



Acta Agronómica

ISSN: 0120-2812

actaagronomica@palmira.unal.edu.co

Universidad Nacional de Colombia

Colombia

Pantoja-Chamorro, Ana Lucia; Hurtado-Benavides, Andrés Mauricio; Martínez-Correa, Hugo Alexander

Caracterización de aceite de semillas de maracuyá (*Passiflora edulis* Sims.) procedentes de residuos agroindustriales obtenido con CO<sub>2</sub> supercrítico

Acta Agronómica, vol. 66, núm. 2, 2017, pp. 178-185

Universidad Nacional de Colombia

Palmira, Colombia

Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=169950127005>

- ▶ Cómo citar el artículo
- ▶ Número completo
- ▶ Más información del artículo
- ▶ Página de la revista en redalyc.org

# Caracterización de aceite de semillas de maracuyá (*Passiflora edulis* Sims.) procedentes de residuos agroindustriales obtenido con CO<sub>2</sub> supercrítico

Characterization of passion fruit (*Passiflora edulis* Sims.) seed oil from agroindustrial waste obtained with supercritical CO<sub>2</sub>

Ana Lucia Pantoja-Chamorro<sup>1</sup>, Andrés Mauricio Hurtado-Benavides<sup>1\*</sup> y Hugo Alexander Martínez-Correa<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Grupo de Investigación Tecnologías Emergentes en Agroindustria (TEA). Universidad de Nariño, Facultad de Ingeniería Agroindustrial, Ciudad Universitaria Torobajo, Pasto, Nariño, Colombia. <sup>2</sup> Grupo de Investigación en Procesos Agroindustriales (GIPA). Facultad de Ingeniería y Administración. Universidad Nacional de Colombia, Sede Palmira, Colombia. \*Autor para correspondencia: ahurtadob@hotmail.com

Rec.: 01.06.2016 Acep.: 03.10.2016

## Resumen

En este trabajo se evaluó el proceso de extracción de aceite de semillas de maracuyá (*Passiflora edulis* Sims.) procedentes de residuos generados de su procesamiento agroindustrial. El aceite se obtuvo mediante la tecnología de extracción con fluidos supercríticos utilizando CO<sub>2</sub> como solvente. Se evaluaron diferentes condiciones de presión y temperatura frente al rendimiento de aceite, utilizando un diseño factorial de experimentos 2<sup>2</sup> con 4 puntos centrales. Se determinaron las características fisicoquímicas para aceites tales como densidad e índices de refracción, saponificación, yodo, acidez y peróxido. Se determinó el contenido de ácidos grasos mediante cromatografía de gases y de esteroles por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas. Se estudió la actividad antioxidante del aceite por el método DPPH\*. Las mejores condiciones de extracción de aceite de maracuyá fueron 350 bar y 60°C, en las cuales se obtuvo un rendimiento de 15.7±0.5% en aceite. La caracterización fisicoquímica indicó que el aceite cumple con los estándares de calidad establecidos para aceites comestibles y podría tener interés en la industria cosmética. El aceite de maracuyá es rico en ácidos grasos saturados e insaturados y contiene en mayor proporción el ácido linoleico (67.0%), seguido por los ácidos oleico (16.6%) y palmítico (14.5%) y en menor proporción los ácidos esteárico, palmitoleico y linolénico. El análisis cromatográfico permitió determinar la presencia de componentes minoritarios tales como β-sitosterol, estigmasterol, campesterol, lanosterol y en mayor concentración escualeno. La actividad antioxidante se evidenció con un valor de EC<sub>50</sub> de 433.40 g aceite/g DPPH\* y una eficiencia antirradical de 2.31E<sup>-03</sup>.

**Palabras clave:** Aceite de semillas, ácidos grasos, esteroles, CO<sub>2</sub> supercrítico, *Passiflora*.

## Abstract

The extraction process of passion fruit seed oil (*Passiflora edulis* Sims.) from waste generated from agro-industrial fruit processing was evaluated. The oil was obtained by supercritical fluid extraction technology using CO<sub>2</sub> as a solvent. Different conditions of pressure and temperature were evaluated against the oil yield using a factorial design of experiments 2<sup>2</sup> with 4 central points. The physicochemical characteristics were determined for vegetable oils such as density and refractive values, saponification, iodine, peroxide and acidity were determined. The fatty acids was measured by gas chromatography, and sterols using gas chromatography-mass spectrometry, to determine the antioxidant activity of the oil by DPPH\* method. The best conditions for passion fruit oil extraction were 350 bar and 60°C, in which a yield of 15.7% oil was obtained. The physico-chemical characterization

shows that the oil meets the quality standards set for edible oils. The passion fruit seed oil is rich in saturated and unsaturated fatty acids, and contains a high proportion of linoleic acid (67.0%), followed by oleic (16.6%) and palmitic acids (14.5%). To a lesser extent, stearic and linolenic acids were detected. Chromatographic analysis revealed the presence of minor components found in the oil was  $\beta$ -sitosterol, stigmasterol, campesterol, lanosterol and squalene. The antioxidant activity was demonstrated with an EC<sub>50</sub> value of 433.40 g oil/g DPPH\* and antiradical efficiency 2.31E<sup>-03</sup>.

