

Optimización de las Condiciones de Extracción de Compuestos Volátiles en Muestras de Ají (*Capsicum spp.*) mediante HS-SPME-GC-MS

Optimization of the Extraction Conditions of Volatile Compounds in Chili Pepper (*Capsicum spp.*) Samples by HS-SPME-GC-MS

Juan Diego Ramirez¹, Mónica Pérez-Beltrán¹, Juan Esteban Gonzalez¹, Guillermo L. Montoya², Juan Camilo Henao-Rojas³, Chiara Carazzone¹

¹ Laboratory of Advanced Analytical Techniques in Natural Products (LATNAP), Chemistry Department, Universidad de los Andes, Bogotá 111711, Colombia. * c.carazzone@uniandes.edu.co

² Facultad de Ingeniería, Diseño y Ciencias Aplicadas. Escuela de Ciencias Aplicadas e Industria Sostenible, Departamento de Ciencias Farmacéuticas y Químicas, Universidad Icesi. Cali, Valle del Cauca 760031, Colombia.

³ Corporación Colombiana de Investigación Agropecuaria–Agrosavia, Centro de Investigación La Selva, Kilómetro 7, Vía a Las Palmas, Vereda Llanogrande, Rionegro 054048, Colombia

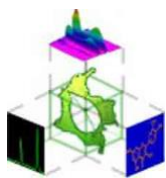
Presentación Oral 45

ABSTRACT

Chili pepper (*Capsicum spp.*) is a widely used ingredient in global gastronomy, valued for its flavor, aroma, and bioactive compound content ^[1]. Its aromatic profile results from a mixture of volatile organic compounds (VOCs), whose composition can vary depending on the species, cultivation conditions, and processing. Accurate characterization of these compounds is essential to understanding their sensory properties and potential applications ^[2,3].

In this study, VOC extraction conditions were optimized in 26 accessions of *Capsicum spp.* from the AGROSAVIA germplasm bank, including the species *C. annuum*, *C. chinense*, *C. baccatum*, and *C. baccatum* var. *pendulum*, using headspace solid-phase microextraction coupled with gas chromatography-mass spectrometry (HS-SPME-GC-MS). A screening analysis was conducted using a Plackett-Burman design, considering five main factors: sample amount, extraction temperature, equilibration time, extraction time, and agitation. The response analyzed was the relative area of compounds belonging to five previously identified chemical families: aldehydes, alcohols, alkanes, esters, and terpenoids.

A QC sample was used for all experiments, consisting of a homogeneous mixture of approximately 1 gram of each of the 26 chili pepper types analyzed. Once the screening design indicated statistically significant factors (sample amount, extraction temperature, and extraction time), a central composite circumscribed (CCC) design



with response surface methodology (RSM) was used to optimize these factors[4,5]. This analysis determined the optimal conditions for VOC extraction: 500 mg of sample, an extraction temperature of 70 °C, and an extraction time of 45 minutes. The QC samples were also utilized to optimize the chromatographic separation. The method employed a BP5 column and took 38 minutes to complete. These results provide an efficient methodology for analyzing volatile compounds present in chili peppers. They facilitate future research on aromatic profile characterization and its impact on product quality and consumer acceptance. More importantly, this information can be directly applied in the food industry, helping them design products with improved and standardized sensory profiles.

Key words:

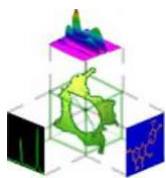
Capsicum spp., volatile organic compounds, HS-SPME-GC-MS, central composite design, response surface methodology.

RESUMEN

El ají (*Capsicum spp.*) es un ingrediente ampliamente utilizado en la gastronomía mundial, apreciado por su sabor, aroma y contenido de compuestos bioactivos ^[1]. Su perfil aromático es el resultado de la mezcla de compuestos orgánicos volátiles (VOCs), cuya composición puede variar según la especie, condiciones de cultivo y procesamiento. La caracterización precisa de estos compuestos es fundamental para entender sus propiedades sensoriales y potenciales aplicaciones ^[2,3].

