

OLEORRESINA DE AJO: CARACTERIZACIÓN DE LOS COMPUESTOS VOLÁTILES Y APLICACIÓN

Pedro Borges, Jorge A. Pino y Elda Roncal*
Instituto de Investigaciones para la Industria Alimentaria
Carretera al Guatao, km 3½, La Habana, C.P. 19 200, Cuba
E-mail: pedro@iiaa.edu.cu

RESUMEN

Se caracterizaron los compuestos volátiles en una oleorresina de ajo obtenida a escala piloto y se evaluó su aplicación en productos cárnicos, puré de tomate, pan y queso fundido, para determinar su dosificación e índice de sustitución. Mediante la técnica de HS-SPME combinada con GC-MS se identificaron 27 compuestos que representan 96 % de la composición total, la mayoría de los cuales corresponden a derivados azufrados. De acuerdo a los componentes presentes y sus concentraciones se concluye que la composición volátil de la oleorresina de ajo es muy similar a la informada para el aceite esencial de ajo. La aplicación de la oleorresina en cinco productos alimenticios y su evaluación sensorial arrojó una dosificación de 0,09 % en el picadillo a la criolla, 0,3 % en la salsa de tomate condimentada, 0,06 % en el queso fundido y 0,5 % en pan suave. Los índices de sustitución determinados para el picadillo a la criolla y para la salsa de tomate condimentada fueron de 50 y 53 %, respectivamente.

Palabras clave: ajo, oleorresina, compuestos volátiles, HS-SPME, GC-MS, aplicación.

ABSTRACT

Garlic oleoresin: characterization of the volatile compounds and use

The characterization of volatile compounds in garlic oleoresin obtained at pilot scale and its use in meat products, tomato puree, bread and fused cheese, were evaluated to determine its dosage and substitution index. Using HS-SPME combined with GC-MS, 27 compounds were identified, which represented 96% of the total composition, most of which corresponded to sulfur compounds. According to the components found and their concentrations it is concluded that the volatile composition of the garlic oleoresin is very similar to those reported for garlic essential oil. The use of the oleoresin in five food products and their sensorial evaluation gave a dosage of 0.09% in the mincemeat, 0.3% in the seasoned tomato sauce, 0.06% in the fused cheese and 0.5% in soft bread. The substitution indexes for the mincemeat and for the seasoned tomato sauce were of 50 and 53%, respectively.

Keywords: garlic, oleoresin, volatile compounds, HS-SPME, GC-MS, use.

INTRODUCCIÓN

El ajo (*Allium sativum* L.) es una especia que por su fuerte olor y sabor penetrante se utiliza desde tiempos remotos como vegetal y condimento. Este olor y sabor característicos se debe fundamentalmente a la presencia de compuestos azufrados (1).

El ajo es un producto perecedero por lo que es necesario buscar formas de conservarlo para su empleo durante todo el año. Una vía para ello puede ser la obtención de oleorresinas a partir de su extracción con disolventes orgánicos y tecnologías adecuadas que permitan conservar el olor y sabor característicos del vegetal.

***Pedro T. Borges Galindo:** Ingeniero Químico en Procesos. (ISPJAE, 1979). Investigador Auxiliar. Máster en Ciencia y Tecnología de los Alimentos (IFAL, 1999). Perteneció al área de Bebidas en el Departamento de Aromas. Sus principales líneas de trabajo son: la extracción y obtención de aromas naturales, obtención de aceites esenciales y oleorresinas de especias; también labora para la industria alimentaria en la formulación de condimentos, bebidas, licores y aromas.

Recientemente se definió un proceso para obtener oleorresina de ajo mediante extracción con etanol diluido (2). Los objetivos del presente trabajo fueron caracterizar los compuestos volátiles presentes en la oleorresina de ajo obtenida a escala piloto, así como evaluar su aplicación en productos cárnicos, puré de tomate, panes y queso fundido, para determinar su dosificación e índice de sustitución.

MATERIALES Y MÉTODOS

La oleorresina de ajo fue obtenida a escala piloto mediante extracción sólido-líquido con etanol, según proceso descrito en un trabajo anterior (2).

