

CARACTERIZACIÓN DEL PERFIL DE COMPUESTOS VOLÁTILES DE UN SABORIZANTE DE PIÑA EN PASTA

Jorge A. Pino y Milenys Rondón*

Instituto de Investigaciones para la Industria Alimenticia. Carr. al Guatao km 3 ½, La Habana, CP 19 200, Cuba.

E-mail: jpino@iiaa.edu.cu

RESUMEN

Los objetivos del presente trabajo fueron evaluar dos técnicas de aislamiento de los compuestos volátiles de un saborizante de piña en pasta para su futuro control de calidad y caracterizar el producto desarrollado. Para el aislamiento de los compuestos volátiles se evaluaron dos métodos: microextracción en fase sólida del espacio de cabeza (HS-SPME) con el empleo de tres fibras (PDMS, PDMS/DVB y DVB/CAR/PDMS) y análisis del espacio de cabeza con un analizador Agilent G1888. Se caracterizaron 51 componentes volátiles mediante el análisis por HS-SPME con la fibra DVB/CAR/PDMS. Se recomienda la validación de esta técnica para usarla en el control de calidad.

Palabras clave: compuestos volátiles, piña, saborizante en pasta, microextracción en fase sólida.

ABSTRACT

Characterization of the volatile compounds profile of a pineapple flavoring in paste

The objectives of the present work were to evaluate two techniques of isolation of the volatile compounds from a pineapple flavoring in paste for its future quality control and to characterize the developed product. For the isolation of the volatile compounds two methods were evaluated: headspace-solid phase microextraction (HS-SPME) with the use of three fibers (PDMS, PDMS/DVB and DVB/CAR/PDMS) and analysis of the headspace with the Agilent G1888 analyzer. A total of 51 volatile compounds were characterized by means of the analysis for HS-SPME with the DVB/CAR/PDMS fiber. The validation of this technique is recommended to use in the quality control.

Keywords: volatile compounds, pineapple, flavoring in paste, solid-phase microextraction.

INTRODUCCIÓN

Los saborizantes en pasta son la mezcla de azúcares y pulpa de frutas o frutos secos, con el agregado de saborizantes, espesantes y colorantes adecuados, para lograr un producto lo más idéntico al natural. Estas pastas se caracterizan según el sabor por el alto contenido de pulpa de fruta o frutos secos, lo que las hace un producto diferente en el mercado de saborizantes (1).

En la industria láctea cubana se ha hecho necesaria la utilización de saborizantes en pasta en la elaboración de helados como una alternativa más en la variedad de saborizantes, por lo cual se pretende promover esta nueva posibilidad. Recientemente en el Instituto de Investigaciones para la Industria Alimenticia (IIIA) se

**Jorge A. Pino Alea: Licenciado en Química (Universidad de La Habana, 1975). Investigador Titular y miembro de la Academia de Ciencias de Cuba. Doctor en Ciencias Técnicas (Centro Nacional de Investigaciones Científicas, 1980) y Doctor en Ciencias (Instituto de Farmacia y Alimentos, 2011). Desarrolla sus investigaciones principalmente en la química analítica y tecnología de aromas de alimentos y aceites esenciales.*

desarrolló un saborizante de piña en pasta con una excelente calidad. Por tanto, se requiere contar con un procedimiento que permita su control de calidad.

Teniendo en cuenta todo lo anterior, los objetivos del presente trabajo fueron evaluar dos técnicas de aislamiento de los compuestos volátiles de un saborizante de piña en pasta para su futuro control de calidad y caracterizar el producto desarrollado.

MATERIALES Y MÉTODOS

Para la elaboración del saborizante en pasta, se calentó de 40 a 45 °C una masa de agua y se le adicionaron sorbato de potasio y colorante. Se mantuvo la agitación hasta la disolución y se añadió el sirope de azúcar invertido con 85 °Brix, previamente calentado hasta 70 a 80 °C. Se adicionaron lentamente la goma xantana y maltodextrina según las proporciones establecidas de una optimización del proceso, se continuó con la agitación hasta la disolución total. Se refrescó sin suspender la agitación y se adicionaron el jugo concentrado de piña y una esencia. El producto se envasó en potes de polietileno y se conservó a 10 °C.

