

# AVALIAÇÃO DE DIFERENTES MÉTODOS CROMATOGRÁFICOS NA DETERMINAÇÃO DE ÁCIDOS GRAXOS EM SEMENTES DE MARACUJÁ (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*)

ERNANI S. SANT'ANNA \*  
REGINA COELI O. TÔRRES \*\*  
ANNA CLAUDIA S. PORTO \*\*

Determinou-se a composição de ácidos graxos, por cromatografia em fase gasosa, do óleo da semente do maracujá amarelo (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*), em três diferentes tamanhos de frutos (tipo 1 = 12-15 cm; tipo 2 = 7-10 cm; tipo 3 = 5-6 cm). O rendimento das sementes em relação ao peso dos frutos para os tipos 1, 2 e 3 (5,18; 5,83 e 5,31%) e para a polpa dos tipos 1 e 3 (12; 17 e 12,67%) não apresentou diferença entre os tamanhos analisados, com exceção do tipo 2 (14,03%) para polpa que evidenciou maior rendimento. A composição em ácidos graxos do óleo da semente do maracujá amarelo, nos três diferentes tamanhos, mostrou predominância de ácidos graxos oléico e linoléico. O método mais adequado para a determinação da composição de ácidos graxos do óleo do maracujá foi o Cd 14c-94/coluna SP 2340 da American Oil Chemists' Society.

## 1 INTRODUÇÃO

Mais de 400 espécies de maracujá são encontradas na América do Sul e do Norte, na África e na Ásia, sendo a espécie *Passiflora edulis* a mais comumente comercializada.

Na América do Sul, além do Brasil, o Peru, o Equador e a Colômbia produzem frutos de casca amarela da variedade *flavicarpa*, principalmente para o processamento, sendo estes os maiores mercados produtores de

\* Professor Titular, Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, SC. (e-mail: ernanis@cca.ufsc.br).

\*\* Alunas de Pós-Graduação, Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos, UFSC, Florianópolis, SC.

suco de maracujá. Nos Estados Unidos, a Califórnia e a Flórida cultivam o maracujá roxo e o Havai produz o maracujá amarelo para concentrados. Na África e na Ásia a produção destina-se ao mercado local. A Nova Zelândia e a Malásia desempenham importante papel no mercado de concentrados (7).

O Brasil é o maior produtor mundial de maracujá, com produção anual de 172.290 toneladas (5). A Região Norte responde por 33% da produção, a Nordeste participa com 46,9% e a Sudeste com cerca de 20% (6). A cultura do maracujazeiro no Brasil evoluiu muito rapidamente nas últimas décadas. Até o início da década de 70, o país não figurava sequer entre os principais produtores desta frutífera. Porém, antes mesmo do final da referida década, o Brasil passou a ser o maior produtor e o maior exportador de suco concentrado de maracujá (6, 12).

No Estado de Santa Catarina, nos últimos anos, a cultura do maracujá amarelo vem apresentando impacto no aspecto sócio-econômico, devido ao alto retorno financeiro para pequenos e médios produtores. Em 1991, a área plantada era de  $\pm 30$  hectares, tendo sido estimado para 1997 área de 1000-1500 hectares. Com base nestes dados acredita-se numa superprodução e dentro deste quadro faz-se necessário a divulgação e transferência de novas tecnologias de processamento. Entretanto, especial atenção deve ser dada para a utilização econômica dos subprodutos do processamento do maracujá, uma vez que o volume deste resíduo industrial constitui-se em sério problema ambiental. Como subprodutos da industrialização da polpa de maracujá aparecem as cascas e as sementes, que representam aproximadamente 50 e 13%, respectivamente, da matéria-prima. As sementes do maracujá contêm 10% de proteína e 20% de óleo comestível, o qual é considerado melhor do que o óleo de algodão, em relação ao valor alimentar e digestibilidade (7).

MEDINA & TURATTI (1994) descreveram o óleo obtido a partir da semente de maracujá como sendo amarelo, de sabor agradável e odor suave, podendo ser usado para fins cosméticos, industriais e na alimentação animal e humana.

GAYDOU & RAMANOELINA (1983) pesquisando o perfil de ácidos graxos e esteróis do óleo da semente de maracujá, bem como seu provável uso na alimentação humana, avaliaram a qualidade dietética do óleo em ratos albinos. Como não foi observada nenhuma modificação no metabolismo afirmaram que este óleo pode ser usado para fins comestíveis.

