

# PREPARACION DE UNA ESENCIA DE LULO (*Solanum vestissimum* D.) A PARTIR DEL ESTUDIO DE LA CONTRIBUCION DE LOS COMPONENTES VOLATILES AL AROMA DE LA FRUTA

J. Silva, M. Suárez y C. Duque

Departamento de Química, Facultad de Ciencias  
Universidad Nacional de Colombia. A.A. 14490, Bogotá, Colombia

Keywords: Tropical fruits, *Solanum*, flavor, aroma, volatiles, natural flavorings.

## RESUMEN

Los constituyentes volátiles del aroma del lulo (*Solanum vestissimum* D.) fueron extraídos y caracterizados química y olfatométrica, encontrándose que el aroma de esta fruta no es debida a unos pocos componentes sino a una mezcla compleja de 32 compuestos volátiles mayoritarios, de los cuales el butanoato de metilo, (E)-2-butenato de metilo, butanoato de etilo, (Z)-3-hexenol, hexanoato de metilo, hexanoato de etilo, acetato de (Z)-3-hexenilo, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, benzoato de metilo, linalol y  $\alpha$ -terpineol parecen contribuir de manera más efectiva a este exótico y delicioso aroma.

Debido a que no se encontró un solo compuesto(s) responsable de aroma típico de esta fruta, se utilizó el extracto completo de volátiles para preparar una buena esencia de lulo (utilizando como mejor matriz propilénico en solución acuosa al 10% y extracto de volátiles al 2%), la cual fue luego incorporada como aromatizante y saborizante en un helado de crema. El producto así preparado tuvo una gran aceptación por quienes lo consumieron.

## ABSTRACT

The volatile constituents of lulo (*Solanum vestissimum* D.) were extracted, identified and sensorially evaluated by sniffing GC. It was found that the typical lulo aroma was composed of a complex mixture of at least 32 major volatile compounds among which methyl butanoate, methyl (E)-2-butenate, ethyl butanoate, (Z)-3-hexenol, methyl hexanoate, ethyl hexanoate, (Z)-3-hexenyl acetate, limonene,  $\gamma$ -terpinene, methyl benzoate, linalool and  $\alpha$ -terpineol seems to be the more important contributors to the aroma of this fruit. It was not possible to find one or more impact flavor compounds. Additionally, we prepared a natural lulo flavoring by making an aqueous solution of the volatile extract and propylene glycol, 2% and 10% w/w respectively. This liquid formulation was subsequently used satisfactory to improve the flavor quality of an ice cream.

## INTRODUCCION

Colombia como país tropical posee una gran variedad de frutas con excelentes características de olor y sabor, resultado de la composición poco común de sus aromas (1-3), los cuales pueden ser aislados y subsecuentemente convertidos en esencias para su incorporación posterior en alimentos procesados que hayan perdido su aroma característico o a los que se les quiera añadir un flavor (características de aroma y sabor) determinado.

En la actualidad cuando se quieren preparar esencias de frutas, uno de los campos de énfasis es no solo el análisis químico de identificación de los volátiles extraídos, sino también la determinación de la importancia o contribución de cada uno de ellos al flavor total. Por esta razón y porque en Colombia la producción de esencias naturales es muy limitada (prácticamente la gran mayoría de las esencias utilizadas en la industria de alimentos son importadas, con el agravante además de no ser la mayoría de ellas naturales, sino de origen sintético), el presente trabajo reporta los estudios hechos para la producción de una esencia de lulo (*Solanum vestissimum* D.) constituida por una matriz que actúa como agente de captura de los constituyentes volátiles del lulo, los cuales fueron también caracterizados química y sensorialmente, para evaluar su contribución al aroma típico de esta fruta.

## PARTE EXPERIMENTAL

### EXTRACCION DE VOLATILES

El lulo fue recolectado en el municipio de Granada, Cundinamarca, a una altura de 2100 m por encima del nivel del mar y clasificada por el Dr. R. Jaramillo del Instituto de Ciencias Naturales de la Universidad Nacional de Colombia como *Solanum vestissimum* D.

