

## COMPUESTOS VOLÁTILES EN EXTRACTO Y PERCOLADO DE CAFÉ

*Ariel G. Ortega\* , Jorge A. Pino y Elda Roncal*  
*Instituto de Investigaciones para la Industria Alimenticia.*  
*Carretera al Guatao, km 3½, C.P. 19 200, La Habana, Cuba*  
*E-mail: ariel@iiaa.edu.cu*

### RESUMEN

El objetivo de este trabajo fue determinar la composición de compuestos volátiles de un extracto de café arábica, tostado y molido, obtenidos por extracción con agitación y por percolación, ambos a escala de planta piloto. En el extracto de café se identificaron y cuantificaron 72 componentes, con nueve compuestos de impacto del aroma, para una proporción de 14,5 %; mientras que en el percolado fueron 81 compuestos con ocho constituyentes de impacto para 16,4 %. Los compuestos de mayor impacto fueron 2-isobutil-3-metoxipirazina y (*E*)- $\beta$ -damascenona. La evaluación de la intensidad sensorial del sabor a malta, tostado y a caramelo del extracto y percolado, aplicados en leche, resultaron de intensidad débil, mientras el descriptor sabor a café resultó de intensidad moderada.

**Palabras clave:** compuestos volátiles, extracto de café, percolación de café, evaluación sensorial.

### ABSTRACT

#### **Determination of volatile compounds in coffee extract and coffee percolate**

The objective of this work was to determine of volatile compound composition the Arabic coffee extract, toasted and milled, obtained by stirred extraction and percolation, both carried out at pilot scale. Seventy-two constituents were identified and quantified in the coffee extract, nine of them were aroma-impact compounds in a relative concentration of 14.5 %; while in the percolate, 81 compounds were quantified, eight of them were aroma-impact compounds and represented 16.4 % of the total composition. 2-Isobutyl-3-methoxy pyrazine and (*E*)- $\beta$ -damascenone were the major impact compounds. Sensory evaluation of the intensity of malt, toasted and caramel flavor of the extract and percolate, applied in a milk base, were of weak intensity, while coffee flavor was with moderate intensity.

**Keywords:** volatile compounds, coffee extract, coffee percolation, sensory evaluation.

### INTRODUCCIÓN

Se conocen hoy más de 800 compuestos volátiles en el café con una amplia variedad de grupos funcionales pero no todos contribuyen al sabor (1). Los métodos más comunes de aislamiento de compuestos volátiles en el café son destilación por arrastre con vapor con extracción con disolvente orgánico del destilado acuoso, despojo con algún gas inerte y condensación en trampas de nitrógeno líquido, extracción a alto vacío y destilación-extracción simultáneas por el método de Likens-Nickerson (2-5). También se han aplicado técnicas analíticas de extracción por fluido supercrítico, de espacio de cabeza en sus variantes estática y diná-

---

*\*Ariel G. Ortega Luis: Licenciado en Ciencias Farmacéuticas (Universidad de la Habana, 1995) y Máster en Ciencia y Tecnología de los Alimentos (Instituto de Farmacia y Alimentos, 1999). Investigador Auxiliar. Trabaja en la investigación y desarrollo de saborizantes líquidos y en polvo, esencias, emulsiones y extractos naturales para la industria. Es profesor asistente de la Universidad de la Habana.*

mica, así como las técnicas de sorción (extracción por sorción del espacio de cabeza (6-8) y la más reciente microextracción en fase sólida), la cual es considerada bastante representativa del aroma del producto (9-18).

A pesar del gran número de compuestos volátiles identificados, los compuestos de mayor impacto aromático están dentro del grupo de pirazinas, pirroles y cetonas (1), azufrados y n-heterocíclicos (19) y alquilpirazinas, furanonas y fenoles (20).

Los extractos del café pueden ser obtenidos por cualquiera de las formas comúnmente conocidas: con agitación o con lecho estático como ocurre en la percolación. En general, el proceso de extracción involucra varias etapas como son: entrada de disolventes dentro de la matriz sólida, solubilización de los componentes, transporte del soluto para el exterior de la matriz sólida, migración del soluto extraído desde la superficie externa del sólido hasta la solución, descarga y filtración del extracto (21).

