

CAFÉ (*Coffea arabica* L.): COMPUESTOS VOLÁTILES RELACIONADOS CON EL AROMA Y SABOR

COFFEE (*Coffea arabica* L.): VOLATILE COMPOUNDS RELATED TO THE AROMA AND FLAVOR

Héctor Manuel González Sánchez, Salvador González Palomares y Tábata Rosales Reyes¹

Fecha de recepción 24 de Abril de 2011

Fecha de aceptación 14 de octubre de 2011

RESUMEN

El café es un cultivo que tiene gran aceptación a nivel mundial debido a su aroma y sabor distintivos. Estos atributos sensoriales son los más importantes y producen mezclas complejas de numerosos compuestos volátiles. El método de extracción, que implica varias condiciones relacionadas con el aislamiento y concentración, es un factor que puede influir en la composición química del café. Por ello, el propósito principal de este trabajo fue extraer los compuestos volátiles del café (*Coffea arabica* L.) mediante microextracción en fase sólida y caracterizarlos con cromatografía de gases-espectrometría de masas. Se evaluaron dos fibras diferentes: una no polar con cubierta de polidimetilsiloxano, recomendada para volátiles, y la otra bipolar con recubrimiento de divinilbenceno/Carboxen™/polidimetilsiloxano, recomendada para volátiles y semi-volátiles. Un total de 64 compuestos volátiles fueron identificados. Los constituyentes incluían cetonas, aldehídos, furanos, pirroles, piridinas, pirazinas, compuestos fenólicos, alcoholes, ésteres, hidrocarburos, tiofenos, tiazoles, oxazoles, compuesto azu-

frado, compuestos bencénicos, ácidos carboxílicos, terpenos, lactonas y aminas. La comparación entre las dos fibras analizadas mostró diferencias significativas ($p \leq 0,05$). Los resultados revelaron que, en las mismas condiciones de preparación de la muestra, la fibra con recubrimiento bipolar fue más eficiente que la fibra con cubierta no polar respecto a la concentración total de los componentes. La fibra con divinilbenceno/Carboxen™/polidimetilsiloxano pareció ser la más apropiada para la extracción de los compuestos volátiles del café.

PALABRAS CLAVE: Compuestos aromáticos, cromatografía de gases, microextracción en fase sólida.

ABSTRACT

Coffee is a crop that is widely accepted worldwide due to its distinctive aroma and flavor. These sensory attributes are the most important and numerous volatile compounds in complex mixtures are produced. The extraction method, which implies different

¹ Universidad de Guadalajara (UdG). Centro Universitario de la Costa Sur (CUCSUR). Av. Independencia Nacional No. 151. C.P. 48900. Autlán de Navarro, Jalisco, México.

*Autor para correspondencia: modogdl@yahoo.com.mx

conditions related to the isolation and concentration step, is a factor that can influence the chemical composition of coffee. Therefore, the main purpose of this research was the extraction and characterization of the volatile compounds of coffee (*Coffea arabica* L.) using solid phase microextraction coupled with gas chromatography and mass spectrometry. Two different fiber coatings, a non-polar coating recommended for volatiles, polydimethylsiloxane, and bipolar coating recommended for flavours, divinylbenzene/Carboxen™/polydimethylsiloxane, were evaluated. A total of 64 volatile compounds were identified. Constituents included ketones, aldehydes, furans, pyrroles, pyridines, pyrazines, phenolic compounds, alcohols, esters, hydrocarbons, thiophenes, thiazoles, oxazoles, sulfur compounds, benzene compounds, carboxylic acids, terpenes, lactones and amines. The comparison between the two fibers tested showed significant differences ($p \leq 0,05$). The results revealed that, under the same conditions of sample preparation, bipolar coating was more efficient than non-polar coating on the total concentration of the compounds. The fiber di vinyl benzene/Carboxen™/polydimethylsiloxane seemed to be more suitable for the extraction of volatile compounds of coffee.

KEY WORDS: Aromatic compounds, gas chromatography, solid phase microextraction.

INTRODUCCIÓN

El café es un arbusto cultivado, nativo de África que pertenece a la familia Rubiaceae. Se conocen más de 100 especies de café, no obstante, las que se cultivan extensivamente con fines comerciales son: *Coffea arabica* L. y *Coffea canephora* L. De estas especies se han identificado cerca de 80 variedades (Belitz et al., 2004; Anzueto et al., 2005).