Para la extracción de los volátiles se utilizaron 700 g de pulpa en estado óptimo de madurez (fruta con una corteza de color amarillo anaranjado intenso, pH = 3.45 y contenido de sólidos disueltos °Brix de 8.9%), sin corteza ni semillas, y se sometieron a extracción durante 1 hora por el método de destilación con arrastre de vapor de agua y extracción simultánea con solvente orgánico (pentano-éter etílico, 1:1) (4). Los volátiles así obtenidos en el solvente orgánico fueron secados con Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidro y concentrados hasta un volumen de 0.2 ml a través de una columna de Vigreux. El extracto resultante mostró un aroma penetrante, agradable y característico de lulo fresco.

### ANALISIS POR CGAR

Para el análisis de los constituyentes mayoritarios del aroma del lulo por Cromatografía de Gases de Alta Resolución, se usó un Cromatógrafo Shimadzu GC-8A equipado con un detector de ionización de llama y con una columna capilar de 25 m de sílica fundida entrecruzada con OV-101, utilizando un programa de

temperatura entre 50-180°C a 2°C/min. Se utilizó He como gas de arrastre a una velocidad de 1 ml/min.

### **ANALISIS POR CGAR vs. ANALISIS OLFATOMETRICO**

Se usó el mismo cromatógrafo Shimadzu GC-8A en las condiciones mencionadas en el párrafo anterior, acoplado a un olfatómetro construido por nuestro grupo de investigación (5), en el cual aproximadamente el 50% del efluente de la columna se hace llegar al punto de olfacción después de ser mezclado con aire húmedo. Cada uno de los volátiles emergentes del cromatógrafo fue caracterizado sensorialmente (características de olor) por un panel entrenado con anterioridad en aromas de frutas.

### **ANALISIS POR CGAR - EM**

Para el análisis por Cromatografía de Gases de alta resolución combinada con Espectrometría de Masas se utilizó un Espectrómetro Shimadzu 9020 DF en impacto electrónico acoplado a un cromatógrafo Shimadzu GC-9A, equipado con la misma columna y en las condiciones descritas anteriormente para el Shimadzu GC-8A. Los espectros de masas fueron obtenidos en las siguientes condiciones: temperatura de la fuente de ionización, 250°C; energía de los electrones, 70 eV; corriente de ionización, 60 mA; volumen de inyección 0.3 µL.

### **ANALISIS CUALITATIVO Y CUANTITATIVO**

El análisis cualitativo fue realizado usando los índices de retención calculados respecto a una mezcla de parafinas normales C<sub>8</sub> hasta C<sub>16</sub>, analizando los espectros de masas obtenidos y comparándolos con los mostrados por muestras auténticas o con los reportados recientemente por nosotros para la pulpa de lulo (6) o con los reportados en la literatura para compuestos volátiles (7). El análisis cuantitativo fue hecho utilizando el cromatograma de gases en el modo de normalización de las áreas para el cálculo de los porcentajes relativos sin usar factor de respuesta.

### **PREPARACION DE LA ESENCIA**

**Selección de la concentración de la matriz:** Para la preparación de las esencias se utilizaron como matrices sorbitol, propilenglicol, goma arábiga y sacarosa todas en grado comercial, y en soluciones acuosas al 50, 25, 10 y 5%. Se adicionó a 0.5 g de cada una de ellas, aproximadamente 10 mg del extracto del aroma de lulo, se taparon y almacenaron a temperatura ambiente y a 4°C. Quince días más tarde, se realizó un análisis sensorial a estas mezclas, determinándose que las matrices que mejor retienen los volátiles y no producen cambios ni enmascaran el aroma original, fueron aquellas preparadas al 10%.

**Selección de la concentración del extracto en la esencia:** Se utilizaron como matrices soluciones al 10% de sorbitol, propilenglicol, goma arábiga y sacarosa a las cuales se les añadió cantidades crecientes de extracto de volátiles de lulo

hasta obtener concentraciones entre 0.6 y 3.0% (0.5 g de matriz fueron usados en todos los casos, con adiciones entre 3 y 15 mg de extracto para obtener las concentraciones ensayadas). Las esencias anteriores se taparon y almacenaron a temperatura ambiente y a 4°C durante dos meses, al final de los cuales fueron evaluadas sensorial y cromatográficamente con el objeto de seleccionar la mejor relación matriz-extracto.