El análisis de los compuestos volátiles se realizó por aislamiento y concentración del espacio de cabeza por microextracción en fase sólida (HS-SPME). El soporte para SPME en su modo manual y las fibras de polidimetilsiloxano PDMS (100 mm) utilizadas fueron suministrados por Supelco (EE.UU.). Esta fibra resultó adecuada para el aislamiento de compuestos volátiles de especies del género *Allium* (3). Según el procedimiento establecido se tomó 1 g de muestra en un vial de 10 mL. El vial fue sellado herméticamente con una membrana de silicona. La técnica fue realizada a 40 °C por 30 min, previo acondicionamiento inicial por 15 min. Cuando la etapa de extracción finalizó, la fibra de SPME fue sacada del vial e insertada en el GC para la desorción térmica a 250 °C por 1 min en modo *splitless*. Todos los análisis se realizaron al menos por triplicado.

Los análisis se realizaron en un equipo Hewlett-Packard 6890, con detector de ionización por llama de hidrógeno (FID). Se utilizó un *inlet* de 0,75 mm (d.i.) para mejorar la resolución cromatográfica. Las temperaturas del inyector y detector fueron de 250 °C. Las separaciones se hicieron en una columna SPB-5 (30 m x 0,25 mm; 0,25 mm de grosor de película) con el programa de temperatura de 60 °C, sostenido por 2 min, programación a 4 °C/min hasta 250 °C, sostenida por 10 min. El gas portador fue helio con un flujo de 1,8 mL/min. Los resultados cuantitativos se midieron a partir de la integración electrónica de la corriente iónica total y se procesaron por el método de normalización interna.

Para la identificación de los compuestos volátiles extraídos por la fibra se utilizó un equipo de GC-MS Hewlett-Packard 6890, acoplado a un detector de masa selectivo HP-5973. Las condiciones cromatográficas fueron las mismas descritas para GC-FID. El detector operó a 70 eV y 230 °C. La detección se efectuó entre 30 y 400 amu. La identificación se realizó sobre la base de la comparación de los espectros de masas con los informados en las bases de datos comerciales Wiley, NIST y NBS, así como en la base propia FLAVORLIB.

La oleorresina de ajo se aplicó en diferentes productos: picadillo a la criolla, salsa de tomate condimentada, queso fundido y pan suave. Las dosificaciones propuestas fueron previamente establecidas mediante pruebas de observación realizadas para estos productos. Para el picadillo a la criolla se utilizaron dosis de 0,09 y 0,11 % m/m de oleorresina por cada 100 g de picadillo, las cuales se compararon contra un patrón en el que se utilizó 0,63 % m/m de ajo deshidratado. Estas dosis corresponden con 50 y 60 % de la oleorresina presente en el ajo utilizado en la muestra patrón.

Para la aplicación en la salsa de tomate condimentada se elaboró una salsa base con todos los ingredientes de la fórmula original (excepto el ajo) y con ella se prepararon tres muestras (300 g cada una), una conteniendo el ajo deshidratado en la dosificación de 2 % m/m (muestra patrón) y las otras con 0,25 y 0,30 % m/m, correspondiendo a 44 y 53 % de la oleorresina presente en el ajo utilizado.

Para la aplicación en queso fundido se prepararon dos formulaciones de 2,5 kg cada una, con queso fresco de leche de vaca y en la cual se dosificaron 0,05 y 0,06 % m/m de la oleorresina, mezclada con las sales fundentes.

La aplicación en pan suave se realizó en formulaciones para 1 kg de masa. Al realizar las dosificaciones se tomó en cuenta el tiempo de horneado, correspondiendo las menores dosis a los panes suaves, pues tienen menor tiempo de horneado que los panes de corteza dura. Las dosis empleadas para los panes suaves fueron de 0,3 y 0,5 % m/m.

Para determinar los índices de sustitución del picadillo a la criolla y la salsa de tomate condimentada, se realizó una prueba sensorial de comparación pareada entre el patrón y cada una de las dosificaciones propuestas,

con una comisión de 14 jueces adiestrados. Las pruebas se hicieron por duplicado. El índice de sustitución representa el porcentaje de oleorresina que sustituyen 100 g del material vegetal del que proviene la oleorresina.

La evaluación sensorial del queso fundido y pan suave se realizó por una prueba pareada de preferencia, con una comisión de 14 jueces adiestrados. Adicionalmente se realizó para el queso fundido una prueba poblacional con más de 80 personas, pertenecientes a las diferentes plantas del Instituto (muestreo aleatorio simple) (4). Se evaluó su calidad mediante una escala lineal continua de 7 puntos, que fue desde excelente (7 puntos) hasta pésimo (1 punto). Para tal fin se utilizó como vehículo una rebanada de pan.