Para analizar los compuestos volátiles de la pasta obtenida con las condiciones optimizadas se utilizaron dos métodos de aislamiento: uno basado en la microextracción en fase sólida del espacio de cabeza (HS-SPME) y el otro, por análisis del espacio de cabeza con un analizador comercial (HS-GC).

En la HS-SPME se probaron tres fibras: PDMS 100 µm, PDMS/DVB 65 µm y DVB/CAR/PDMS 50/30 µm, todas en un porta-fibra manual (*holder*). Estas fueron acondicionadas de acuerdo con las recomendaciones del suministrador (Supelco, Bellefonte, PA).

Las extracciones se hicieron a 40 °C en viales de 15 mL con rosca y membrana de silicona/PTFE. La muestra (4 g de pasta) se introdujo en el vial junto con 1 g de cloruro de sodio P.A. y 5 mL de agua bidestilada. Se sometió a agitación magnética (100 min⁻¹) por 10 min, previo a la extracción durante 30 min con la agitación mantenida. Estas condiciones fueron seleccionadas de acuerdo con las reportadas para el análisis del jugo de piña (2).

Para la evaluación olfativa global de la microextracción en fase sólida se usó un equipo Hewlett-Packard series 5890 GC Series II (Agilent Technologies, Inc., Santa Clara, CA) con un detector de conductividad térmica que sirvió como puerto olfativo. En el horno hubo una columna VF-1ms (Agilent Technologies, Inc., Santa Clara, CA) de 25 cm x 0,25 mm d.i. y 0,25 µm de grosor de película. El flujo de gas portador (hidrógeno) fue de 1 mL/min; el inyector y horno se mantuvieron a 280 °C. Las inyecciones se hicieron en modo *splitless*. Debido a que no hubo separación cromatográfica, los compuestos volátiles arribaron simultáneamente al puerto olfativo. Las fibras se mantuvieron en el inyector hasta el final de la evaluación. Un catador con entrenamiento previo en este tipo de prueba hizo las evaluaciones olfatométricas.

El análisis del espacio de cabeza de los compuestos volátiles de la pasta también se hizo en un analizador del espacio de cabeza Agilent G1888 (Agilent Technologies, Inc., Palo Alto, CA).

El saborizante en pasta (4 g) se colocó en un vial de 20 mL que fue agitado y calentado a 60 °C. Los tiempos de equilibrio del espacio de cabeza, presurización, extracción e inyección fueron 10; 0,5; 0,2 y 1 min, respectivamente. La presurización fue a 68,9 kPa (10 psi). El analizador fue acoplado a un equipo Hewlett-Packard series 6890 GC (Agilent Technologies, Inc., Santa Clara, CA) con una columna DB-624 (Agilent Technologies, Inc., Santa Clara, CA) de 30 m x 0,25 mm d.i. y 0,25 µm de grosor de película. El gas portador fue hidrógeno con flujo de 1 mL/min. Los parámetros del horno fueron: 50 °C por 2 min, seguido de un incremento hasta 250 °C a una velocidad de 4 °C/min y posterior isotérmico por 10 min. El inyector y detector se mantuvieron a 250 °C. El detector de masas fue operado en modo de barrido (rango de 35 a 350 uma) y la línea de transferencia del sistema se mantuvo a 250 °C.

Los compuestos se identificaron por comparación de sus espectros de masas con los reportados en bases de datos comerciales (Wiley 6, NBS 75k, NIST05, Adams 2004 y Palissade) y con la base propia Flavorlib, con un total de 578 000 registros. Además, se chequeó que el orden de salida de los compuestos estuviera acorde con los índices de retención reportados para la columna cromatográfica.

