		
	2,2,4,6,6- pentametil hepteno		
	o-xylene		
	p-xylene		
	Sryrene		
	Tolveno		
Cetonas	2- Acetilfurano	83,89	12,12
	2-Ciclopentona, 2- metil		
	2- Metil-4-hetanona		
	3, Metil-2-ciclopentona-1		
	δ-butirolactona		
Compuestos Azufrados	Dimethylsulfido	1,44	0,21
Esteres	Ácido acetico metilester	69,90	10,10
	Isobutonoato de isoamilo		
	isovalerato metil		
Pirazinas	2-Metil pirazina	42,84	6,19
	Pirazina, 2-metoxi-3-(2-metilpropil)		
	Piridina		
Total	-	692,03	100

Fuente: Autores (2020)

Bicchi *et. al.* (ob. cit.), mediante el uso del método combinado “Headspace, Solid Phase Microextraction-Gas Chromatography” (HS-SPME-GC), identificaron 36 compuestos volátiles en una mezcla 50/50 de café arábigo y café Robusta.

La formación de los aldehídos se debe a la auto-oxidación de los lípidos, la degradación de «Strecker» y las reacciones de «Maillard». Los aldehídos de cadena larga están asociados a la presencia de un aroma a frutas y flores. Los alcoholes se derivan de la degradación oxidativa de los lípidos (Basto *et al.*, 1999).

Los ácidos acéticos se pueden formar de la degradación de los glúcidos, es una de las vías de la formación de estos compuestos. También, a través de la caramelización y degradación de la sacarosa, y la degradación térmica de esterés, o la auto-oxidación de aldehídos y cetonas (Basto *et al.*, 1999).

Salazar (2015), reportó que los alcanos y los alquenos son la fracción volátil más importante en el beneficio del café por vía humedad secado al sol con una concentración de 94,8 mg/l y 18,04 mg/l, siendo el 2, 2, 4, 6,6-Pentamethyl- Heptano, 4-methyl-Octano y octamethyl- cyclotetrasiloxano los compuestos más abundante en los alcanos y en los alquenos el 2,4-dimethyl-1-hepteno, 4, 6,8-trimethyl-1-noneno y el limoneno.

Así mismo, Salazar (ob.cit), reportó que, en el beneficio del café por vía seca, la fracción volátil estuvo compuesta por los alcanos (86,44 mg/l) y los ácidos (40,9 mg/l), dentro de los alcanos los más abundante fueron el 2, 2, 4, 6,6-pentamethyl-Heptano, 4-methyl- octano y undecano, y de los ácidos el ácido 3-methyl-butanoico, ácido acético methyl ester y el ácido acético.

CONCLUSIONES

Se encontraron cuarenta y nueve (49) compuestos volátiles distribuidos en nueve (9) familias de compuestos tales como: Ácidos, alcanos, alcoholes, aldehídos, alquenos, cetonas, compuesto azufrado, esterés y pirazina.

Se encontró una concentración de 692,03 mg/l de compuestos volátiles, de los cuales los alcanos representan el mayor porcentaje con 30,88 % (213,67 mg/l), seguidos de los alquenos con un 13,28 % (91,88 mg/l) y las cetonas con un 12,12 % (83,89 mg/l).

AGRADECIMIENTO

Al proyecto PCP-2009000024 del Convenio entre el FONACYT de Venezuela y la embajada de Francia por permitirme realizar esta presente investigación. Al Centro de Investigaciones Agrícolas para el Desarrollo (CIRAD) en Montpellier Francia, donde se le realizaron los análisis.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- Agresti, P. Franca, A. Oliveira, L y Augusti, R. 2008. *Discrimination between defective and non-defective Brazilian coffee beans by their volatile profile*. Food Chemistry, 106 (2): 787-796.
- Agresti, P; Franca, A; Oliveira, L; y Augusti, R. 2008. *Discrimination between defective and non-defective Brazilian coffee beans by their volatile profile*. Food Chemistry, 106 (2): 787-796.
- Akiyama, M. Murakami, K. Ohtani, N. Iwatsuki, K. Sotoyama, K. Wada, A. Tokuno, K. Iwabuchi, H y Tanaka, K. 2003. *Analysis of volatile compounds releases during the grinding of roasted coffee beans using solid-phase microextraction*. J. Agric. Food Chem., 51 (7): 1961–1969.
- Basto, C. Alves, R y Trugo. 1999. Componentes Volateis do Café Torrado. Parte I. Compostos Heterociclicos. Quimica Nova, 22(2): 209-217.
- Bertrand, B. Boulanger, R. Dussert. Ribeyre, F. Berthiot, L. Descroix, F y Joet, T. 2012. *Climatic factors directly impact the volatile organic compound fingerprint in green Arábico coffee bean as well as coffee beverage quality*. Food Chemistry, 135(4): 2575-2583.
- Bicchi, C. Iori, C. Rubiolo, P. Sandra, P. 2002. *Headspace sorptive extraction (HSSE), stir bar sorptive extraction (SBSE), and solid phase microextraction (SPME) applied to the analysis of roasted arabica coffee and coffee brew*. J. Agric. Food Chem., 50 (3): 449–459.
- Blank, I. Grosch, W. y Sen, A. 1991. *Aroma Impact Compounds of Arabica and Robusta Coffee. Qualitative and Quantitative Investigations*. 14th International Conference on Coffee Science (ASIC), San Francisco, EEUU. Julio, 13 p.
- Czerny, M y Grosh W. 2000. *Potent Odorants of Raw Arabica Coffee. Their Changes during Roasting*. J. Agr. Food Chem, 48 (3): 868-872.

- Dark, S. K. y Nursten, H.E. 1985. *Volatile Components. En: Coffee Chemistry; Clarke, R. J., Macrae, R., Eds.*; Elsevier Applied Science Publishers: New York, U.S.A, Vol. 1.
- Holsher, W. Vitzthum, O. y Steinhart, H. 1992. *Prenyl Alcohol-Source for Odorants in Roasted Coffee*. J. Agr. Food Chem., 40 (4): 665-658.
- Ribeiro, JS. Augusto, F. Salva, TJ. Thomaziello, RA. Ferreira, MM. 2009. *Prediction of Sensory Properties of Brazilian Arabica Roasted Coffees by Headspace Solids Phase Microextraction-Gas Chromatography*. Analytica Chimica Acta 634 (2): 172-179.
- Roberts, D. Pollien, P. y Milo, C. 2000. *Solid-phase microextraction method development for headspace analysis of volatile flavor compounds*. J. Agric. Food. Chem., 48 (6): 2430–2437.
- Salazar, W. Aguilar, P. Bastide, P. Fernández-Molina, JJ., Macia, I. y Berthiot, L. 2012. *Descriptive and Quantitative Sensory Profiles of the Coffee from Sucre Municipality Portuguesa State Venezuela*. 24th International Conference on Coffee Science (ASIC). San José, Costa Rica. Noviembre, 2012. 10 p.
- Salazar, W.; Fernández-Molina, JJ. 2018. *Compuestos volátiles y no volátiles del café arábico y su asociación con la calidad sensorial*. Serie N° 10. Publicaciones del área de estudios de postgrado. San Carlos, Venezuela.
- Salazar S. Wilmer J. 2015. *Estudio de algunos factores que influyen sobre la presencia de compuestos volátiles y no volátiles del café arábico y su asociación con la calidad sensorial*. Tesis Doctoral para optar al título de Doctor en Ciencia y Tecnología de los Alimentos. Universidad Central de Venezuela. Caracas, Venezuela