Para la evaluación sensorial de la calidad del picadillo a la criolla, salsa de tomate condimentada y pan suave, se utilizó una escala lineal continua de 7 puntos, que fue desde excelente (7 puntos) a pésimo (1 punto). La comisión de evaluación estuvo integrada por 14 jueces adiestrados.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Fig. 1 presenta que el cromatograma para los componentes volátiles de la oleorresina de ajo obtenida a escala piloto, indicó una complejidad de la composición de esta oleorresina. La Tabla 1 resume la identificación y cuantificación de los componentes volátiles presentes. En total se identificaron 27 compuestos que representan 96 % de la composición total. La mayoría de los compuestos identificados corresponden a derivados azufrados, como era de esperar para esta especie (1). De acuerdo a los componentes presentes y sus concentraciones puede afirmarse que la composición volátil de la oleorresina es muy similar a la informada para el aceite esencial de la especie (5).

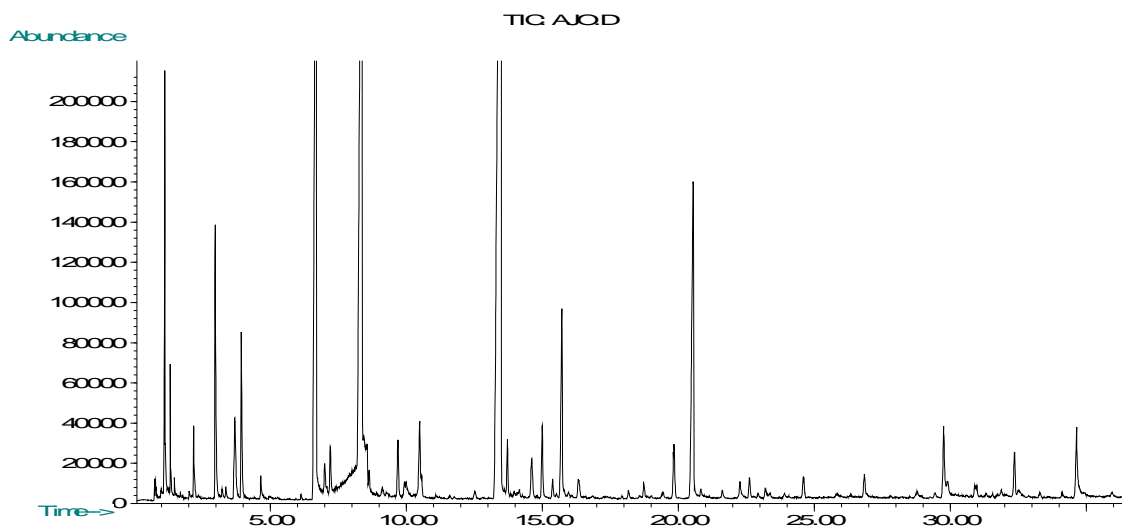


Fig. 1. Análisis por HS-SPME y GC-MS para los componentes volátiles de la oleorresina de ajo.

Tabla 1. Componentes volátiles de la oleoresina de ajo

Compuesto	%
sulfuro de metilo y 2-propenilo	2,9
disulfuro de dimetilo	0,7
sulfuro de di-2-propenilo	0,7
disulfuro de metilo y 2-propenilo	2,8
disulfuro de metilo y propilo	0,1
disulfuro de metilo y (<i>E</i>)-1-propenilo	0,1
1,2-ditiociclopenteno	1,5
trisulfuro de dimetilo	1,8
1,2-ditiolano	0,3
disulfuro de di-2-propenilo	14,2
disulfuro de propilo y 2-propenilo	0,7
disulfuro de (<i>E</i>)-1-propenilo y 2-propenilo	0,8
trisulfuro de metilo y 2-propenilo	25,1
3-vinil-1,2-ditiociclohex-5-eno	0,8
1,2,3-triti-4-eno	0,6
3-vinil-1,2-ditiociclohex-4-eno	1,5
carvona	0,2
trisulfuro de di-2-propenilo	28,8
trisulfuro de propilo y 2-propenilo	0,8
tetrasulfuro de 2-propenilo	1,0
γ -nonalactona	0,3
tetrasulfuro de metilo y 2-propenilo	3,0
tetrasulfuro de di-2-propenilo	6,4
γ -undecalactona	0,1
tetradecanal	<0,1
pentasulfuro de di-2-propenilo	0,4
octaazufre	0,6

^a Porcentaje de área en el cromatograma.