Los resultados cuantitativos se expresaron como porcentaje del área a partir de las áreas medidas electrónicamente del cromatograma de la corriente iónica total.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Como parte de la caracterización del perfil de compuestos volátiles del saborizante en pasta se utilizaron dos métodos de aislamiento: uno por HS-SPME y el otro por análisis del espacio de cabeza con un analizador comercial (HS-GC) con el fin de seleccionar el más adecuado para la caracterización del producto.

Para la HS-SPME se probaron tres fibras, de las cuales se seleccionó una atendiendo a la evaluación olfativa global de los compuestos adsorbidos en cada una de

ella. Con la fibra de DVB/CAR/PDMS se logró el olor más concentrado y representativo del saborizante. Por tanto, ésta fue seleccionada para continuar el trabajo. Esta fibra también fue utilizada en trabajos anteriores para el estudio analítico del aroma de piña (2-4).

La Fig. 1 muestra los cromatogramas de la corriente iónica total obtenidos por ambos métodos en una columna DB-624. De la comparación resulta evidente que por la técnica de HS-SPME se logra un perfil de compuestos volátiles más representativo y con una respuesta más intensa.

La Fig. 2 presenta el cromatograma de la corriente iónica total, obtenido en una columna DB-624, para el método HS-SPME, donde se aprecia una alta complejidad dada por más de 50 picos cromatográficos.

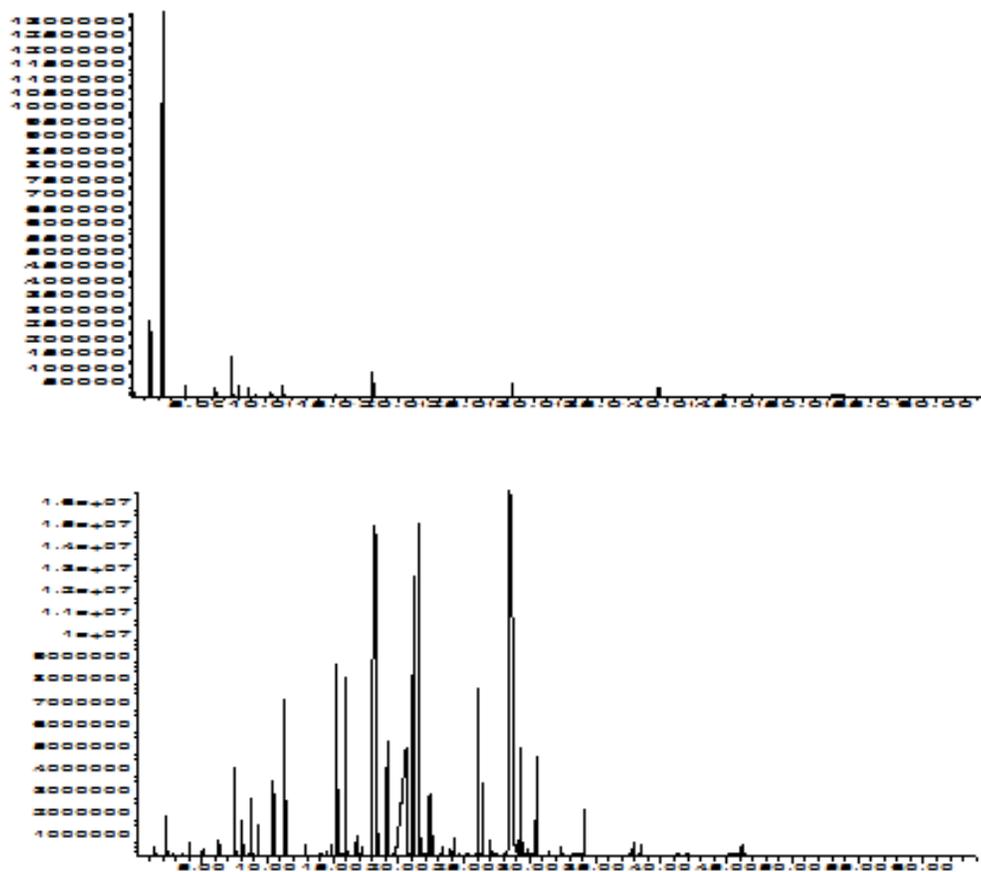


Fig. 1. Cromatogramas del saborizante en pasta de piña en columna DB-624.