MELO & ANDRADE (1996) também avaliaram o óleo da semente de maracujá para fins alimentícios. Mediante testes sensoriais com frituras e salada de verduras comprovaram qualidade superior em relação a alguns óleos comestíveis (soja, algodão e girassol) e recomendaram o emprego do óleo da semente de maracujá amarelo na alimentação humana.

O presente trabalho teve por objetivo determinar a composição em ácidos graxos da semente do maracujá amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*), de três diferentes tamanhos, utilizando diferentes metodologias cromatográficas.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 MATERIAL

Foram usadas sementes de maracujá amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*), provenientes da Cooperativa Agropecuária de Jacinto Machado - Jacinto Machado (SC), em três diferentes tamanhos de frutos, ou seja, tipo 1 (12-15 cm de diâmetro), tipo 2 (7-10 cm de diâmetro) e tipo 3 (5-6 cm de diâmetro), sendo cada lote com 20 unidades.

As sementes foram lavadas para remoção da polpa e posteriormente secas em estufa com circulação de ar (FABBE, modelo 170) a 45 °C por 24 horas. Posteriormente foram trituradas (granulometria de 20 mesh) e o óleo extraído com hexano e evaporação do solvente. O óleo obtido foi acondicionado em vidros e estocado em temperatura ambiente.

### 2.2 MÉTODOS

A determinação da composição em ácidos graxos foi efetuada em cromatógrafo a gás HP 5890, Integrador 3393 A. Os métodos da American Oil Chemists' Society (AOCS) Cd 14c-94 (1994) em coluna SP 2340 - 60 m x 0,25 mm ID x 0,20 µm; AOCS Cd 14c-94 (1994) em coluna Carbowax 20M (50 m x 0,20 mm x 0,20 µm); AOCS Cd 1f-96 (1994) em coluna Carbowax 20M (50 m x 0,20 mm x 0,20 µm) e o método descrito por CORRÊA *et al.* (1994) em coluna Carbowax 20M foram utilizados para as amostras tipo 1 e o AOCS cd 14c-94 (1) para as amostras tipo 2 e 3.

#### ▪ Condições Cromatográficas

No método AOCS Cd 14c-94/Coluna SP 2340 empregou-se temperatura do detector de 270 °C e do injetor de 250 °C, com a seguinte programação: temperatura inicial = 165 °C (15 min) e incremento de 5 °C/min até temperatura final = 200 °C (6 min). Gás de arraste hidrogênio ultra-puro, vazão 1,2 mL/min a 20 psi.

O método AOCS Cd 14c-94/Coluna Carbowax 20M prevê temperatura do detector de 270 °C e a do injetor de 250 °C, com programação conforme segue: temperatura inicial = 165 °C (15 min) e incremento de 5 °C/min até

temperatura final = 200 °C (6 min). Gás de arraste hidrogênio ultra-puro, vazão 1,2 mL/min a 30 psi.

No método AOCS Cd 1f-96/Coluna Carbowax 20M são empregadas as seguintes condições: temperatura do detector e injetor de 250 °C, temperatura da coluna em processo isotérmico de 192 °C, gás de arraste hidrogênio ultra-puro, vazão de 1,2 mL/min a 30 psi.

Segundo a metodologia utilizada por CORRÊA *et al.* (1994) as condições de análise são: temperatura do detector de 220 °C e do injetor de 110 °C. Temperatura inicial de 110 °C, durante 1 minuto seguida de aquecimento de 10 °C/min até 170 °C (2 min), aquecimento de 1,5 °C/min até 173 °C e aquecimento de 1 °C/min até 180 °C (7 min). Gás de arraste He (1,89 mL/min a 30 psi).

#### ▪ **Preparação dos ésteres metílicos**

Pesaram-se 4 g da fase oleosa em balão de destilação de 125 mL. Após adição de 5 mL de solução alcoólica de hidróxido de potássio 0,5N colocou-se o balão em refluxo por 3 minutos. Adicionaram-se ao balão ainda quente, 15 mL da solução cloreto de amônio/ácido sulfúrico em metanol (16 g de cloreto de amônio, 480 mL de metanol e 24 mL de ácido sulfúrico concentrado) e colocou-se o balão novamente em refluxo por três minutos. Após a amostra ter esfriado foi adicionado 10 mL de heptano. A mistura obtida foi transferida para funil de separação de 60 mL, agitando-se o funil vigorosamente por 15 segundos. A fase foi extraída com heptano e filtrada através de papel filtro com  $\pm 3$  g de sulfato de sódio anidro. A fase do heptano foi transferida para frasco de 5 mL com tampa e injetado 1  $\mu$ L no cromatógrafo (HARTMAN & LAGO, 1973).