**Keywords:** Seed oil, fatty acids, supercritical CO<sub>2</sub>, sterols, *Passiflora*.

## Introducción

La maracuyá pertenece a la familia *Passiflora edulis*, es originaria de sur América y con más de 500 especies en todo el mundo (Oliveira *et al.*, 2016). En Colombia, se produce aproximadamente 51922 t.año<sup>-1</sup> (DANE-ENA, 2015) de maracuyá y se utiliza principalmente en la producción de jugos, pulpas y concentrados. Es una de las frutas tropicales de mayor producción en el departamento de Nariño (1382 t.año<sup>-1</sup>), (DANE-ENA, 2015). El procesamiento de la maracuyá produce cantidades apreciables de semillas como subproductos agrícolas durante su procesamiento agroindustrial, los cuales son utilizados únicamente para elaboración de abonos orgánicos, en alimentación para animales o sencillamente enviados a un relleno sanitario.

Se estima que los residuos del procesamiento de maracuyá alcanzan entre un 61-86% de la cantidad de frutas procesadas (Malacrida & Neuza, 2012), los cuales pueden ser aprovechados para la obtención de productos de interés en la industria generando un valor agregado y mitigando la contaminación ambiental, que estos pueden generar cuando no son manejados adecuadamente. Entre los productos considerados de interés están pectinas, aromas naturales, aceites vegetales, entre otros compuestos (Leao *et al.*, 2014).

Diversos estudios reportan que las semillas de maracuyá contienen un alto porcentaje de aceite vegetal, que oscila entre un 16.7-33.5%, dependiendo de la técnica de extracción, el tipo de solvente, las condiciones de operación y las zonas geográficas donde se cultiva ésta fruta (Malacrida & Neuza, 2012; Oliveira *et al.*, 2016; Cerón, Osorio & Hurtado, 2012). Diversos estudios han encontrado en los aceites de maracuyá compuestos de alto valor nutricional como ácidos grasos, principalmente linoleico, oleico y palmitico (Liu *et al.*, 2012); además el aceite de maracuyá cuenta con características antioxidantes descritas en otros estudios (Malacrida & Neuza, 2012) y es considerado como una fuente promisoria para posibles aplicaciones en la industria alimentaria,

cosmética y farmacéutica (Zeraik *et al.*, 2010; Malacrida & Neuza, 2012).

Dentro de los posibles procesos de extracción están la destilación, la extracción con disolventes y la extracción con fluidos supercríticos. La destilación resulta poco conveniente para usarse con aceites vegetales debido a la presencia de triglicéridos que pueden degradarse a altas temperaturas de operación. La extracción con disolventes orgánicos siempre deja un residuo inherente en el aceite, particularmente de hexano que es el más comúnmente usado, pero que actualmente es de uso restringido en productos para el consumo humano y además su inflamabilidad lo hace poco deseable a nivel industrial. La extracción con fluidos supercríticos, específicamente con dióxido de carbono, resulta una alternativa interesante para la extracción y fraccionamiento de aceites vegetales por cuanto no posee los inconvenientes de los disolventes orgánicos tradicionales (Hurtado, Dorado & Sánchez, 2016).

Por lo tanto, el objetivo de esta investigación fue evaluar las condiciones de extracción de aceite a partir de semillas de maracuyá mediante la tecnología de extracción con fluidos supercríticos y su caracterización fisicoquímica y composicional de ácidos grasos, esterolos y tocoferoles, así como también la determinación de su actividad antioxidante.

## Materiales y métodos

**Material vegetal.** El material utilizado fueron las semillas de maracuyá (*Passiflora edulis* Sims.) que hacen parte de los residuos generados por una empresa procesadora de frutas en el municipio de Pasto (Nariño). La semilla se separó de los restos de pulpa y se sometió a un proceso de secado a 60°C durante 8 horas o hasta obtener una humedad menor o igual al 10%. Previo a la extracción de aceite, las semillas se molieron en un molino de discos (Victoria, Colombia), luego se pasaron por un tamiz (modelo PS-35 serie 1182) en la serie de tamices (10-80, A.S.T.M.E.) por espacio de 10 minutos. Se realizó un análisis

proximal a la semilla de maracuyá, basado en las normas de la AOAC (2007), que comprende humedad, materia seca, ceniza, extracto etéreo, fibra cruda y proteína.

**Extracción de aceite vegetal.** La obtención de aceite de semillas de maracuyá se realizó mediante la tecnología de extracción con fluidos supercríticos, en un equipo Waters SFE 500 (USA), utilizando dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) al 99.9% de pureza (Cryogas, Colombia) como solvente. El diagrama del proceso de extracción se indica en la Figura 1.