La Tabla 2 muestra los resultados de la evaluación sensorial para determinar el índice de sustitución en el picadillo a la criolla y en la salsa de tomate condimentada de las dosis evaluadas para el picadillo a la criolla y para la salsa de tomate condimentada existen diferencias significativas para la dosificación de 0,11 % en el primer caso y 0,25 % para la salsa de tomate condimentada. Para la dosis de 0,09 % no se encontró diferencia significativa para $\alpha \leq 0,01$ y $\beta \leq 0,10$, lo cual implica un índice de sustitución de 50 % y un ahorro de materia prima del mismo rango en la saborización del picadillo. Para la dosis de 0,30 % en salsa de tomate condimentada no se encontró diferencia significativa para $\alpha \leq 0,01$ y $\beta \leq 0,10$, que representa un índice de sustitución de 53 %, lo que corresponde a un ahorro de 47 % de la materia prima utilizada para la saborización de este producto.

La evaluación de la calidad de estos dos productos arrojó una calificación de excelente para la dosificación de 0,09 % de oleoresina en picadillo y de muy buena para la dosificación de 0,30 % en la salsa de tomate condimentada.

La Tabla 3 refleja los resultados de la evaluación sensorial en queso fundido y pan suave. En la formulación de estos productos no interviene la utilización de ajo, por lo cual no se determinó su índice de sustitución. La dosis de mayor preferencia para el queso fundido fue de 0,06 % y para pan suave fue de 0,5 %. En todos los casos la mayor dosificación utilizada fue la de mayor aceptación, pues proporcionan un sabor más definido y agradable de la especia.

Tabla 2. Evaluación sensorial de las pruebas de aplicación en picadillo a la criolla y salsa de tomate condimentada

Producto	Dosis (% m/m)	Índice de sustitución (% m/m)	Respuestas correctas (%)
Picadillo a la criolla	0,09 vs. patrón	50	50
	0,11 vs. patrón	61	93*
Salsa de tomate condimentada	0,25 vs. patrón	44	86*
	0,30 vs. patrón	53	64

*Diferencia significativa para $p \leq 0,05$.

Tabla 3. Evaluación sensorial de queso fundido y pan

Producto	Dosis (% m/m)	Respuestas correctas (%)	Dosis preferida (% m/m)
Queso fundido	0,05 vs. 0,06	100*	0,06
Pan suave	0,3 vs. 0,5	86*	0,5

*Diferencia significativa para $p \leq 0,05$.

CONCLUSIONES

El resultado de la prueba poblacional realizada al queso fundido, mediante una escala de puntos, reflejó una calidad de buena, mientras que para la evaluación de la calidad del pan fue de excelente.

Por los resultados sensoriales obtenidos se determinó que la oleorresina de ajo obtenida a escala piloto puede utilizarse como condimento en la formulación de productos alimenticios que conlleven este ingrediente, brindando además un ahorro en materia prima por su índice de sustitución y como saborizante en otros tales como queso fundido y pan.

En la oleorresina de ajo obtenida a escala piloto se identificaron 27 compuestos volátiles que representan 96 % de la composición total, la mayoría de los cuales corresponden a derivados azufrados como era de esperar para esta especie. De acuerdo a los componentes presentes y sus concentraciones puede afirmarse que la composición volátil de la oleorresina de ajo es muy similar a la informada para el aceite esencial de ajo.

La aplicación de la oleorresina de ajo en cinco productos alimenticios arrojó una dosificación de 0,09 % en el picadillo a la criolla, 0,3 % en la salsa de tomate condimentada, 0,06 % en el queso fundido y 0,5 % en pan suave. Los índices de sustitución determinados para el picadillo a la criolla y para la salsa de tomate condimentada fueron de 50 y 53 %, respectivamente.

REFERENCIAS

1. Pino, J. *Alimentaria* (248): 73-83, 1993.
2. Borges, P.; Pedroso, F. y Fernández, N. *Alimentaria* (333): 99-102, 2002.
3. Keusgen, M.; Schulz, H.; Glodek, J.; Krest, I.; Kruger, H.; Herchert, N. y Keller, J. J. *Agric. Food Chem.* 50: 2884-2890, 2002.
4. Torricella, G.; Zamora, E. y Pulido O. *Evaluación Sensorial*. Instituto de Investigaciones para la Industria Alimenticia, La Habana, 1989.
5. Pino, J. *Acta Alimentaria* 20: 163-171, 1991.