### **3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

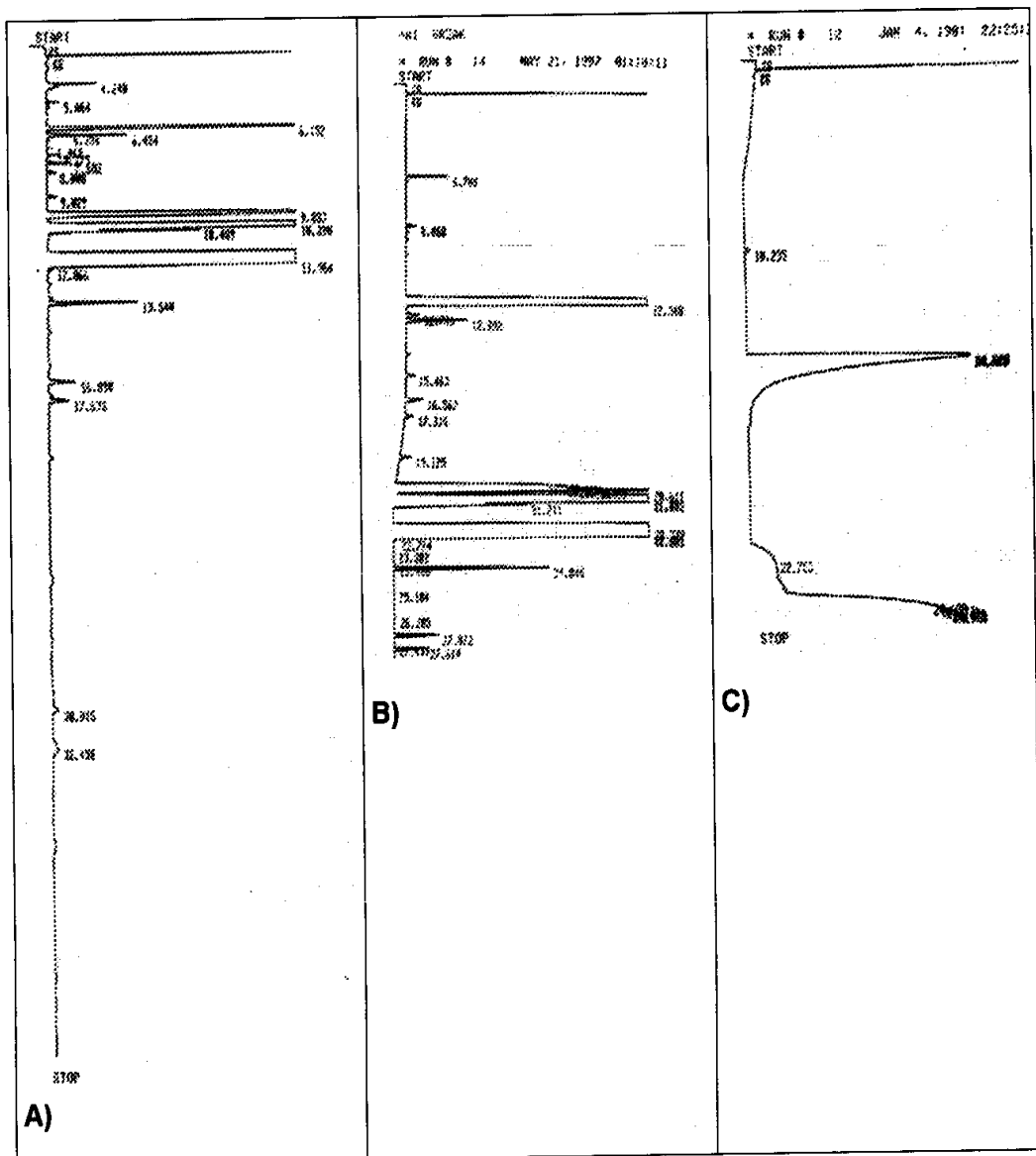
O rendimento (média = 20) das sementes em relação ao peso bruto dos frutos não apresentou diferença entre os tipos 1, 2 e 3 (tamanho do fruto), com valores de 5,18; 5,83 e 5,31%, respectivamente.