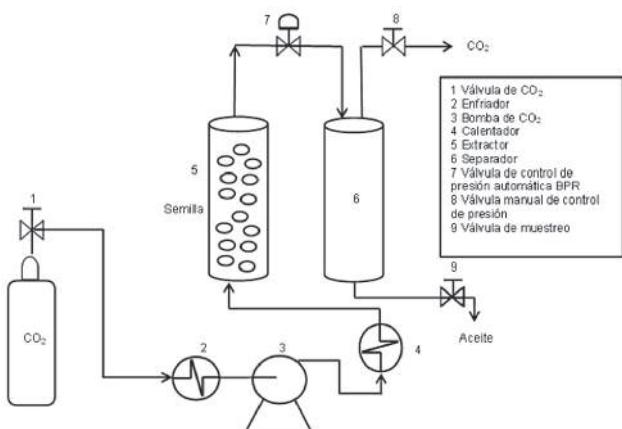


Figura 1. Diagrama de equipo de extracción con fluidos supercríticos

Se utilizó un diseño factorial de experimentos  $2^2$  con 4 repeticiones en el punto central, realizados por duplicado y de manera aleatoria de acuerdo a la metodología descrita por Hurtado, Dorado & Sánchez, (2016), con algunas modificaciones, en la que se consideraron dos factores: presión y temperatura de extracción sobre la variable de respuesta el rendimiento del aceite extraído. Se evaluaron rangos de presión entre 200-350 bar y temperaturas entre 40-60°C, durante 150 min de extracción y con un flujo constante de  $\text{CO}_2$  de 30  $\text{g} \cdot \text{min}^{-1}$ . La matriz de experimentos se indica en la Tabla 1. Para la extracción se utilizaron 250 g de semillas de maracuyá secas y molidas. El aceite extraído se almacenó en un vial ámbar en refrigeración a 4°C y atmósfera de  $\text{CO}_2$  hasta su posterior análisis. El rendimiento se calculó como peso de aceite extraído sobre el peso de semillas utilizadas en términos porcentuales (%p/p), tal como se indica en la Ecuación 1:

$$\text{Rendimiento } \left( \% \frac{p}{P} \right) = \left( \frac{PA}{PS} \right) \times 100$$

Ecuación 1

Dónde: PA: peso de aceite extraído (g); PS: peso total de semilla utilizada para cada extracción (g).

Tabla 1. Matriz del diseño experimental

Experi- men- to	Presión	Temperatura	Valores Codificados	
	bar	°C	Presión	Temperatura
1	200	40	-1	-1
2	200	40	-1	-1
3	350	40	1	-1
4	350	40	1	-1
5	200	60	-1	1
6	200	60	-1	1
7	350	60	1	1
8	350	60	1	1
9	275	50	0	0
10	275	50	0	0
11	275	50	0	0
12	275	50	0	0

**Características fisicoquímicas.** El aceite de semillas de maracuyá obtenido en las mejores condiciones de extracción, fue caracterizado con respecto a la densidad (NTC 336), índice de refracción (NTC 289), índice de peróxido (AOAC 965:33), índice de saponificación (AOAC 920:160), índice de yodo (NTC 283) e índice de acidez (NTC 218).

**Composición de ácidos grasos.** Se analizaron todas las muestras de aceite obtenidas en cada una de las condiciones de extracción. Los ácidos grasos del aceite fueron analizados como metil ésteres de ácidos grasos empleando la metodología descrita por Christie W. (1998), con algunas modificaciones. 200 mg de aceite se derivatizaron con una solución de HCl. Metanol<sup>-1</sup> al 5% a 50°C. La extracción de los metil ésteres de los ácidos grasos se realizó con 2 mL de n-hexano grado HPLC (Fisher, USA). Para el análisis cromatográfico se utilizó un cromatógrafo de gases (Shimadzu GC 17A, Japón), equipado con un detector de ionización de llama (FID a 280°C), y modo de inyección Split 1:10. Los compuestos fueron separados en una columna DB-WAX (JyW Scientific) de 30 m de largo, con diámetro interno de 0.25 mm y espesor de película de 0.25 μm. Los ácidos grasos fueron identificados por comparación de los tiempos de retención de una mezcla estándar de ácidos grasos (Restek, USA) analizados bajo las mismas condiciones cromatográficas. La cuantificación se realizó por porcentaje relativo de área y estándar interno empleando como estándar metil undecanoato (Alltech, USA).

**Composición de esteroles.** La composición de esteroles se evaluó en cada uno de los ensayos de extracción y se determinó según la metodología

descrita por Matthaus & Ozcan (2011), con algunas modificaciones. Se utilizaron 100  $\mu\text{L}$  de aceite y se diluyeron a 1 mL en diclorometano grado HPLC (Honeywell, USA). Los extractos se agitaron en un vortex por 0.5 min y se les adicionó sulfato de sodio anhídrico (Merck, Germany). Se inyectaron 1.0  $\mu\text{L}$  en un cromatógrafo de gases acoplado a un espectrómetro de masas (Shimadzu QP2010S, USA), equipado con una columna SHXRI-5MS (Shimadzu. 30 m x 0.25 mm x 0.25  $\mu\text{m}$ ) y un detector selectivo de masas QP2010S con ionización por impacto electrónico (full scan EI a 70eV) y un inyector en modo de inyección *splitless* a 270°C. La identificación tentativa de los compuestos del aceite de maracuyá se realizó por comparación de los espectros de masas, empleando la base de datos NIST y la cuantificación se llevó a cabo empleando el método del estándar interno utilizado como estándar una solución de patrón de Colesterol (Sigma, USA).