El objetivo de este trabajo fue determinar la composición de compuestos volátiles de un extracto de café arábica, tostado y molido obtenido con agitación y por percolación, ambos realizados a escala piloto.

## MATERIALES Y MÉTODOS

Se utilizó café arábica en grano y café arábica molido, ambos tostados, comercializada por la Empresa Cubacafé y avalada por el certificado de calidad (22). Para las extracciones se utilizó alcohol clase A (96 % v/v) (23). Para la extracción de los compuestos volátiles se utilizó n-pentano, éter etílico y sulfato de sodio anhidro (Merck, Darmstadt).

El extracto de café se elaboró con un extractor sólido-líquido de 80 L de capacidad con disolvente hidroalcohólico 36 % v/v, con agitación continua y recirculación del disolvente a temperatura de ebullición, donde se utilizó la relación café molido-volumen de disolvente 1:4 % m/v en el primer pase y 1:3 % m/v en el segundo pase. Los extractos fueron decantados, filtrados y envasados a temperatura ambiente en frascos de vidrio con tapa de vidrio.

El percolado de café se realizó a contracorriente utilizando una batería de percoladores donde se alcanzó una temperatura entre 70 y 75 °C en el interior del

percolador y presión de 34,4 kPa. El café fue previamente molido con 57 % m/m de partículas entre 2 y 3 mm, como disolvente se utilizó una solución hidroalcohólica al 36 % v/v, relación café-disolvente 1:3 % m/v, tiempo de humectación 1 h y flujo extracción 13 L/h.

Al final de ambos procesos, el residuo de café (torta) fue escurrido para eliminar la mayor parte de extracto ocluido en el material, el cual fue incorporado al producto final.

El aislamiento de los compuestos volátiles se realizó, en cada caso, a partir de 500 mL de extracto o percolado diluido hasta 1 L con agua destilada, basado en una modificación del método reportado anteriormente (24). La modificación fue hacer la extracción de forma continua en lugar del emplear un embudo separador. Se utilizó un extractor líquido-líquido continuo con 160 mL de n-pentano previamente destilado. El condensador se mantuvo a 0 °C durante las 6 h de extracción. El aislado con los volátiles fue secado sobre sulfato de sodio anhidro y concentrado en un equipo Kuderna-Danish con una columna de fraccionamiento Vigreux (12,5 cm) hasta 0,9 mL. El producto se concentró hasta 0,2 mL con una corriente de nitrógeno gaseoso para de su análisis. Las extracciones se hicieron por duplicado.

El análisis por GC-MS se hizo en un equipo Hewlett-Packard 6890N con detector selectivo de masas modelo 5973. Se empleó una columna capilar HP-5 (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm). El programa de temperatura usado fue de 50 °C por 2 min e incremento hasta 280 °C a 4 °C/min con un período isotérmico final de 10 min. Las temperaturas del inyector e interfase fueron de 250 °C. El flujo de gas portador (helio) fue de 1 mL/min. El detector operó a 230 °C y con energía de ionización de 70 eV. La detección se realizó entre 30 y 400 u. El volumen de inyección fue de 1 µL con una separación de caudal de 1:10. Los constituyentes se identificaron por comparación de los espectros de masas con aquellos reportados en las bases NIST/EPA/NIH o la propia FLAVORLIB, y confirmados, en muchos casos, por comparación de los índices de retención cromatográficos. Además se compararon con los índices de retención relativos (con una serie homóloga de n-parafinas) y espectros de masas informados (25). Los datos cuantitativos se obtuvieron a partir de la in-

tegración electrónica de la corriente iónica total de cada pico cromatográfico y se expresaron como porcentaje de área, sin considerar factores de respuesta.

En el extracto y percolado se analizó el aporte sensorial de cada sustancia de impacto (28-30) a partir del cálculo del porcentaje de área del compuesto en el cromatograma y su concentración umbral, la cual se denominó como U. Esta relación, aunque no representa exactamente las unidades de olor, es una medida relativa de ellas.

Los umbrales de detección fueron: 2-metilbutanal (1,3 µg/kg), ácido acético (2200 µg/kg), 2-etil-6-metilpirazina (100 µg/kg), 2-etil-3,5-dimetilpirazina (0,16 µg/kg), 5-metil-2,3-dietilpirazina (0,09 µg/kg), 3-isobutil-2-metoxipirazina (0,005 µg/kg), 4-etilguayacol (33,0 µg/kg), 4-vinilguayacol (3 µg/kg), (*E*)-β-damascenona (0,002 µg/kg), tomados de la base de umbrales de olor del Dpto. de Aromas del IIIA. Los valores de U se llevaron a notación logarítmica para facilitar el análisis. Toda contribución mayor que cero indicará un aporte sensorial importante del componente en la preparación.