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 (Holscher et al., 1990; Ribeiro et al., 2009). Estas cualidades sensoriales tan particulares y agradables son producidas por mezclas de numerosos compuestos volátiles (Blank et al., 1991; Czerny et al., 1996; Czerny et al., 1999; Rojas, 2005). En el café se han determinado más de 800 componentes (Nijssen et al., 1996; Belitz et al., 2004), clasificados dentro de los ácidos, aldehídos, alcanos, alquenos, ésteres, furanos, cetonas, lactonas, oxazoles, fenoles, piridinas, pirazinas, pirroles y compuestos azufrados (Dark y Nursten, 1985; Grosch, 1998; Ryan et al., 2004; Rojas, 2005; Agresti et al., 2008). Sin embargo, solamente una pequeña fracción de los cientos de volátiles presentes contribuyen esencialmente a su aroma y sabor y tal aporte no siempre está relacionado directamente a su abundancia (López-Galilea et al., 2006; Grosch, 2007).

La identificación de compuestos volátiles del café puede variar con base en su lugar de origen, la variedad botánica, el manejo

agronómico, el tratamiento postcosecha y especialmente, el grado de tostado de los granos y el método de extracción (Akiyama *et al.*, 2005; López-Galilea *et al.*, 2006; González-Ríos *et al.*, 2007). Durante el tostado de los granos de café se llevan a cabo varias reacciones, entre ellas se encuentra una que tienen un papel clave en la formación del aroma, la reacción de Maillard, la cual ocurre entre los compuestos amino (aminoácidos, péptidos y proteínas) y los azúcares reductores (Czerny y Grosh, 2000; Flament, 2002).

Entre los métodos analíticos usados para la separación, identificación y cuantificación de las fracciones volátiles de diferentes productos, la cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-MS) ha sido establecida como una de las más importantes (Pawliszyn, 1997). No obstante, antes de realizar el análisis cromatográfico de la muestra, ésta debe prepararse a través de algún método de extracción de compuestos volátiles con la finalidad de conseguir una muestra concentrada y libre de otras sustancias que hagan interferencia durante los análisis en el cromatógrafo (Bicchi *et al.*, 1997; Rojas, 2005). Acoplada con GC-MS, la microextracción en fase sólida (SPME) ha mostrado ser un excelente método de preparación de la muestra, ya que en el mismo paso extrae y concentra los analitos de las matrices de la muestra (Pawliszyn, 1997; Ribeiro *et al.*, 2009). La SPME ha sido extensivamente aplicada al estudio del aroma del café por ser simple, rápida, libre de solventes y relativamente barata (Bicchi *et al.*, 1997; Roberts *et al.*, 2000; Bicchi *et al.*, 2002; López-Galilea *et al.*, 2006). En este método, se separan los analitos de una muestra líquida o gaseosa

hacia una fase estacionaria inmovilizada y subsecuentemente ocurre la desorción de dichos analitos en el puerto de inyección de un cromatógrafo de gases para su análisis (Pawliszyn, 1997). La fase extractora es el recubrimiento polimérico de una fibra químicamente inerte, la cual está hecha de cuarzo (Zhang *et al.*, 1994). El polímero que recubre la fibra actúa como una esponja y concentra los analitos mediante absorción o adsorción. Algunos de los recubrimientos comúnmente usados son: polidimetilsiloxano (PDMS), es no-polar y extrae volátiles y semi-volátiles no-polares; poliacrilato (PA), es polar y se utiliza para compuestos polares semi-volátiles; PDMS-divinilbenceno (PDMS-DVB), es bipolar y se emplea para volátiles polares; Carboxen-PDMS (CAR/PDMS), es bipolar y atrapa gases y volátiles; DVB/CAR/PDMS, es bipolar y recupera analitos con diferentes estructuras y polaridades, como son los olores y sabores (Vas y Vékey, 2004). En la SPME, la cantidad de analito extraído depende principalmente de la polaridad y espesor de la fase estacionaria, la agitación de la muestra, el método de muestreo (espacio de cabeza o inmersión), el pH del medio, la fuerza iónica (presencia de sales), el volumen de muestra, el tiempo y la temperatura del proceso (Pawliszyn, 1997).