**Determinación de la actividad antioxidante.** El método consistió en la preparación de una solución DPPH\* a una concentración de 0.0756 mM, a partir de la cual se obtuvieron diluciones a 0.025 mM, 0.01 mM, 0.0075 mM, 0.0050 mM, y 0.0025 mM con el fin de realizar la curva de calibración o control, graficando la absorbancia medida a una longitud de onda de 515 nm Vs concentración de DPPH\*. La determinación de la absorbancia se llevó a cabo en un espectrofotómetro GENESYS 1OS UV-VIS (Thermo Scientific, USA). Para la reacción se tomaron 3.9 mL de solución de DPPH\* (0.0756 mM) y posteriormente se adicionó 0.1 mL de la muestra a analizar y se registró la disminución de absorbancia hasta la estabilización de la solución. Este proceso se repitió para cada muestra (aceite) evaluada a diferentes concentraciones de 0.75, 0.50, 0.25  $\mu\text{L}$  aceite. $\mu\text{L}^{-1}$  solución (sln), preparadas a partir del aceite puro. Los tiempos finales de la reacción dependen de la naturaleza de las muestras. Se calculó % [DPPH\*] Remanente, y los parámetros  $\text{EC}_{50}$ ,  $\text{TE}_{\text{EC}50}$  y la eficiencia anti-radical (EA). El % [DPPH\*] Remanente se calculó de acuerdo con Sánchez, Larrauri & Saura (1997), (Ecuación 2).

$$\% \text{ [DPPH] Remanente} = \frac{(\% \text{ [DPPH*]t})}{(\% \text{ [DPPH*]t=0})}$$

Ecuación 2

El cálculo de los parámetros  $\text{EC}_{50}$  y  $\text{TE}_{\text{EC}50}$  se realizó a partir de las expresiones obtenidas

al graficar % [DPPH\*] Remanente frente a la concentración del antioxidante (aceite) y % [DPPH\*] Remanente a diferentes concentraciones frente al tiempo respectivamente.

La eficiencia anti-radical del aceite de semillas de maracuyá se calculó de acuerdo a la metodología citada por (Malacrida & Neuza, 2012) y descrita por (Brand-Williams, Cuvelier & Berset, 1995), con la Ecuación 3.

$$\text{AE} = \frac{1}{\text{EC}50}$$

Ecuación 3

**Análisis estadístico.** El análisis estadístico de los datos se llevó a cabo con ayuda del programa estadístico Statgraphics Centurion XV (2007), utilizando la técnica de análisis de varianza (Anova), con el fin de determinar el efecto de los factores presión y temperatura sobre el porcentaje de aceite extraído como variable de respuesta ( $p<0.05$ ).

## Resultados y discusión

En la Tabla 2, presenta la composición proximal de las semillas de maracuyá la cual nos da una información rápida sobre el potencial de aprovechamiento de las semillas como residuo agroindustrial. Se observa un bajo contenido de agua que favorece para el proceso de extracción de aceites, debido a que la mayoría de semillas oleaginosas deben contener una humedad alrededor del 8% para su conservación y extracción (Londoño, Mieres-Pitre & Hernández, 2012). El contenido de extracto etéreo muestra que las semillas de maracuyá pueden ser una fuente promisoria de aceite (27.6%), cuenta también con un alto contenido de fibra (55.5%) y proteína (15.2%) para ser encaminado a posteriores estudios para su aprovechamiento.

Tabla 2. Análisis proximal de las semillas de maracuyá

Parámetro	(g.100 g <sup>-1</sup> )
Humedad	7.80
Materia seca	92.2
Ceniza	1.70*
Extracto etéreo	27.6*
Fibra cruda	55.5*
Proteína	15.2*

\*Determinación basada sobre el contenido total de materia seca (bs)

## Extracción de aceite de semillas de maracuyá

En la Figura 2, se presenta la curva de extracción de aceite de semillas de maracuyá a presión y temperatura constante (275 bares - 50 °C). El porcentaje de aceite extraído fue de 22.23% transcurridos 450 minutos de extracción.

Teniendo en cuenta el rendimiento frente al tiempo de extracción se fijó en 150 minutos el tiempo para todo el diseño experimental, tiempo en el cual se recuperó más del 70% del aceite contenido en las semillas, debido a que es un criterio de trabajo, puesto que en la práctica industrial no se llega a agotar totalmente la materia prima dado a largos tiempos de extracción y los costos asociados a ello. Los resultados son comparables a los obtenidos mediante la técnica de extracción soxhlet que utiliza hexano o diclorometano, durante un tiempo de extracción de 8 h (Cerón, Osorio & Hurtado, 2012) y extracción con fluidos supercríticos asistido por ultrasonido (Barrales, Rezende & Martínez, 2015).