Arriba: HS-GC. Abajo: HS-SPME.

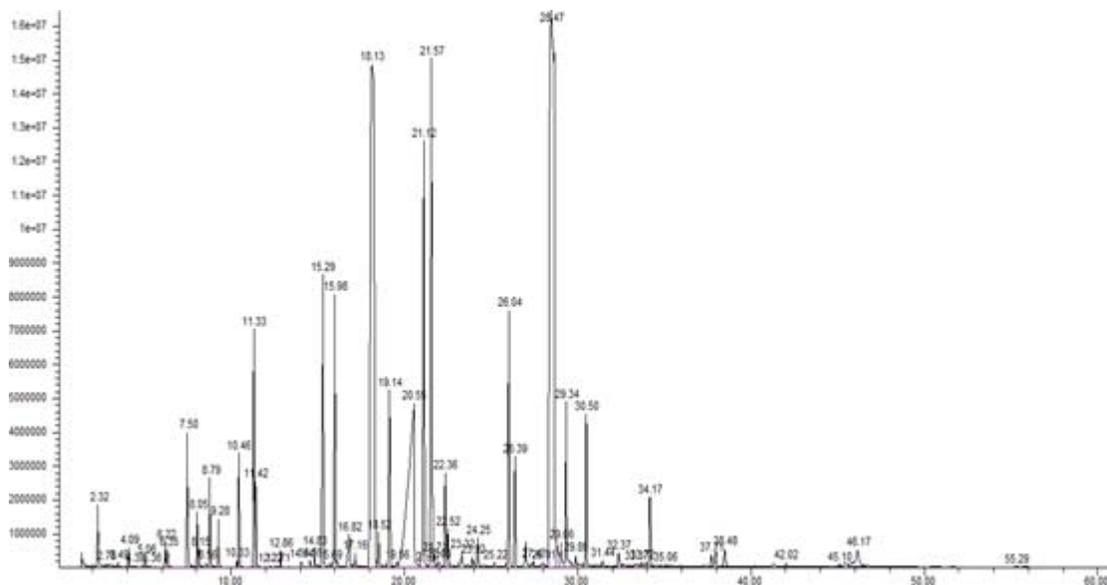


Fig. 2. Cromatograma del saborizante en pasta de piña en columna DB-624, obtenido por HS-SPME.

Tabla 1. Compuestos volátiles en el saborizante en pasta de piña

Tiempo de retención (min)	Compuesto	Área (%)
2,32	etanol	0,6
3,49	2-propen-1-ol	0,1
4,09	acetato de etilo	0,2
5,06	ácido acético	0,1
6,22	propanoato de etilo	0,2
6,35	acetato de propilo	0,2
7,50	2-metilpropanoato de etilo	1,3
7,58	pentan-1-ol	0,1
8,05	acetato de 2-metilpropilo	0,5
8,79	butanoato de etilo	0,8
9,28	acetato de butilo	0,5
10,34	2-metilbutanoato de etilo	0,1
10,46	3-metilbutanoato de etilo	1,1
11,32	acetato de 3-metilbutilo	2,4
11,42	acetato de 2-metilbutilo	0,8
12,86	hexanoato de metilo	0,2
14,56	β -pineno	0,1
14,83	pentanoato de alilo	0,2
15,29	hexanoato de etilo	3,3
15,83	acetato de 2-hexilo	0,1
15,98	limoneno	2,9
16,11	<i>p</i> -cimeno	0,1
16,82	ácido hexanoico	0,7

Tabla 1. (cont.)