México se encuentra dentro de los 10 principales países productores de café (Anzueto *et al.*, 2005) y cuenta con grandes zonas aptas para este cultivo, a pesar de ello, son escasos los reportes científicos sobre los componentes volátiles del café cultivado en este país. La mayor parte de la información disponible proviene de investigaciones realizadas en otros países. De ahí que resulta necesario efectuar trabajos experimentales que hagan posible la identificación y la di-

ferenciación del café propio de la región y así diversificar o potenciar a este cultivo. Por lo anterior, el presente estudio contribuye en la identificación y cuantificación de los principales compuestos volátiles relacionados con el aroma y sabor del café producido en Mascota, Jalisco, México. En esta investigación se utilizó la microextracción en fase sólida (SPME), por las ventajas anteriormente mencionadas, así como también por su eficiencia, en la identificación de dichos constituyentes. El objetivo de este trabajo fue extraer e identificar los compuestos volátiles relacionados con el aroma y sabor de café (*C. arábica* L.) mediante dos fibras de microextracción en fase sólida y cromatografía de gases-espectrometría de masas.

MATERIALES Y MÉTODOS

OBTENCIÓN Y PROCESO DE MUESTRAS DE CAFÉ

Se utilizaron granos de *C. arábica* L. de la "variedad Borbón", colectados en un campo de producción de Mascota, Jalisco, México. El café empleado se tostó en un secador de charolas a 90° C hasta alcanzar un 12% de humedad final. Posteriormente, el café se trituroó en un molino MicroHammer modelo MHM4, de Glenn Mills, Inc. Las muestras molidas se envasaron inmediatamente en frascos de vidrio, sin dejar espacios de aire, se taparon y sellaron con cinta parafinada. Los frascos con las muestras se almacenaron a 5°C hasta su análisis.

MICROEXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA

Para el aislamiento de compuestos volátiles del café se utilizó el método de microextracción en fase sólida (SPME), en el que se evaluaron dos fibras de extracción. Una fibra

no polar, F₁: de 100 µm de polidimetilsiloxano (PDMS), y una fibra bipolar, F₂: de 2 cm-50/30 µm de divinilbenceno/Carboxen™/polidimetilsiloxano (DVB/CAR/PDMS). Las fibras, jeringa y viales para SPME (Supelco, Bellefonte, Pennsylvania, Estados Unidos de América). Ambas fibras se acondicionaron de acuerdo a las instrucciones provistas por el fabricante. Se colocaron 5 g de café en polvo y 10 mL de agua desionizada en un vial de 40 mL de capacidad con tapa plástica de rosca. El vial con la muestra se calentó a 60°C en un baño de agua de recirculación (RM6 de Brinkmann MGW Lauda). Transcurridos cinco minutos de la colocación de la muestra en el baño de agua, se introdujo al espacio de cabeza del vial la fibra correspondiente. Se llevó a cabo el mismo proceso para las fibras F₁ y F₂. A los 30 minutos de exposición la fibra en el espacio de cabeza del vial, se realizó la inyección y desorción térmica de los analitos en un cromatógrafo de gases (Rojas, 2005; González-Palomares *et al.*, 2009). Este proceso se realizó con diez repeticiones en las mismas condiciones para cada fibra (n = 10).

CROMATOGRAFÍA DE GASES-ESPECTROMETRÍA DE MASAS

Las muestras de café se analizaron en un cromatógrafo de gases acoplado a un espectrómetro de masas (GC-MS-6890/5973 de Hewlett Packard Agilent Technologies, Wilmington, De., USA). El GC-MS se equipó con una columna capilar MDN-5S (30 m x 0,32 mm x 0,25 µm) de polaridad intermedia, fase estacionaria de polifenil-metilsiloxano 5/95% (Supelco, Bellefonte). El gas de arrastre utilizado fue Helio de alta pureza con un flujo constante de 1,9 mL/min dentro de la columna (INFRA S.A.). El puerto de inyección se equipó con un forro tubular de vidrio de 0,75 mm de diámetro interior (Supelco, Bellefonte) y un

septo (Thermogreen LB-2, Supelco, Bellefonte); y el inyector operó a 270°C en el modo de sin división de flujo (splitless) a razón de 50,1 mL min⁻¹ de purga total. El detector selectivo de masas con sistema de ionización por impacto de electrones se usó a 70 eV, a una temperatura de 250°C en la cámara de ionización, en un rango de masa de 35 a 350 uma, a 1,21 exploraciones s⁻¹, y con un analizador másico cuadrupolar, (HP-Chem, Enhanced Chemstation, versión 4.03.00-1996 de Hewlett Packard) (Rojas, 2005).

IDENTIFICACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE COMPUESTOS VOLÁTILES

Los iones de masa específica se caracterizaron mediante varios "barridos" por segundo para el rango de masa asignada. Los números de iones por barrido se generaron con la relación masa-carga (m/z) de los fragmentos de iones de cada compuesto de la muestra, conocido como espectro de masas. Se compararon los espectros de masa correspondientes a cada uno de los componentes que se observaron en los cromatogramas de iones totales de cada muestra con los espectros del banco de datos del programa de la biblioteca electrónica de espectros de masa (McLafferty, 2009). Cada muestra siguió el mismo procedimiento para realizar la identificación de compuestos volátiles del café. Por su parte, la cuantificación se realizó con base en el porcentaje de área de cada pico del cromatograma correspondiente a cada compuesto volátil del café. Se consideraron los valores promedios de las diez repeticiones de cada fibra, $n = 10$ (Rojas, 2005; González-Palomares *et al.*, 2010).

ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Se evaluaron las fibras de extracción, F_1 y F_2 , con base en el número y concentración de compuestos volátiles del café determi-

nados en GC-MS. A los valores promedio de las diez repeticiones correspondientes a la concentración de cada compuesto extraído se les aplicó una prueba de "t de Student" para determinar diferencias entre las dos fibras de extracción, F_1 y F_2 , empleadas durante la SPME. Las diferencias se consideraron significativas a $p \leq 0,05$.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

COMPUESTOS VOLÁTILES DEL CAFÉ

Se identificaron 64 compuestos volátiles en el café (*C. arabica*, var. Borbón), procedente de Mascota, Jalisco, México, así como las coincidencias (en orden decreciente) con otros estudios. Estas similitudes se deben a que son compuestos característicos del café, aún tratándose de frutos y estudios de diversos países. Particularmente las concordancias, pueden deberse a que se utilizó café de la misma variedad (Borbón) y el mismo método de caracterización (SPME/GC-MS) (Rojas 2005). Sin embargo, las variaciones en las concentraciones de los compuestos, pueden atribuirse a que el café utilizado en ambos proyectos fue diferente en cuanto a la región de cultivo de procedencia y a las condiciones agronómicas (Cuadro 1). Los compuestos encontrados mediante SPME y GC-MS, pertenecen a la familia de las cetonas, aldehídos, furanos, pirroles, piridinas, pirazinas, compuestos fenólicos, alcoholes, ésteres, hidrocarburos, tiofenos, tiazoles, oxazoles, compuesto azufrado, compuestos bencénicos, ácidos carboxílicos, terpenos, lactonas y aminas. Dentro de estos grupos de compuestos, cuatro parecen tener un alto impacto en el aroma del café: pirazinas, furanos, aldehídos, y cetonas (López-Galilea *et al.*, 2006). Las pirazinas se producen por la reacción de Maillard, contribuyen al

aroma y sabor a nuez del café tostado (Akiyama *et al.*, 2005), y varias de ellas aportan las notas tostadas, terrosas, mohosas y leñosas. A los furanos se les ha asociado con aromas a césped, cuero y a frutas. Algunos de los aldehídos presentes en el café proporcionan notas aromáticas como a chocolate y a frutas cítricas. Las cetonas son descritas con notas a hongos, manteca, caramelo, moho y a frutas. (López-Galilea *et al.*, 2006). Las notas olfatorias de *C. arabica* son muy variadas, aunque predominan las agradables, también las hay desagradables. Como ejemplo de las primeras están las dulces, a caramelo, césped, terrosas, frutas, flores y a tostado; y como las segundas están las penetrantes, agrias, a col y a vegetales (Akiyama *et al.*, 2005; González-Ríos *et al.*, 2007). Por lo anterior, se puede decir que la fracción volátil del café es extremadamente compleja y está formada por numerosos compuestos con una amplia variedad de grupos funcionales que poseen características odoríficas diferentes (Dark y Nursten, 1985; Blank *et al.*, 1991).

COMPUESTOS MAYORITARIOS DEL CAFÉ

El 2-furanocarboxaldehído fue el compuesto mayoritario con un área de 13,16%, le siguieron en orden descendiente de concentración, el 5-metilfurfural con 8,90%, furfural alcohol con 7,01%, 2-metilpirazina con 5,56% y el 2-furanometanolacetato (furfural acetato) con 5%. Estos cinco compuestos mayoritarios encontrados en este estudio, coincidieron con los obtenidos en café de Puerto Rico (Rojas 2005). No obstante, aunque el furfural acetato y el 5-metilfurfural están presentes en una alta cantidad, no tienen un alto impacto en el olor del café (López-Galilea *et al.*, 2006). Algunos compuestos registrados en este trabajo, aunque no en tan alta concentración, han sido considerados como contribuidores

importantes al aroma del café, entre ellos están: guaiacol (Tressl, 1989), 2-metilbutanal (Tressl, 1989; Czerny *et al.*, 1999), acetaldehído, 2-metilpropanal (Czerny *et al.*, 1999), 2-etil-6-metilpirazina (López-Galilea *et al.*, 2006), además de varias pirazinas y furanos (Czerny *et al.*, 1999; Flament, 2002).