Este rendimiento de aceite extraído ha sido superior o mayor en diferentes casos debido a factores tales como técnicas de extracción combinadas, tipos de solventes, zona geográfica donde se cultiva la fruta, entre otros aspectos que influyen en la extracción de aceite, por ejemplo Malacrida & Neuza (2012), obtuvieron un rendimiento del 30.39% utilizando eter de petróleo en un extractor soxhlet por 6 h; Oliveira *et al.* (2016), evaluaron diferentes métodos de extracción como maceración en frío, extracción asistida por ultrasonido y extracción con CO<sub>2</sub> supercrítico. El mayor rendimiento de aceite fue el 27% con fluidos supercríticos. Zahedi & Azarpour (2011), obtuvieron un rendimiento del 25,76% de aceite extraído con fluidos supercríticos, utilizando CO<sub>2</sub> como solvente; mientras que Cardoso, Davantel & Gimenes (2013), utilizaron acetona en la extracción asistida por ultrasonido y obtuvieron un rendimiento de 23.8%.

Sin embargo Liu *et al.* (2012), extrajeron aceite de semillas de maracuyá por prensado mecánico y obtuvieron un rendimiento del 9,8%, inferior al obtenido en la presente investigación.

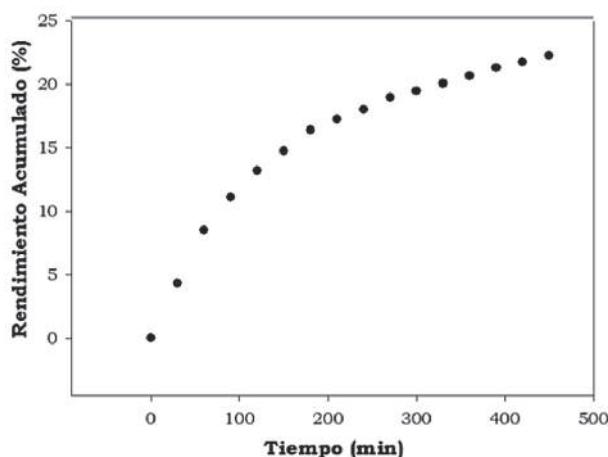


Figura 2. Cinética de extracción de aceite de semillas de maracuyá con CO<sub>2</sub> supercrítico a 275 bar y 50°C.

En la Figura 3, se muestra los resultados del efecto de la presión y la temperatura de extracción frente al rendimiento de aceite. El mayor porcentaje de aceite extraído de semillas de maracuyá se obtuvo en los niveles altos de presión y temperatura evaluados. Además en la Tabla 3, se muestran los resultados del análisis de varianza. Se puede observar que únicamente la presión influye significativamente sobre el rendimiento de aceite extraído de semillas de maracuyá ( $p<0,05$ ), ya que un aumento en la presión produce aumento de la densidad del CO<sub>2</sub> y a la vez un incremento de la solubilidad del aceite en el solvente. Este comportamiento se ha descrito en otros estudios (Duba & Fiori, 2015; Liu *et al.*, 2012). De tal manera que los resultados del análisis estadístico de la extracción con fluidos supercríticos demuestran que las mejores condiciones de extracción fueron 350 bares de presión y 60°C de temperatura.

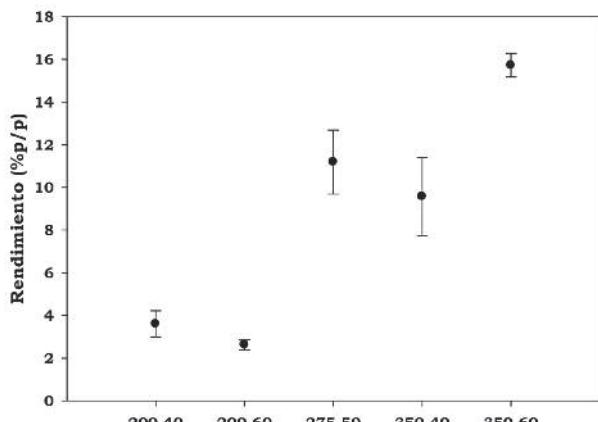


Figura 3. Resultados de rendimiento de aceite de semillas de maracuyá extraído con CO<sub>2</sub> supercrítico.

**Tabla 3.** Análisis de varianza para rendimiento de aceite de semillas de maracuyá extraído con  $\text{CO}_2$  supercrítico

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A: Presión	181,909	1	181,909	31,85	0,0008 <sup>a</sup>
B:Temperatura	13,4058	1	13,4058	2,35	0,1693
AB	25,4327	1	25,4327	4,45	0,0728
Bloques	0,0823363	1	0,0823363	0,01	0,9078
Error total	39,9748	7	5,71068		
Total (corr.)	260,804	11			

<sup>a</sup>Efecto estadísticamente significativo ( $p < 0.05$ )

### Características fisicoquímicas del aceite de semillas de maracuyá

La tabla 4 muestra los valores de los parámetros obtenidos de las propiedades fisicoquímicas del aceite de semillas de maracuyá. El aceite de semillas de maracuyá se comparó con los parámetros y rangos establecidos por el Codex Alimentarius para aceites vegetales comestibles y en especial con la norma establecida para aceite de semillas de uva (Codex Alimentarius, 2015). El valor del índice de acidez del aceite de semillas de maracuyá ( $2.56 \text{ mg.g}^{-1}$ ) se encuentra dentro de los parámetros permisibles de calidad de los aceites vegetales comestibles ( $< 4 \text{ mg KOH.g}^{-1}$ ). El índice de yodo obtenido para el aceite de semillas de maracuyá fue de  $108 \text{ mg.100 g}^{-1}$ , similar al aceite de ajonjolí, algodón y maíz (Codex Alimentarius, 2015). De acuerdo a la clasificación de los aceites según el índice de yodo, el aceite se clasifica como semi-secante (índice de yodo 100-120) y puede ser recomendado para uso en la elaboración de jabones, productos de limpieza y cosméticos (Leao *et al.*, 2012). El índice de saponificación del aceite de semillas de maracuyá fue de  $167 \text{ mg KOH.100 g}^{-1}$ , valor similar al encontrado para el aceite de colza o canola (Codex Alimentarius, 2015).