En el extracto y percolado se determinaron el perfil de sabor evaluando los descriptores sabor a malta, caramelo, tostado y a café en leche descremada, con 9 % m/v de sacarosa. La dosis de aplicación fue 15 mL/L de leche. En las evaluaciones participaron 12 jueces entrenados donde se usó una escala lineal estructurada de 10 cm, Las intensidades de la escala equivalen a: no aparece (0 cm), muy débil (2 cm), débil (4 cm), moderada (6 cm), intenso (8 cm) y muy intenso (10 cm) (26).

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se identificaron y cuantificaron por CG-EM un total de 84 compuestos volátiles en ambos extractos (Tabla 1). Para el extracto obtenido con agitación fueron cuantificados 72 componentes, mientras que para el percolado fueron 81 compuestos, todos ellos informados anteriormente (27).

Los furanos, pirazinas y pirroles se consideran entre los grupos químicos más importantes para el sabor café, reportándose una concentración relativa de 16,1; 11,8 y 10,4 %, respectivamente (1). En el extracto se identificaron 23 furanos, 11 pirazinas y cinco pirroles en una concentración relativa de 57,8; 4,6 y 7,9 %, res-

**Tabla 1. Componentes volátiles cuantificados en el extracto y percolado (% área)<sup>1</sup>**

Componentes volátiles	Extracto	Percolado
2-metilfurano	nd	t
2-metil-3-buten-2-ol	nd	t
3-metilbutanal*	nd	t
2-metilbutanal*	0,1	0,1
3-pentanona	t	nd
2-vinilfurano	nd	t
pirazina	t	nd
1-metilpirrol	t	t
disulfuro de dimetilo	0,1	0,1
ácido acético*	0,7	0,4
hexanal	0,5	0,1
2-metil-tetrahidrofuran-3-ona	t	0,1
4-metiltiazol	t	0,1
metilpirazina	t	0,1
2-furfural	0,2	t
2-(2-propenil)-furano	nd	0,1
2-furanmetanol	t	0,1
<i>p</i> -xileno	0,1	0,1
2,5-dimetiltiofeno	nd	t
formiato de 2-furfurilo	2,9	1,2
2,5-dimetilpirazina	t	t
2-acetilfurano	0,2	0,1
2,6-dimetilpirazina	0,3	0,2
2-etilpirazina	0,7	0,2
2,3-dimetilpirazina	t	t
acetato de 3-metil-2-butenilo	nd	t
1-acetil-3-metilpirrol	t	0,1
<i>trans</i> -2-metil-5-isopropenilfurano	0,7	0,8
benzaldehído	0,9	0,1
5-metilfurfural	1,3	0,7
1-octen-3-ol	0,1	0,1
2-pentilfurano	2,5	1,1
benzofurano	t	t
acetato 2-furfurilo	6,0	4,0
2-etil-6-metilpirazina*	0,3	0,2
octanal	t	t
<i>p</i> -cimeno	t	0,6
limoneno	3,9	5,5
2-etil-1-hexanol	nd	0,7
2,2'-bifurano	0,6	0,7
1-isoamilpirrol	0,1	0,4
2-furoato de etilo	0,3	nd
<i>trans</i> -óxido de linalol	0,3	0,3
2-acetil-1-metilpirrol	0,8	0,6
2-etil-3,5-dimetilpirazina*	1,5	0,9
2-furfurilfurano	8,3	5,5
propanoato de 2-furfurilo	2,0	1,3
linalol	1,2	0,9
nonanal	1,3	1,3
2-metilbenzofurano	1,3	1,3
2-(2-furil)-5-metilfurano	0,7	0,7
5-metil-2,3-dietilpirazina*	0,4	0,2
butanoato de 2-furfurilo	0,1	0,6