COMPARACIÓN DE LAS FIBRAS DE SPME

Entre las dos fibras de extracción de SPME evaluadas, PDMS y DVB/CAR/PDMS, la diferencia fue significativa ($p \leq 0,05$) con respecto a la concentración de compuestos volátiles del café, al ser superior con la fibra F₂: Divinilbenceno/ Carboxen™/Polidimetilsiloxano.

La fibra de DVB/CAR/PDMS, presentó en general mayor sensibilidad hacia los compuestos de bajo peso molecular, que la fibra PDMS. Esto se refleja en la mayor concentración de los compuestos volátiles que tienen gran impacto en el aroma y sabor del café por parte de la fibra DVB/CAR/PDMS, los resultados son similares a los reportados en Costa Rica, ya que también se extrajo la mayor cantidad y concentración de compuestos volátiles cuando se utilizó la fibra DVB/CAR/PDMS (Rojas, 2005). Por otra parte, las características de los tres componentes de la fibra DVB/CAR/PDMS dan una alta recuperación de analitos con diferentes estructuras y polaridades (Bicchi *et al.*, 2002); además, le atribuyen a la combinación de los mecanismos absorbente y adsorbente dados en la triple fase de la fibra DVB/CAR/PDMS, el que se favorezca la extracción de los compuestos por encima de la fibra PDMS (Riu-Aumatell *et al.*, 2006). Aunque la fibra DVB/CAR/PDMS superó cuantitativamente a la fibra PDMS, también se encontró que esta última fibra permite la clasificación del café basado en la variedad (Costa-Freitas *et al.* 2001).

Cuadro 1. Compuestos volátiles relacionados con el aroma y sabor de café (*Coffea arabica* L.) de Mascota, Jalisco, México. Análisis en SPME/GC-MS (n = 10).

Compuesto:	Área (%):		Compuesto:	Área (%):	
	F ₁	F ₂		F ₁	F ₂
2-propanona (a,b,c,d,f)	0,12	0,18	2-formil-1-metilpirrol	1,01	1,20
2-butanona (a,b,c,d,h)	0,21	0,20	3-acetil-1-metilpirrol (a)	0,40	0,44
2,3-butanodiona	0,13	0,13	N-furfuril pirrol (a,b,c)	0,58	0,60
3-hidroxi-2-butanona	0,17	0,25	Piridina (a,b,c,d,e,l)	0,70	0,82
2,3-pentanodiona	0,13	0,23	3-etilpiridina (a)	0,76	0,85
3-hexanona (a,b,c)	0,10	0,19	1-(2-piridinil)-	0,90	0,99
2,4-dimetil-3-pentanona	0,20	0,28	Pirazina (a,b,c,e,i)	0,80	0,86
1-acetiloxi-2-butanona	0,21	0,29	2-metilpirazina (a,b,c,e,i)	4,05	5,56
Acetaldehído(a,b,c,f,h,i,k)	0,18	0,21	Etenilpirazina(a,c)	0,86	0,89
2-butenal (a,b,c,f)	0,20	0,32	2,3-dimetilpirazina	0,93	0,99
2-metilpropanal (a,b,c,f)	0,22	0,30	Etilpirazina (a,b,g,l)	1,00	1,01
2-metilbutanal	0,17	0,33	2-acetilpirazina (a,b,c,e)	1,10	1,15
Hexanal(a,b,c,d,g)	0,12	0,21	2-etil-6-metilpirazina	1,23	1,39
2-Isononenal (a,e)	0,30	0,41	2-N-propilpirazina	0,66	0,79
Furano(a,b,c,h,i)	0,30	0,42	2,6-dietilpirazina (a,b,c,i)	0,65	0,67
2-metilfurano (a,b,c,d,f,h,i)	0,24	0,39	2-metilfenol (a)	1,25	1,47
2-vinilfurano (a,b)	0,31	0,40	Guaiacol (a,b,c,d,i,k)	1,31	1,40
2-furanocarboxaldehído (a) (a,h,i)	11,11	13,16	Ciclobutanol(a)	1,47	1,59
2,5-dimetilfurano (a,b,c)	0,50	0,50	3-penten-2-ol (a)	1,60	1,76
Furfuralcohol(a,b,c,e)	6,31	7,01	Isopropilester-4-metil-3-metileno-4-acidopentocico(a)	1,54	1,63
1-(2-furanil)-etanona(a)	0,35	0,55	1-noneno (a)	1,51	1,68
Furfuralcohol (a,b,c,e)	8,33	8,90	3-metiltiofeno (a,c)	1,43	1,58
			acidopentocico(a)		
1-(2-furanil)-etanona(a)	0,35	0,55	1-noneno (a)	1,51	1,68
5-metilfurfural (a,b,c,d)	8,33	8,90	3-metiltiofeno (a,c)	1,43	1,58
2-propilfurano (a,b)	0,58	0,53	4-metilthiazol (a,b)	1,23	1,23
2-metoximetilfurano (a,c)	0,56	0,68	Benzoxazol(a)	1,60	1,75
Furfurilformato(a,b,c)	0,60	0,56	Disulfuro de carbono	1,50	1,76
2,2-bisfurano (a,b,c)	0,40	0,60	Bencenoetanol(a,d)	0,99	1,23
2-pentilfurano (a,b,c)	0,30	0,53	Ácido acético (a,d,f)	0,60	0,74