El índice de peróxido es uno de los parámetros de calidad establecidos para los aceites con un valor  $< 10 \text{ meq H}_2\text{O}_2\text{k}^{-1}$ , para lo cual el aceite de semillas de maracuyá cumple con dicho requisito ( $4.55 \text{ meq H}_2\text{O}_2\text{k}^{-1}$ ). Este parámetro indica el grado de peroxidación lipídica o rancidez que ha sufrido el aceite, lo cual indica que es un aceite de calidad. En general, los parámetros presentados en la Tabla 3, sugieren que el aceite obtenido muestra el potencial para su uso como un ingrediente para la industria alimentaria y cosmética, debido a que las características del aceite de semillas de maracuyá son similares a la de aceites comestibles o de uso en la industria cosmética.

**Tabla 4.** Propiedades fisicoquímicas del aceite de semillas de maracuyá extraído con  $\text{CO}_2$  supercrítico a 350 bar y 60°C

Parámetro	Aceite de semillas	
	Maracuyá	Uva (Codex 2015)
Densidad ( $\text{g.mL}^{-1}$ )	0.9316	0.920-0.926
Índice de Refracción	1.4741	1.467-1.477
Índice de Peróxido ( $\text{meq H}_2\text{O}_2\text{k}^{-1}$ )	4.55	< 10*
Índice de Saponificación ( $\text{mg KOH.100g}^{-1}$ )	167	188-194
Índice de Yodo ( $\text{g.100g}^{-1}$ )	108	128-150
Índice de Acidez ( $\text{mg.g}^{-1}$ )	2.56	< 4*

\* Valor establecido para todo aceite vegetal

### Composición de ácidos grasos

Entre los ácidos grasos identificados por cromatografía de gases (GC-FID) en el aceite de semillas de maracuyá se encontraron: ácido linoleico, ácido oleico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido linolénico y ácido palmitoleico, los cuales se indican en la Tabla 5. Se presenta el promedio de los resultados de todas las condiciones de extracción evaluadas. De acuerdo a los resultados obtenidos podemos afirmar que el ácido linoleico es el más abundante en el aceite de maracuyá extraído con fluidos supercríticos (67.0%), seguido por el ácido oleico (16.6%) y palmítico (14.5%) y en menor cantidad los ácidos esteárico (1.08%), linolénico (0.48%) y palmitoleico (0.08%). Similares resultados reportaron Cerón, Osorio & Hurtado (2012), en aceite de maracuyá obtenido mediante extracción soxhlet.

Del mismo modo y complementariamente, Zeraik *et al.*, (2010), reportaron la composición de ácidos grasos en el aceite de maracuyá en los siguientes rangos: ácido linoleico 55-66%, oleico 18-20%, palmítico 10-14% y linolénico 0.8-1%. El perfil de ácidos grasos encontrados en ésta investigación está compuesto por un 84% de ácidos grasos insaturados y un bajo porcentaje de ácidos grasos saturados, y posee una similar relación al aceite de maíz, girasol, germe de trigo, sésamo (Malacrida & Neuza, 2012) y de semillas de uva (Codex Alimentarius, 2015). Por lo tanto el alto contenido de ácidos grasos poliinsaturados hace del aceite de semillas de maracuyá un posible ingrediente para la industria alimentaria y cosmética.

**Tabla 5.** Composición de ácidos grasos promedio en aceite de semillas de maracuyá extraído con CO<sub>2</sub> supercrítico

Ácidos Grasos	Concentración (mg.mL <sup>-1</sup> )	%
Linoleico (C18:2)	112.48	67.53 ± 10.3
Oleico (C18:1)	31.74	16.33 ± 4.8
Palmítico (C16:0)	30.16	14.16 ± 6.1
Esteárico (C18:0)	1.43	1.29 ± 0.7
Linolénico (C18:3)	0.91	0.46 ± 0.2
Palmitoleico (C18:3)	0.28	0.23 ± 0.1
Insaturados	145.41	84.55
Saturados	31.59	15.45
Insat/Sat	4.60	5.47

## Componentes minoritarios

Con respecto a los componentes minoritarios en el aceite de semillas de maracuyá identificados mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS), se identificaron compuestos como campesterol, estigmasterol,  $\beta$ -sitosterol y lanosterol (Tabla 6), que hacen parte del grupo de los esteroles, similares a los resultados reportados por Da Silva & Neuza (2014). El contenido de esteroles totales en el aceite de semillas de maracuyá es similar al contenido de esteroles en los aceites de semillas de algodón y uva (Codex Alimentarius, 2015). Sin embargo en la presente investigación se identificó la presencia de escualeno (11.13 mg.mL<sup>-1</sup>), compuesto de gran importancia en la industria cosmética y farmacéutica debido a su uso como foto protector, humectante de la piel, en la producción de alimentos funcionales, fabricación de fármacos, antioxidante natural, entre otros (Gaforio *et al.*, 2015), el cual es un hidrocarburo insaturado de 30 átomos de carbono y 6 dobles enlaces, producto intermedio del colesterol. Siendo el aceite de maracuyá una fuente promisoria de escualeno, debido a que este compuesto no ha sido reportado en estudios anteriores de aceite de semillas de maracuyá. En este estudio no fue detectada la presencia de tocoferoles en el aceite de maracuyá.