En este estudio, se optimizaron las condiciones de extracción de VOCs en 26 accesiones de *Capsicum spp.* del banco de germoplasma de AGROSAVIA, incluyendo las especies *C. annum*, *C. chinense*, *C. baccatum* y *C. baccatum var. pendulum* mediante microextracción en fase sólida con espacio de cabeza acoplada a cromatografía de gases con espectrometría de masas (HS-SPME-GC-MS). Se realizó un análisis de screening utilizando un diseño de Plackett-Burman, considerando cinco factores principales: cantidad de muestra, temperatura de extracción, tiempo de equilibrio, tiempo de extracción y agitación. La respuesta analizada fue el área relativa de compuestos pertenecientes a cinco familias químicas previamente identificadas: aldehídos, alcoholes, alcanos, ésteres y terpenoides.

Para la realización de todos los ensayos se utilizó una muestra QC, compuesta por una mezcla homogénea de aproximadamente 1 gramo de cada uno de los 26 tipos de ají analizados. Una vez que el diseño de cribado indicó los factores que son estadísticamente significativos (cantidad de muestra, temperatura de extracción y tiempo de extracción), se utilizó un diseño compuesto central circunscrito (CCC) con la metodología de superficie de respuesta (RSM) para optimizar estos factores[4]. A partir de este análisis, se determinaron las condiciones óptimas para la extracción de VOCs: 500 mg de muestra, temperatura de extracción de 70 °C y un tiempo de extracción de 45 minutos. Las muestras de QC también se utilizaron para optimizar la separación cromatográfica, el método empleó una columna BP-5 y tuvo un tiempo de duración de 38 minutos. Estos resultados proporcionan



REVISTA PRODUCTOS NATURALES

ISSN 1916-2413



Vol. 6 Núm. 1 (2025): I Congreso Colombiano de Productos Naturales

Disponible en línea en

<https://www.nozomiscience.org/index.php/rpn/issue/view/587>

doi: <https://doi.org/10.3407/rpn.v6i1po45>



una metodología eficiente para el análisis de los compuestos volátiles presentes en el ají, facilitando futuras investigaciones en la caracterización de perfiles aromáticos y su impacto en la calidad y aceptación del producto. Además, esta información puede ser de gran utilidad para la industria alimentaria en el diseño de productos con perfiles sensoriales mejorados y estandarizados.

Palabras clave:

Capsicum spp., compuestos orgánicos volátiles, HS-SPME-GC-MS, diseño compuesto central, superficie de respuesta.

Agradecimientos/Acknowledgements

Agradecemos a AGROSAVIA por proveer las muestras de germoplasma de *Capsicum spp.* utilizadas en este estudio, y reconocemos el apoyo financiero brindado por la Universidad de los Andes, sin el cual esta investigación no habría sido posible.

Referencias/References

- [1]. Korkmaz, A.; Hayaloğlu, A.; Atasoy, A. Evaluation of the Volatile Compounds of Fresh Ripened *Capsicum Annuum* and Its Spice Pepper (Dried Red Pepper Flakes and Isot). *Lwt - Food Science and Technology* 2017, 84, 842–850. [\[DOI\]](#)
- [2]. Sousa, E. T.; Rodrigues, F.; Martins, C.; Oliveira, F.; Pereira, P.; Andrade, J. Multivariate Optimization and HS-SPME/GC-MS Analysis of VOCs in Red, Yellow and Purple Varieties of *Capsicum Chinense Sp.* Peppers. *Microchemical Journal* 2006, 82, 142–149. [\[DOI\]](#)
- [3]. Heng, Z.; Xu, X.; Xu, X.; Wang, H.; Liu, L.; Li, Z.; Li, Z.; You, Q.; Sun, B.; Gong, C.; Yin, Y.; Li, Y.; Li, T. Characterization of Odor-Contributing Volatile in *Capsicum Chinense* ‘JT-1’ Fruits during Development and Transcriptome Analysis of Key Fruit-Aroma Formation Periods. *Scientia Horticulturae* 2023, 309, 111691. [\[DOI\]](#)
- [4]. Nascimento, M. B., Amorim, L. R., Nonato, M. A. S., Roselino, M. N., Santana, L. R. R., Ferreira, A. C. R., Rodrigues, F. M., Mesquita, P. R. R., & Soares, S. E. (2024). Optimization of HS-SPME/GC-MS method for determining volatile organic compounds and sensory profile in cocoa honey from different cocoa varieties (*Theobroma cacao L.*). *Molecules* (Basel, Switzerland), 29(13), 3194. [\[DOI\]](#)