Continuación Cuadro 1.

Compuesto:	Área (%):		Compuesto:	Área (%):	
	F ₁	F ₂		F ₁	F ₂
Furfuril acetato (a,b,c)	4,00	5,00	Ácido hexanoico ^(a,d)	0,41	0,49
Bi-(2-furil)-metano (a)	0,34	0,80	Limoneno (a)	1,60	1,92
3-etil-4-metil-2,5-furandiona (a)	0,14	0,31	Mirceno ^(a,f)	1,50	1,99
1H-pirrol (a,b,c,e)	0,17	0,19	4-hidroxi-5-ácido oxohexanoico-lactona ^(a)	1,72	1,88
1-metil-1H-pirrol (a,b,c)	0,40	0,50	4-piridazinamina (a)	1,64	1,73

Nota. F₁: fibra con 100 µm de polidimetilsiloxano y F₂: fibra con 2 cm-50/30 µm de divinilbenceno/carboxen/polidimetilsiloxano. Las letras en superíndice indican los compuestos que ya han sido identificados por otros autores: ^(a) Rojas, 2005; ^(b) Sanz et al., 2002; ^(c) Sanz et al., 2001; ^(d) González-Ríos et al., 2007; ^(e) Tressl, 1989; ^(f) Ortiz et al., 2004; ^(g) Schenker et al., 2002; ^(h) Yerezian et al., 2002; ⁽ⁱ⁾ Mayer et al., 2000; ^(j) Bondarovich et al., 1967; ^(k) Czerny et al., 1999; ^(l) Costa-Freitas et al., 2001

CONCLUSIÓN

La microextracción en fase sólida (SPME) permite efectuar la extracción de compuestos en matrices sin ningún tratamiento y sin el uso de disolventes. Esto facilita el análisis de los analitos extraídos en tiempos relativamente pequeños. Debido a la versatilidad de este método para la separación de gran variedad de compuestos con polaridad, tamaño y estructura diferentes, se considera una herramienta importante en la determinación de la calidad del aroma del café. En este trabajo, fue más eficiente la fibra con el recubrimiento de Divinilbenceno/Carboxen™/Polidimetilsiloxano que la fibra con Polidimetilsiloxano con base en la mayor cuantificación de compuestos, ya que permitió la extracción de analitos polares y también de compuestos volátiles de bajo peso molecular. En las condiciones de extracción aquí seguidas, la fibra DVB/CAR/PDMS resultó ser la más apropiada para la extracción de los compuestos volátiles del café.

Se recomienda evaluar más métodos de extracción de compuestos volátiles del café, así como también optimizar métodos de extracción y condiciones en el cromatógrafo de gases y analizar diferentes variedades de café con muestras producidas en diversos lugares.

AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Estatal de Ciencia y Tecnología de Jalisco (COECYTJAL), por el apoyo económico para realizar esta investigación. A los productores de café de Mascota, Jalisco, México por proporcionar las muestras para los análisis.

BIBLIOGRAFÍA

Agresti, P.M.; Franca, A.S.; Oliveira, L.S. and 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.; Ikeda, M.; Iwatsuki, K.; Kokubo, S.; Wada, A.; Tokuno, K.; Onishi, M.; Iwabuchi, H. and Tanaka, K. 2005. Characterization of flavor compounds released during grinding of roasted *Robusta* coffee beans. *Food Science and Technology Research*.11:298-307.