Tiempo de retención (min)	Compuesto	Área (%)
17,16	butanoato de 3-metilbutilo	0,2
18,13	hexanoato de alilo	22,5
18,40	octan-1-ol	0,1
18,52	heptanoato de etilo	0,3
19,14	linalol	2,2
19,56	ácido heptanoico	0,1
20,55	ácido sórbico	10,6
21,12	heptanoato de alilo	5,4
21,57	octanoato de etilo	6,9
21,71	terpinen-4-ol	0,2
22,36	α -terpineol	1,0
22,52	acetato de α -terpinilo	0,4
23,32	etil maltol	0,3
23,76	2-fenilacetato de etilo	0,1
24,25	carvona	0,4
26,04	3-ciclohexilpropanoato de etilo	2,8
27,47	antranilato de metilo	0,1
28,01	(<i>E</i>)-cinamato de metilo	0,1
28,47	3-ciclohexilpropanoato de alilo	26,1
29,06	3-fenilpropanoato de etilo	0,4
29,34	antranilato de etilo	1,9
29,89	vainillina	0,2
30,03	(<i>E</i>)-cinamato de etilo	0,1
31,44	γ -decalactona	0,1
37,71	ácido tetradecanoico	0,2
37,96	tetradecanoato de 2-metilpropilo	0,3
41,31	ácido pentadecanoico	0,1
46,17	ácido hexadecanoico	0,9

La Tabla 1 muestra el análisis cualitativo y cuantitativo de los compuestos volátiles del saborizante en pasta. Se identificaron 51 compuestos pertenecientes al saborizante, pues los picos cromatográficos a 26,39; 30,50; 34,17 y 38,48 min corresponden a productos de degradación de la propia fibra o columna cromatográfica.

Se destaca la presencia mayoritaria de tres compuestos: hexanoato de alilo (18,13 min), ácido sórbico (20,55 min) y ciclohexilpropanoato de alilo (28,47 min). El primero y el último son constituyentes importantes utilizados para simular el aroma de piña (5). Es común el uso del ácido sórbico como agente antimicrobiano de los jugos concentrados.

Esta composición es típica de cualquier formulación comercial del sabor a piña (6). Merecen señalarse algunos compuestos volátiles que solo fueron encontrados en el saborizante en pasta y que, por su naturaleza, deben provenir del jugo concentrado de piña: 2-metilbutanoato de etilo, acetato de 2-metilbutilo, β -pineno, acetato de 2-hexilo, *p*-cimeno, butanoato de 3-metilbutilo, octan-1-ol, terpinen-4-ol, acetato de α -terpinilo, antranilato de metilo, (*E*)-cinamato de metilo, (*E*)-cinamato de etilo, ácido tetradecanoico, tetradecanoato de 2-metilpropilo, ácido pentadecanoico y ácido hexadecanoico.

Por la simplicidad y prontitud del análisis por HS-SPME, dicho método pudiera ser asumido como parte del control de calidad en la elaboración comercial del saborizante en pasta.

CONCLUSIONES

Se caracterizaron 51 componentes volátiles presentes en el saborizante en pasta de piña mediante el análisis por HS-SPME con la fibra DVB/CAR/PDMS. Se recomienda la validación de esta técnica para usarla en el control de calidad.

REFERENCIAS

1. Rowe DJ. Introduction. En: Rowe DJ, Ed. Chemistry and Technology of Flavors and Fragrances, Oxford: Blackwell Publishing Ltd.; 2005; pp. 1-11.
2. Pino J. Odour-active compounds in pineapple (*Ananas comosus* [L.] Merrill cv. Red Spanish). Int J Food Sci Tech 2013; 48:564-70.
3. Pedroso MP, Ferreira EC, Hantao LW, Bogusz S, Augusto F. Identification of volatiles from pineapple (*Ananas comosus* L.) pulp by comprehensive two-dimensional gas chromatography and gas chromatography/mass spectrometry. J Sep Sci 2011; 34:1547-54.
4. Barretto LCO, Moreira JJS, Santos JAB, Narain N, Santos RAR Characterization and extraction of volatile compounds from pineapple (*Ananas comosus* L. Merrill) processing residues. Food Sci Technol, Campinas 2013; 33(4):638-45.
5. Burdock GA. Fenaroli's Handbook of Flavour Ingredients. 4th ed., Boca Raton, FL.: CRC Press Taylor & Francis Group; 2010.
6. Brun O. Comunicación personal. Robertet, Grasse, Francia; 2017.