**Incorporación de la esencia en un producto procesado:** La mejor esencia evaluada sensorial y cromatográficamente (esencia en propilenglicol con extracto al 2%) fue utilizada al 0.17 y 0.50% como aromatizante y saborizante de 3.0 kg de helado de crema, preparado mediante la siguiente formulación: 2.30 kg de leche, 0.15 kg de crema de leche, 0.09 kg de leche en polvo descremada, 0.45 kg de azúcar y 0.01 kg de estabilizante emulsificante. El producto procesado fue evaluado sensorialmente, utilizando como patrón de referencia un helado hecho con jugo de lulo recién preparado.

## RESULTADOS Y DISCUSION

Los constituyentes volátiles del lulo (*Solanum vestissimum* D.) fueron obtenidos mediante el método de destilación por arrastre de vapor de agua y extracción simultánea con solvente orgánico (pentano-éter etílico 1:1) (4), a partir de la pulpa de la fruta en estado óptimo de madurez con un pH de 3.45 y un contenido de sólidos disueltos °Brix de 8.9%. Los compuestos volátiles fueron analizados mediante el uso de CGAR y CGAR-EM. El análisis cualitativo fue hecho usando tanto el criterio cromatográfico (uso de los datos de retención) como el criterio espectral (análisis cuidadoso de los espectros de masas) y la comparación de los datos anteriores con los mostrados por muestras auténticas o con los reportados recientemente por nosotros (6) o con los encontrados para compuestos volátiles en la literatura (7). Estos resultados se muestran en la Fig. 1 (perfil cromatográfico del aroma del lulo) y en la Tabla 1, donde se han listado los componentes volátiles mayoritarios identificados, junto con los índices de retención experimentales y los que aparecen en la literatura, así como la descripción de la evaluación sensorial hecha para cada uno de ellos y su % relativo en la mezcla. En estos resultados se observa que al aroma del lulo contribuyen principalmente los siguientes compuestos: butanoato de metilo, (E)-2-butenoato de metilo, butanoato de etilo, (Z)-3-hexenol, hexanoato de metilo, hexanoato de etilo, acetato de (Z)-3-hexenilo, limoneno,  $\gamma$ -terpineno, benzoato de metilo, linalool y  $\alpha$ -terpineol. No se observó que estuviera presente uno o más compuestos típicamente responsables del aroma del lulo, por el contrario este delicioso y exótico aroma parece ser el resultado de la mezcla de compuestos aquí reportados. La coincidencia de un pico identificado con un olor determinado no quiere decir que este compuesto específico sea el responsable de ese olor. Siempre existirá la posibilidad de que algún componente minoritario presente en el mismo pico cromatográfico, no detectable por EM pero con un alto valor umbral de olor, inflencie la descripción de olor reportada.

De acuerdo a los resultados anteriores se procedió a preparar una esencia de lulo utilizando el extracto completo de volátiles. Así, se procedió a preparar la serie