Anzueto, F.; Baumann, T.W.; Graziosi, G.; Piccin, C.R.; Söndahl, M.R. and Van der Vossen, H.A.M. 2005. The Plant. In: *Espresso Coffee. The Science of Quality*. 2a ed. California, USA: Elsevier Academic Press. Pp. 21-86.

Belfiz, H.D.; Grosch, W. and Schieberle, P. 2004. *Food Chemistry*(TR), 3a ed. Germany: Springer. Pp. 939-951.

Bicchi, C.; Iori, C.; Rubiolo, P. and 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. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*.50(3):449-459.

Bicchi, C.P.; Panero, O.M.; Pellegrino, G.M. and Vanni, A.C. 1997. Characterization of Roasted Coffee and Coffee Beverages by Solid Phase Microextraction - Gas Chromatography and Principal Component Analysis. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 45:4680-4686.

Blank, I.; Sen, A. and Grosch, W.C. 1991. Aroma Impact Compounds of *Arabica* and *Robusta* Coffee. Qualitative and Quantitative Investigations. *Proceedings of the 14th International Colloquium on the Chemistry of Coffee*. San Francisco: ASIC. (Pp. 117-129).

Bondarovich, H.A.; Friedel, P.; Kramp, V.; Renner, J.A.; Shephard, F.W. and Gianturco, M.A. 1967. Volatile Constituents of Coffee. Pyrazines and Other Compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 15(6):1093-1099.

Costa-Freitas, A.M.; Pereira, C. and Vilas-Boast, L. 2001. Comparison of Two SPME Fibers for Differentiation of Coffee by Analysis of Volatile Compounds. *Chromatographia*. 54(9/10):647-652.

Czerny, M. and Grosch, W. 2000. Potent Odorants of Raw *Arabica* Coffee. Their Changes during Roasting. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*.48:868-872.

Czerny, M.; Mayer, F. and Grosch, W. 1999. Sensory study on the character impact odorants of roasted *Arabica* coffee. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 47(2):695-699.

Czerny, M.; Wagner, R. and Werner, G. 1996. Detection of Odor-Active Ethenylalkylpyrazines in Roasted Coffee. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 44:3268-3272.

Dark, S.K. and Nursten, H.E. 1985. Volatile Compounds. In: *Coffee Chemistry*. New York, USA: Elsevier Applied Science Publishers. Pp. 223-265.

Flament, I. 2002. *Coffee Flavor Chemistry*. West Sussex, England: John Wiley & Sons, Ltd. 410p.

González-Palomares, S.; Estarrón-Espinosa, M.; Gómez-Leyva, J.F. and Andrade-González, I. 2009. Effect of the Temperature on the Spray Drying of Roselle Extracts (*Hibiscus sabdariffa* L.). *Journal of Plant Foods for Human Nutrition*. 64(1):62-67.

González-Palomares, S.; Estrada-Dichi, A.; Del Val-Díaz, R.; Rosales-Reyes, T.; Andrade-González, I. y Hernández-Estrada, A. 2010. Determinación de compuestos volátiles en noni (*Morinda citrifolia* L.) mediante microextracción en fase sólida y cromatografía de gases. *Memoria del VI Congreso Internacional y XVII Congreso Nacional de Ingeniería Bioquímica*. Acapulco, Guerrero, México: Colegio Mexicano de Ingenieros Bioquímicos, A.C. Pp. 1-6

González-Ríos, O.; Suarez-Quiroz, M.L.; Boulanger, R.; Barel, M.; Guyot, B.; Guiraud, J.P. and Schorr-Galindo, S. 2007. Impact of "ecological" postharvest processing on the volatile fraction of coffee beans: II. Roasted coffee. *Journal of Food Composition and Analysis*.20:297-307.