**Tabla 6.** Composición de escualeno y esteroles promedio en aceite de semillas de maracuyá extraído con CO<sub>2</sub> supercrítico

Compuesto	Concentración (mg.mL <sup>-1</sup> )
Escualeno	11.13 ± 6.8
Campesterol	0.78 ± 0.3
Estigmasterol	2.43 ± 0.9
$\beta$ -sitosterol	2.58 ± 0.9
Lanosterol	0.58 ± 0.3
Esteroles Totales	6.36 ± 2.4

## Actividad antioxidante

El porcentaje de DPPH\* remanente luego de 9.17 minutos de reacción con el aceite de semillas de maracuyá fue de 36.39%, lo que indica que el aceite presenta actividad antioxidante que puede ser potencialmente útil en aplicaciones alimentarias y/o cosméticas. El EC<sub>50</sub> indica la cantidad necesaria de aceite para disminuir la concentración inicial de DPPH\* en un 50% y el T<sub>EC50</sub> el tiempo necesario en alcanzar el EC<sub>50</sub>. Este estudio arrojó un valor de EC<sub>50</sub> de 433.4 g aceite/g DPPH\* para el aceite de maracuyá, el cual se alcanza a un tiempo o T<sub>EC50</sub> de 8.70 minutos. Estos resultado son menores que los obtenidos en los aceites de nuez (1514.3 g aceite/g DPPH\*), almendras (712.2 g aceite/g DPPH\*), avellana (478.5 g aceite/g DPPH\*) y maní (1395.9 g aceite/g DPPH\*) (Arranz *et al.*, 2008). Según Sánchez, Larrauri & Saura (1997), la eficiencia anti-radical (AE) se clasifica en Baja (AE  $\leq$  1x10<sup>-3</sup>), Media (1x10<sup>-3</sup> < AE  $\leq$  5x10<sup>-3</sup>), Alta (5x10<sup>-3</sup> < AE  $\leq$  10x10<sup>-3</sup>) y Muy Alta (AE > 10x10<sup>-3</sup>) por lo tanto el aceite de semillas de maracuyá se clasifica en el grupo de mediana eficiencia antiradical. La Tabla 7, presenta los resultados de actividad antioxidante del aceite de semillas de maracuyá. Estos resultados preliminares muestran que el aceite de maracuyá posee propiedades antioxidantes. Sin embargo, se hace necesario la aplicación de otras técnicas para la confirmación de esta característica (ABTS,  $\beta$ -caroteno, etc). La propiedad antioxidante del aceite de semillas de maracuyá se puede ver favorecida por la presencia de compuestos como escualeno, conocido por ser compuestos con potencial antioxidante (Hurtado, Dorado & Sánchez, 2016).

**Tabla 7.** Eficiencia anti-radical de aceite de semillas de maracuyá extraído con CO<sub>2</sub> a 360 bar y 60°C

[Aceite] a	%[DPPH*] rem	Tiempo (min)	EC50 <sup>b</sup>	T <sub>EC50</sub>	EA
0.75	36.390	9.17			
0.50	58.767	8.50	433.40	8.70	2.31E-03
0.25	69.556	7.83			

<sup>a</sup>μL aceite/μL solución – <sup>b</sup>g aceite/g DPPH\*

## Conclusiones

La tecnología de extracción con fluidos supercríticos permitió obtener un aceite de maracuyá a partir de sus residuos agroindustriales (semillas) con un buen rendimiento y una calidad composicional de interés para la industria. Las mejores condiciones de extracción fueron 350 bar y 60°C con un rendimiento de 16%. Según la caracterización fisicoquímica y composicional, el aceite de semillas de maracuyá proveniente del departamento de Nariño cumple con los

parámetros de calidad permitidos por el Codex alimentarius y las normas técnicas colombianas para aceites de uso comestible o comercial; además posee características antioxidantes debido a la presencia de escualeno y fitoesteroles que lo hacen potencialmente interesante para la industria alimentaria, cosmética y/o farmacéutica.

## Agradecimientos

Al Fondo de Ciencia, Tecnología e Innovación del Sistema General de Regalías, Universidad de Nariño, INPADENA, ASPHONAR, Universidad Nacional de Colombia-Palmira e Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación del CSIC Madrid-España.