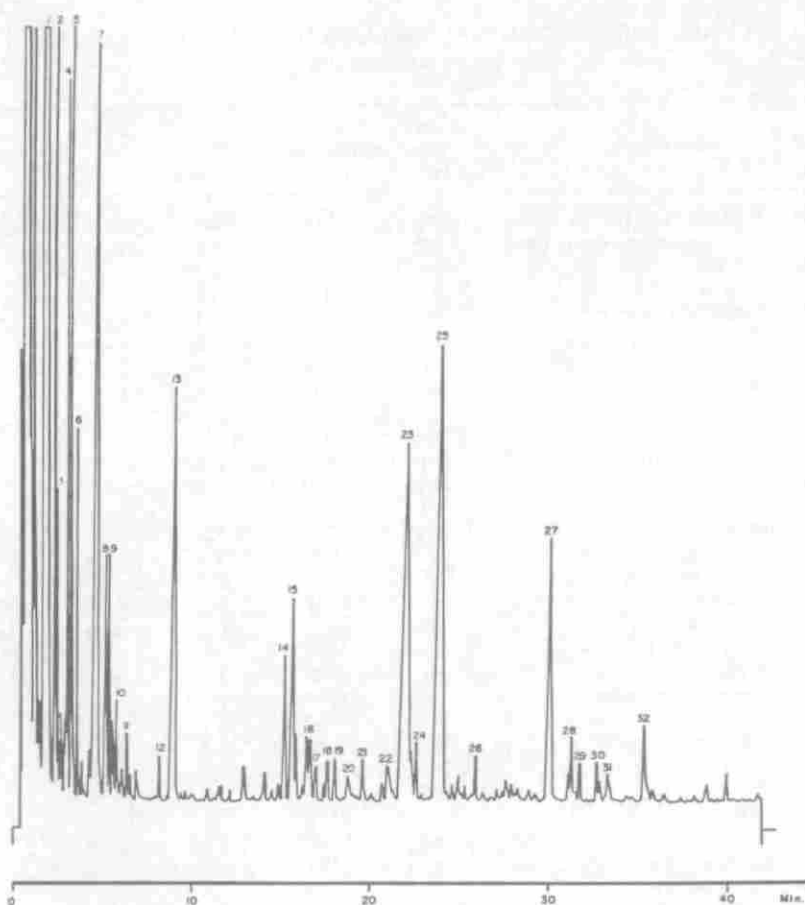


Figura 1. Perfil Cromatográfico del aroma del lulo (*Solanum vestissimum* D.) en OV-101

de esencias que aparece en la Tabla II utilizando como matrices sorbitol, propilenglicol, goma arábica y sacarosa, todas al 10% en solución acuosa y variando la cantidad de extracto de volátiles del lulo (se encontró el 10% como mejor porcentaje de matriz para preparación de esencias de lulo, datos no mostrados). Las esencias así preparadas fueron sometidas a evaluación sensorial después de dos meses de almacenamiento a 4°C y a temperatura ambiente. Los resultados se observan en la Tabla II, donde puede apreciarse que las mejores esencias (características organolépticas similares al aroma original del lulo) fueron aquellas preparadas en sorbitol con extractos al 2.2 y 2.7%, propilenglicol con extracto al 2.0%, goma arábica con extractos al 0.9 y 2.1% y sacarosa con extractos al 1.9 y 2.4%. Estas denominadas mejores esencias fueron sometidas a un control cromatográfico de volátiles, cuyos resultados mostraron como mejor agente de retención al propilenglicol con extracto de volátiles al 2.0%.

Tabla 1  
EVALUACION SENSORIAL DE LOS VOLATILES DEL LULO  
(*Solanum vestissimum* D.)

Pico <sup>a</sup> No.	Compuesto	Litera- tura IK <sup>b</sup>	Muestra	% Relativo	Olor
1	Butanoato de metilo	705	800	43.4	dulce, banana
2	(E)-2-butenato de metilo	745	800	4.4	caramelo
3	tolueno		800	1.7	
4	hexanal		800	4.2	
5	butanoato de etilo	784	800	4.5	dulce
6	octano	800	800	2.2	
7	(E)-2-hexenal	832	830	8.8	
8	(Z)-3-hexenol	847	842	1.4	herbal
9	alquilbenceno		850	1.4	
10	n-hexanol	856	860	0.6	
11	1,3,5,7-octatetraeno		875	0.4	
12	nonano	900	900	0.3	
13	hexanoato de metilo	906	904	4.8	verde
14	hexanoato de etilo	983	986	1.2	dulce
15	acetato de (Z)-3-hexenilo	987	990	1.8	frutal
16	n-propibenceno		1010	0.4	desagradable
17	sin identificar		1015	0.3	
18	limoneno	1030	1022	0.3	placentero, limón
19	sin identificar		1023	0.3	
20	$\gamma$ -terpineno	1040	1030	2.1	floral
21	dimetil octatrieno		1040	0.2	
22	sin identificar		1060	0.4	
23	benzoato de metilo	1078	1070	5.2	frutal
24	terpinoleno	1077	1079	0.3	
25	linalol	1092	1090	5.3	floral, dulce
26	terbutilbenceno		1118	0.3	
27	$\alpha$ -terpineol	1185	1175	2.3	rosas
28	sin identificar		1182	0.4	
29	sin identificar		1193	0.2	
30	docecano	1200	1200	0.2	
31	nerol	1218	1216	0.2	
32	geraniol	1243	1240	0.6	

a- El número del pico es el mismo que aparece en la Figura 1. b- Índice de retención medido en QV-101.