**Tabla 1. Continuación**

Componentes volátiles	Extracto	Percolado
2-isobutil-3-metoxipirazina*	0,6	0,8
2-furfuril-5-metilfurano	11,5	7,6
1-(2-furfuril)pirrol	7,1	4,8
salicilato de metilo	1,6	t
decanal	1,5	1,6
disulfuro de 2-furfurilmetilo	1,4	1,3
isopentanoato de 2-furfurilo	2,3	1,8
3-fenilfurano	nd	0,4
pentanoato de 2-furfurilo	6,5	3,8
2-isopentil-6-metilpirazina	0,8	0,8
salicilato de etilo	0,9	t
bis(5-metil-2-furil)metano	2,3	2,7
4-etilguayacol*	5,4	4,5
difurfuril éter	6,8	4,9
4-vinilguayacol*	3,5	6,6
(E)-2,2-vinilfurano	0,2	t
acetato de $\alpha$ -terpinilo	1,0	2,8
(E)- $\beta$ -damascenona*	2,0	2,8
decanoato de etilo	0,3	0,9
(E)-geranil acetona	0,8	1,7
(E)-cinamato de etilo	nd	2,4
dodecanol	0,6	2,8
ácido dodecanoico	nd	t
(E)-amilcinamaldehído	0,1	0,6
1-heptadecano	0,1	0,6
benzoato de 2-etilhexilo	0,2	4,0
ácido tetradecanoico	0,4	1,6
hexadecanoato de metilo	0,2	0,6
ácido hexadecanoico	0,8	3,6
linoleato de etilo	0,5	2,0
oleato de etilo	nd	0,5

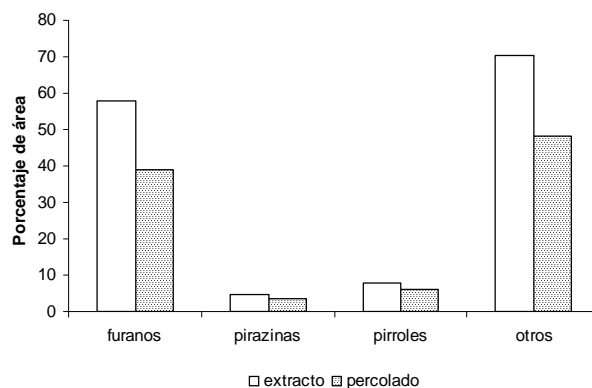
<sup>1</sup>Porcentaje de área en el cromatograma.

t: concentración < 0,1 %; nd: no detectado;

\*Compuestos de impacto en el café según Poisson y col., 2005; Akiyama y col., 2003; Andueza y col., 2003 y Sanz y col., 2002.

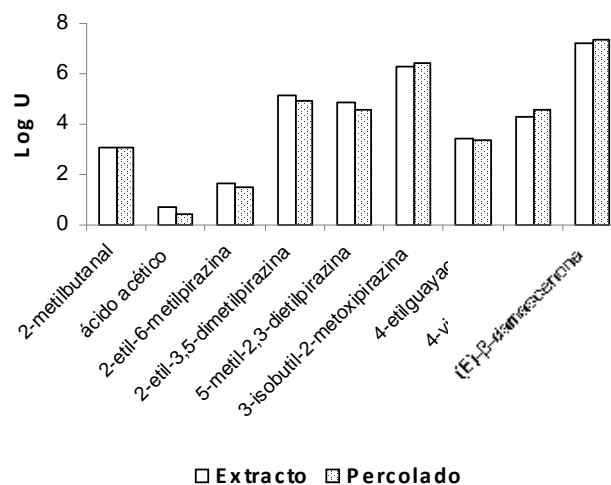
pectivamente; mientras que en el percolado se determinaron 27 furanos, 10 pirazinas y cinco pirroles en una concentración relativa de 39,0; 3,4 y 5,9 %, respectivamente (Figura. 1). Los furanos tanto en el extracto como en el percolado mostraron concentraciones superiores a los valores informados anteriormente (1), mientras que las pirazinas y pirroles se hallaron en menor concentración.

No todos los compuestos volátiles identificados en el extracto y percolado contribuyen al aroma, independientemente de su concentración. En el extracto hay tres compuestos que no fueron detectados en el percolado y en este último hay 12 que no están en el extracto, pero ninguno de ellos ha sido reportado como compuesto de impacto sensorial.