## Referencias

- Arranz, S., Cert, R., Pérez-Jiménez, J., Cert, A., & Saura-Calixto, F. (2008). Comparison between free radical scavenging capacity and oxidative stability of nut oils. *Food Chem*, 110(4), 985-990. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.03.021>
- Barrales, F., Rezende, C., & Martínez, J. (2015). Supercritical CO<sub>2</sub> extraction of passion fruit (*Passiflora edulis* sp.) seed oil assisted by ultrasound. *J Supercrit Fluid*, 104, 183-192. <http://dx.doi.org/10.1016/j.supflu.2015.06.006>
- Cardoso, R., Davantel, S., & Gimenes, M. (2013). The extraction of passion fruit oil with green solvents. *J Food Eng*, 117(4), 458-463. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.12.004>
- Cerón, A., Osorio, O., & Hurtado, A. (2012). Identificación de ácidos grasos contenidos en los aceites extraídos a partir de semillas de tres diferentes especies de frutas. *Acta Agron*, 61(2), 126-132.
- Christie, W. (1998). Gas chromatography-mass spectrometry methods for structural analysis of fatty acids. *Lipids*, 33(4), 343-353. <http://doi.org/10.1007/s11745-998-0214-x>
- Codex Alimentarius. (2015). Norma para aceites vegetales especificados- Codex stan 210. Normas internacionales de los alimentos, 1-14.
- Da Silva, A., & Neuza, J. (2014). Bioactive compounds of the lipid fractions of agro-industrial waste. *Food Res Int*, 66, 493-500. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2014.10.025>
- DANE-ENA. (2015). Encuesta Nacional Agropecuaria 2015. Bogotá, Colombia. p. 85.
- Duba, K., & Fiori, L. (2015). Supercritical CO<sub>2</sub> extraction of grape seed oil: Effect of process parameters on the extraction kinetics. *J Supercrit Fluid*, 98, 33-43. <http://dx.doi.org/10.1016/j.supflu.2014.12.021>
- Gaforio, J., Sanchez, C., Lopez, A., Ramires, M., & Warleta, F. (2015). Molecular aspects of squalene and implications for olive oil. In: Victor R. Preedy, V.R. &, Ross, W.R. (Eds.). The mediterranean diet. *An evidence - based approach*. pp-281-290. London, U.K. Elsevier Inc. <http://doi.org/10.1016/B978-0-12-407849-9.00026-9>
- Hurtado-Benavides, A., Dorado, A., & Sánchez-Camargo, A. (2016). Study of the fatty acid profile and the aroma composition of oil obtained from roasted Colombian coffee beans by supercritical fluid extraction. *J Supercrit Fluid*, 113, 44-52. <http://dx.doi.org/10.1016/j.supflu.2016.03.008>
- Leao, K., Sampaio, K., Pagani, A., & Da Silva, M. (2014). Odor potency, aroma profile and volatiles composition of cold pressed oil from industrial passion fruit residues. *Ind Crop Prod*, 58, 280-286. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.04.032>
- Liu, G., Xu, X., Gong, Y., He, L., & Gao, Y. (2012). Effects of supercritical CO<sub>2</sub> extraction parameters on chemical composition and free radical-scavenging activity of pomegranate (*Punica granatum* L.) seed oil. *Food Bioprod Process*, 90(3), 573-578. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fbp.2011.11.004>
- Londoño, P., Mieres-Pitre, A., & Hernández, C. (2012). Extracción y caracterización del aceite crudo de la almendra de durazno (*Prunus persica*). *Av Cien Ing*, 3(4), 37-46.
- Malacrida, C., & Neuza, J. (2012). Yellow passion fruit seed oil (*Passiflora edulis* F. *flavicarpa*): Physical and chemical characteristics. *Braz Arch Biol Technol*, 55(1), 127-134. <http://doi.org/10.1590/S1516-89132012000100016>
- Matthaus, B., & Ozcan, M. (2011). Determination of fatty acid, tocopherol, sterol contents and 1,2- and 1,3-diacylglycerols in four different virgin olive oil. *J Food Process Technol*, 2(117), 1-4. <http://doi.org/10.4172/2157-7110.1000117>
- Oliveira, D., Angonesea, M., Gomes, C., & Ferreira, S. (2016). Valorization of passion fruit (*Passiflora edulis* sp.) by-products: Sustainable recovery and biological activities. *J Supercrit Fluid*, 111, 55-62. <http://dx.doi.org/10.1016/j.supflu.2016.01.010>
- Sánchez, C., Larrauri, J., & Saura, F. (1997). A procedure to measure the antiradical efficiency of polyphenols. *J Sci Food Agric*, 76(2), 270-276. [http://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0010\(199802\)76:2<270::AID-JSFA945>3.0.CO;2-9](http://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0010(199802)76:2<270::AID-JSFA945>3.0.CO;2-9)
- Zahedi, G., & Azarpour, A. (2011). Optimization of supercritical carbon dioxide extraction of Passiflora seed oil. *J Supercrit Fluid*, 58(1), 40-48. <http://dx.doi.org/10.1016/j.supflu.2011.04.013>
- Zeraik, M., Pereira, C., Zuin, V., & Yariwake, J. (2010). Maracujá: un alimento funcional?. *Rev Bras Farmacogn*, 20(3), 459-471. <http://dx.doi.org/10.1590/S0102-695X2010000300026>