Tabla 2  
EVALUACION SENSORIAL DE LAS ESENCIAS DE LULO PREPARADAS

Matriz	Extracto %o peso	Evaluación <sup>a</sup> sensorial	Extracto %o peso	Evaluación <sup>b</sup> sensorial
Sorbitol	0.6	++	0.6	++
	0.8	++	0.8	++
	1.4	++	1.4	++

(Continuación Tabla 2)

Matriz	Extracto %o peso	Evaluación <sup>a</sup> sensorial	Extracto %o peso	Evaluación <sup>b</sup> sensorial
	1.8	+	1.8	+
	2.0	++	2.0	++
	2.2	+++	2.2	++
	2.4	+	2.4	++
	2.5	+	2.5	++
	2.7	+++	2.7	++
	2.9	+	3.0	++
Propilenglicol	0.8	++	0.8	++
	1.0	++	1.0	++
	1.9	+	1.9	+
	2.0	++	2.0	+++
	2.2	++	2.2	++
	2.3	-	2.3	+
	2.5	-	2.5	-
	2.7	+++	2.7	+
	2.9	+++	2.9	+
Goma arábica	0.6	+	0.6	+
	0.9	+++	0.9	++
	1.5	+	1.5	-
	1.9	-	1.9	+
	2.1	+	2.2	++
	2.3	++	2.3	+
	2.6	++	2.6	+
	2.7	++	2.7	++
	2.9	+	2.9	+
Sacarosa	0.5	++	0.5	+
	1.3	++	1.3	+
	1.5	-	1.5	+
	1.8	+	1.8	++
	1.9	++	1.9	+++
	2.2	+	2.2	++
	2.4	+++	2.4	++
	2.6	++	2.6	+
	2.7	+	2.7	++
	2.9	+	2.9	++

a- Esencias almacenadas a 40°C. b- Esencias almacenadas a temperatura ambiente.

+++ = Olor intenso de lulo. ++ = Olor medianamente intenso de lulo. + = Olor levemente intenso de lulo. - = No se detectó olor.

Finalmente para verificar si la mejor esencia seleccionada organoléptica y cromatográficamente se incorporaba bien en productos alimenticios, se procedió a preparar un helado de crema en las condiciones tradicionales descritas en la sección experimental, utilizando como aromatizante y saborizante la mejor esencia obtenida en este estudio: Solución acuosa al 10% de propilenglicol, con 2% de extracto de volátiles de lulo. Los resultados del análisis organoléptico en cuanto a aroma y sabor de los helados preparados, sugieren una buena incorporación de la esencia y aproximadamente el 2.0% como buen porcentaje de la esencia en este producto alimenticio. Aunque estos resultados pueden considerarse satisfactorios, consideramos que aún hay un largo camino a recorrer en la investigación en este campo.

### AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación del programa ICFES-BID-U.NAL. y la financiación que específicamente otorgó el ICFES para el desarrollo del presente estudio.

### BIBLIOGRAFIA

1. Morales, A. L.; Duque, C. *J. Agric. Food Chem.* 1987, 35, 538.
2. Restrepo, P.; Duque, C. *Rev. Col. de Química.* 1988, 17, 57.
3. Frohlich, O.; Duque, C. *J. Agric. Food Chem.* 1989, 37, 421.
4. Flath, R. A.; Forrey, R. R. *J. Agric. Food Chem.* 1977, 25, 103.
5. Gómez, N., *Diseño y conexión de un sistema para cromatografía de alta resolución que permita el análisis cromatográfico y sensorial en aromas de alimentos.* Tesis de grado, Departamento de Química, Universidad Nacional de Colombia, 1990.
6. Suárez, M.; Duque, C. *J. Agric. Food Chem.* 1990, in press.
7. Jennings, W.; Shibamoto, T., *Qualitative analysis of Flavor and Fragrance Volatiles by Glass Capillary Gas Chromatography.* Academic Press, New York, 1980.