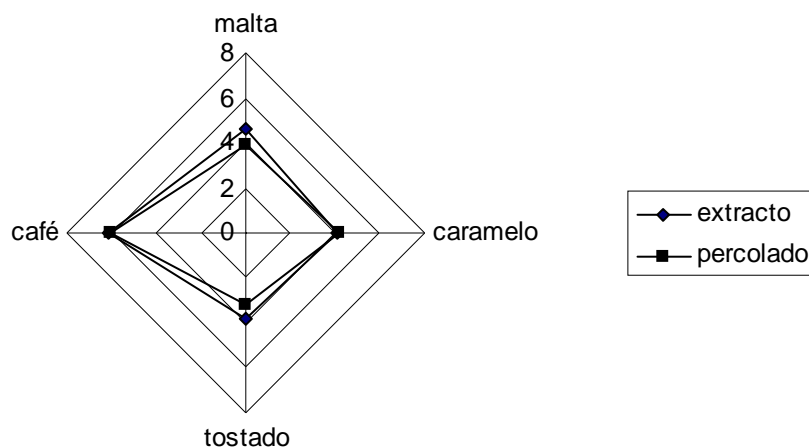
**Figura 1. Proporción de grupos químicos de impacto en el extracto y percolado.**

La Figura 2 muestra de forma comparativa una medida de las unidades de olor (U) para los compuestos de impacto cuantificados en el extracto y percolado. Atendiendo a los compuestos de impacto sensorial en el café (28-30), que no son necesariamente los mayoritarios, en el extracto se encontraron nueve compuestos para una proporción de 14,5 % de la composición total, mien-



**Figura 2. Compuestos de impacto en el extracto y percolado.**

U: relación del porcentaje de área del compuesto y su concentración umbral.



**Figura 3. Perfil de sabor del extracto y percolado de café.**

tras que en el percolado se detectaron ocho constituyentes para una concentración relativa de 16,4 %. Los compuestos de mayor impacto fueron 2-isobutil-3-metoxipirazina y (*E*)- $\beta$ -damascenona, de notas ají pimiento y miel, fruta cocida, respectivamente (28-30). No se apreciaron diferencias cuantitativas entre los compuestos del extracto y percolado.

El perfil de sabor del extracto y percolado evaluados en leche se muestra en la Figura 3. La puntuación de los descriptores sabor a malta y a tostado resultaron mayor en el extracto que en el percolado pero la intensidad de los mismos en el producto aplicado fue calificada como débil. La puntuación de los descriptores sabor a caramelo y a café fue similar tanto para el extracto como el percolado alcanzando una calificación de cuatro y seis, respectivamente, que en la escala sensorial resultaron de intensidad débil y moderada respectivamente. La evaluación del extracto y percolado en la leche, mostró que no hubo diferencias de los descriptores sabor a malta, tostado y a caramelo los cuales obtuvieron una intensidad de débil, mientras que el descriptor sabor a café tanto en el extracto como percolado resultó de intensidad moderada.

A pesar de haber cambios cualitativos y cuantitativos en la composición de volátiles del extracto y percolado, dado fundamentalmente por la diferencia en el procedimiento de obtención de los extractos, estos no fueron reflejados en la evaluación sensorial de los descriptores seleccionados.

### CONCLUSIONES

En el extracto fueron identificados y cuantificados 72 componentes con nueve compuestos de impacto del aroma para una concentración relativa de 14,5 %; mientras que en el percolado fueron identificados 81 constituyentes con ocho compuestos de impacto del aroma para una concentración relativa de 16,4 %. Los compuestos de mayor impacto resultaron el 2-isobutil-3-metoxipirazina y (*E*)- $\beta$ -damascenona.

La evaluación sensorial del extracto y percolado aplicados en leche, no mostró diferencias en los descriptores sabor a malta, tostado y a caramelo los cuales obtuvieron intensidad débil; mientras que el descriptor sabor a café tanto en el extracto como percolado resultó de intensidad moderada.