- Grosch, W. 1998. Flavour of coffee: A review. *Nahrung*. 42:344-350.
- Grosch, W. 2007. Gas Chromatography-Olfactometry of Aroma Compounds. In: *Flavours and Fragrances. Chemistry, Bioprocessing and Sustainability*. Germany: Springer-Verlag. Pp. 363-378.
- Holscher, W.; Vitzhum, O.G. and Steinhart, H. 1990. Identification and sensorial evaluation of aroma-impact compounds in roasted Colombian coffee. *Thé Café Cacao*. 34:205-212.
- López-Galilea, I.; Fournier, N.; Cid, C. and Guichard, E. 2006. Changes in headspace volatile concentrations of coffee brews caused by the roasting process and the brewing procedure. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 54:8560-8566.
- Mayer, F.; Czerny, M. and Grosch, W. 2000. Sensory Study of Character Impact Aroma Compounds of a Coffee Beverage. *European Food Research and Technology*. 211:272-276.
- McLafferty, F. W. 2009 "Wiley Registry of Mass Spectral Data, 9ª edición.
- Nijssen, L.M.; Visscher, C.A.; Maarse, H.; Willmshens, I.C. and Boelens, M.H. 1996. Volatile Compounds in Food. 7ª ed. Zeist, *The Netherlands*: TNO Nutrition and Food Research Institute.
- Ortiz, A.; Ortiz, A.; Vega, F.E. and Posada, F. 2004. Volatile composition of coffee berries at different stages of ripeness and their possible attraction to the coffee berry borer *Hypothenemus hampei* (Coleoptera: Curculionidae). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 52:5914-5918.
- Pawliszyn, J. 1997. Solid phase microextraction. *Theory and practice*. New York: Wiley-VCH.
- Ribeiro, J.S.; Augusto, F.; Salva, T.J.G.; Thomazello, R.A. and Ferreira, M.M.C. 2009. Prediction of sensory properties of Brazilian Arabica roasted coffees by headspace solid phase microextraction-gas chromatography and partial least squares. *Analytica Chimica Acta*. 634:172-179.
- Riu-Aumatell, M.; Bosch-Fusté, J.; López-Tamames, E. and Buxaderas, S. 2006. Development of volatile compounds of cava (Spanish sparkling wine) during long ageing time in contact with less. *Food Chemistry*. 95:237-242.
- Roberts, D.D.; Pollien, P. and Milo, C. 2000. Solid-phase microextraction method development for headspace analysis of volatile flavor compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 48:2430-2437.
- Rojas, M.G.M.E. 2005. Caracterización del aroma del café molido de Puerto Rico mediante la técnica de microextracción en fase sólida (SPME) y cromatografía de gas acoplada a espectrometría de masas (GC/MS). *Tesis de Maestría en Ciencias en Ciencia y Tecnología de Alimentos*. Universidad de Puerto Rico. 143p.
- Ryan, D.; Shellie, R.; Tranchita, P.; Casilli, A.; Mondillo, L. and Marrito, P. 2004. Analysis of roasted coffee bean volatiles by using comprehensive twodimensional gas chromatography time of flight mass spectrometry. *Journal of Chromatography*. 1054:57-65.
- Sanz, C.; Ansorena, D.; Bello, J. and Cid, C. 2001. Optimizing headspace temperature and time sampling for identification of volatile compounds in ground roasted Arabica. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 49:1364-1369.
- Sanz, C.; Maeztu, L.; Zapelena, M.; Bello, J. and Cid, C. 2002. Profiles of Volatile Compounds and Sensory Analysis of Three Blends of Coffee: Influence of Different Proportions of Arabica and Robusta and Influence of Roasting Coffee with Sugar. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 82:840-847.
- Schenker, S.; Heinemann, M.; Pompizzi, R. and Escher, F. 2002. Impact of Roasting Conditions on the Formation of Aroma Compounds in Coffee Beans. *Journal of Food Science*. 67(1):60-66.
- Tressl, R. 1989. Formation of Flavor Components in Roasted Coffee. In: *Thermal Generation of Aromas*. ACS Symposium Series 409. Washington, DC, USA: American Chemical Society. Pp. 285-301.
- Vas, G. and Vékey, K. 2004. Solid-phase microextraction: a powerful sample preparation tool prior
- González-Sánchez, H. M., González-Palmomares, S. y Rosales-Reyes, T. 2011. Café (*Coffea arabica* L.): compuestos volátiles relacionados con el aroma y sabor. *U. Tecnociencia* 5 (2) 35 - 45.

to mass spectrometric analysis. *Journal of Mass Spectrometry*. 39:233-254.

Yeretian, C.; Jordan, A.; Badoud, R. and Lindinger, W. 2002. From the Green Bean to the Cup of Coffee: Investigating Coffee Roasting by on Line Monitoring of Volatiles. *European Food Research Technology*. 214:92-104.

Zhang, Z.; Yang, M. and Pawliszyn, J. 1994. Solid-phase microextraction: a solvent-free alternative for sample preparation. *Analytical Chemistry*. 66(17):844A-853A.