Para as sementes em relação à polpa, o tipo 2 (14,03%) obteve o maior rendimento, enquanto que os tipos 1 (12,17%) e 3 (12,67) foram semelhantes entre si.

Na amostra tipo 1, o método que melhor separou os ésteres metílicos foi o AOCS Cd 14c-94/Coluna SP 2340. Os métodos AOCS Cd 14c-94, AOCS Cd 1f-96 e o método descrito por CORRÊA *et al.* (2), todos utilizando

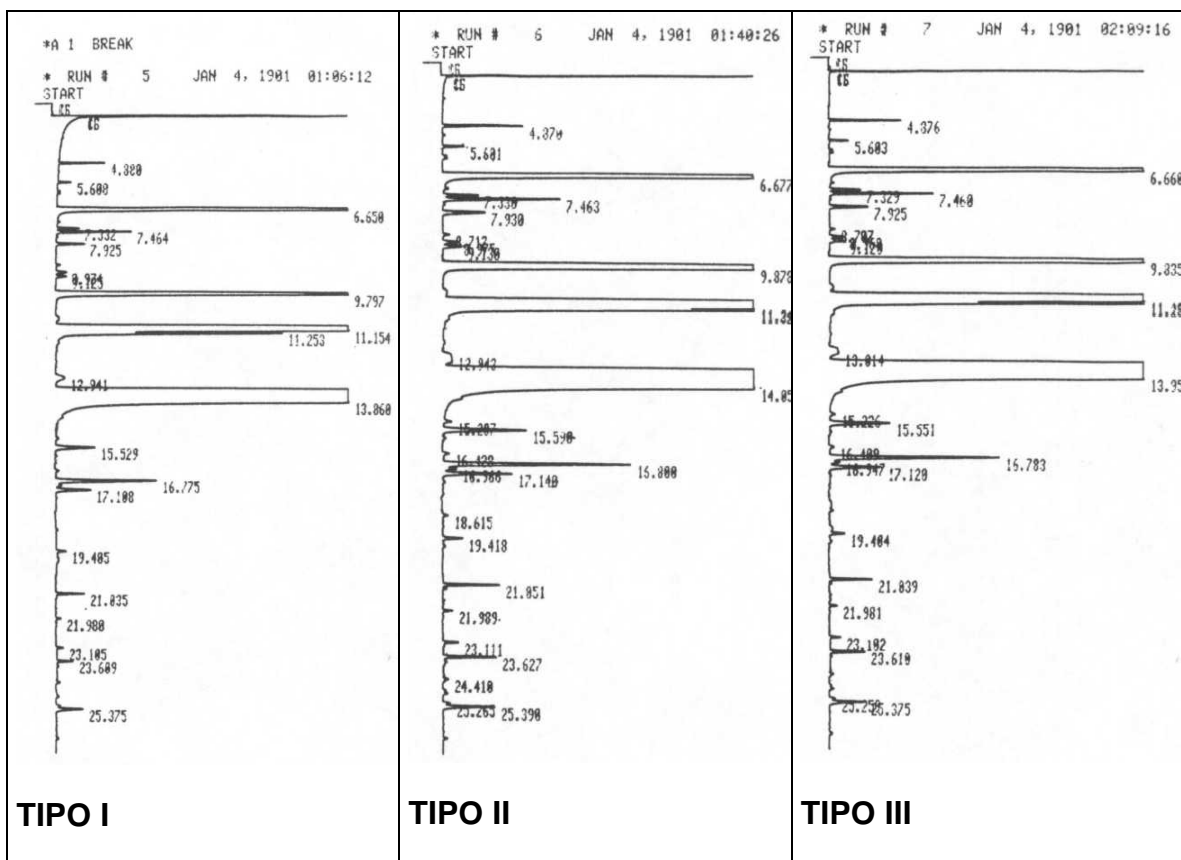
colunas Carbowax 20M, não apresentaram separação definida e/ou reprodução dos picos característicos (Figura 1).