## REFERENCIAS

1. Flament I. y Chevallier Ch. *Chem. & Ind.* 19: 592-596, 1988.
2. Czerny M., Wagner R. y Grosch W. *J. Agric. Food Chem.* 44: 3268-3272, 1996.
3. Czerny M. y Grosch W. *J. Agric. Food Chem.* 48: 868-872, 2000.
4. Sarrazin C., Le Querre L., Gretsche C. y Liardon R. *Food Chem.* 70: 99-106, 2000.
5. Richling, E., Preston C., Kavvadias D., Kahle K., Heppel C., Hummel S., König T. y Schreier P. *J. Agric. Food Chem.* 53: 7925-7930, 2005.
6. Nebesny E., Budryn G., Kula J. y Majda T. *Eur. Food Res. Technol.* 225: 9-19, 2007.
7. Mancha Agresti P., Franca A., Oliveira L. y Augusti R. *Food Chem.* 106: 787-796, 2008.
8. Pérez-Martínez M., Sopolana P., Paz de Peña M. y Cid C. *J. Agric. Food Chem.* 56: 3145-3154, 2008.
9. Zambonin C., Balesta L., De Benedetto G. y Palmisano F. *Talanta* 66: 261-265, 2005.
10. Charles-Bernard M., Kraehenbuehl K., Rytz A. Roberts D. *J. Agric. Food Chem.* 53: 4417-4425, 2005.
11. Lopez-Galilea I., Fournier N., CID C. y Guichard E. *J. Agric. Food Chem.* 54: 8560-8566, 2006.
12. Baggenstoss J., Poisson L., Luethi R., Perren R. y Escher F. *J. Agric. Food Chem.* 55: 6685-6691, 2007.
13. Marin K., Pozrl T., Zlatic E. y Plestenjak A. *Food Technol. Biotechnol.* 46 (4): 442-447, 2008.
14. Akiyama M., Murakami K., Ikeda M., Iwatsuki K., Wada A., Tokuno K., Onishi M. y Iwabuchi H. *J. Food Sci.* 72 (7): 388-396, 2007.
15. Akiyama M., Murakami K., Hirano Y., Ikeda M., Iwatsuki K., Wada A., Tokuno K., Onishi M. y Iwabuchi H. *J. Food Sci.* 73 (5): 335-345, 2008.
16. Akiyama M., Murakami K., Ikeda M., Iwatsuki K., Wada A., Tokuno K., Onishi M., Iwabuchi ., y Sagara Y. *Food Sci. Technol. Res.* 15 (3): 233-244, 2009.
17. Pino J. y Quijano C.E. *Cienc. Tecnol. Alim.* 20 (1): 43-47, 2010.
18. Michishita T., Akiyama M., Hirano Y., Ikeda M., Sagara Y. y Tetsuya A. *J. Food Sci.* 75 (9): 477-489, 2010.
19. Holscher W. y Steinhart H. En: *New sulfur-containing aroma impact compounds in roasted coffee.* ASIC, 14 e Colloque, San Francisco. pp. 130-136, 1991.
20. Mayer F., Czerny M. y Grosch W. *Eur. Food Technol.* 211: 272-276, 2000.
21. Schwartzberg, H. En: *Food Engineering and Process Applications.* Vol. 1. Transport phenomena. Maguer-Mle; Jelen P. (Eds.), John Wiley & Sons, New York, 1986.
22. NE 3A. *Café Cohiba, Montecristo, Turquino y Serrano.* Especificaciones de Calidad, 2005.
23. NC-ISO 790. *Método de referencia: grado alcohólico por densimetría digital,* Cuba, 2010.
24. Ramos E., Valero E., Ibañez E., Reglero G. y Tabera J. *J. Agric. Food Chem.* 46: 4011-4016, 1998.
25. Adams P. *Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Quadrupole Mass Spectrometry.* Allured Publishing Corp., Carol Stream, 2004.
26. Duarte C. y Ortega A. *Alimentaria,* 12 (329): 39-43, 2001.
27. Nijssen M., Ingen-Visscher A., Donders H. En: *database version 9.2, TNO quality of life.* Zeist, Netherlands. Available from: <http://www.vcf-online.nl/Vcfhome.cfm>, 1963-2007.
28. Poisson L., Schmalzried F., Davidek T., Blank I. y Kerler J. *J. Agric. Food Chem.* 57: 9923-9931, 2009.
29. Andueza S., Maetzu L., Pascual L., Ibañez C., De Peña, M. y Cid, C. *J. Sci. Food Agric.* 83: 240-248, 2003.
30. Sanz C., Czerny M., Cid C. y Schieberle P. *Eur. Food Res. Technol.* 214 : 299-302, 2002.