**FIGURA 1 - CROMATOGRAMAS DO ÓLEO DA SEMENTE DE MARACUJÁ AMARELO (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) DA AMOSTRA TIPO 1 (12 A 15 cm DE DIÂMETRO) DETERMINADOS PELOS MÉTODOS: AOCS Cd 1F-96 (A); AOCS Cd 14C-94 (B); AOCS Cd 14-94, EM COLUNA CARBOVAX 20 M**



A análise cromatográfica das amostras tipo 2 e 3 foram efetuadas apenas através do método AOCS Cd 14c-94/coluna SP 2340 por ter sido considerado o método mais satisfatório (Figura 2).

**FIGURA 2 - CROMATOGRAMAS DO ÓLEO DA SEMENTE DE MARACUJÁ AMARELO (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) NAS AMOSTRAS TIPO 1 (12-15 cm DE DIÂMETRO); TIPO 2 (7-10 cm DE DIÂMETRO) E TIPO 3 (5-6 cm DE DIÂMETRO) PELO MÉTODO AOCS Cd 14c-94 EM COLUNA SP 2340**



A composição em ácidos graxos do óleo de semente de maracujá (Tabelas 1 e 2) evidenciou predominância de ácidos graxos insaturados (oléico e linoléico).

PONTES *et al.* (1989) em estudos para o aproveitamento dos subprodutos do maracujá, avaliando o teor de ácidos graxos das sementes, encontraram os seguintes valores: ácido palmítico 11,0%, ácido esteárico (C18) 2,80%, ácido oléico 17,5% e linoléico 68,70%.

**TABELA 1 - COMPOSIÇÃO EM ÁCIDO GRAXO (%) DO ÓLEO DA SEMENTE DE MARACUJÁ AMARELO (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) DA AMOSTRA TIPO 1 (12-15 cm DE DIÂMETRO), DETERMINADA POR TRÊS MÉTODOS**

ÁCIDOS GRAXOS	AMOSTRA TIPO 1		
	AOCS Cd 1f-96 Carbowax 20M	AOCS Cd 14c-94 SP 2340	AOCS Cd 14-94 Carbowax 20M
C14:0	0,10	0,07	0,07
C16:0	10,73	10,94	10,79
C16:1,17	0,42	0,37	0,42
C18:0	2,77	2,75	2,76
C18:1c	15,00	15,11	14,98
C18:1t	-	-	-
C18:2c	70,01	69,67	70,06
C18:2t	-	0,09	-
C18:3c	0,41	0,41	0,41
C18:3t	-	-	0,02
C20:0	0,17	0,17	0,17
C20:1	0,13	0,13	0,13
C22:0	0,07	0,07	-
C22:1	-	0,01	-
C24:0	-	0,09	-
Total Trans	-	0,09	0,02
Ác. Saturados	13,84	14,09	13,79
Ác. Monoinsaturados	15,55	15,62	15,53
Ác. Polinsaturados	70,42	70,08	70,47

(-) não detectado.

PRASAD (1980), analisando óleo de sementes de maracujá, obteve para os ácidos palmítico 11,0%, esteárico 2,0%, oléico 14,0%, linoléico 73,5% e para linolênico e araquídico traços.

Os percentuais encontrados neste trabalho, para as amostras tipo 1, 2 e 3, mostram valores de ácido palmítico semelhantes aos encontrados por PRASAD (1980) e PONTES *et al.* (1989).

Os teores de ácido linoléico e esteárico encontrados foram semelhantes aos obtidos por PONTES *et al.* (1989). Porém, quando comparados aos valores verificados por PRASAD (1980) apresentaram-se menores para o ácido linoléico e maiores para o ácido esteárico.

O ácido oléico apresentou valores inferiores nos três tipos de amostras analisadas em relação aos valores reportados por PONTES *et al.* (1989) e semelhantes aos valores obtidos por PRASAD (1980).

**TABELA 2 - COMPOSIÇÃO EM ÁCIDO GRAXO (%) DO ÓLEO DA SEMENTE DE MARACUJÁ AMARELO (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) DAS AMOSTRAS TIPO 2 E 3 (7-10 E 5-6 cm DE DIÂMETRO), PELO MÉTODO AOCS CD 14C-94/COLUNA SP 2340**

ÁCIDOS GRAXOS	AMOSTRA TIPO 2	AMOSTRA TIPO 3
C14:0	0,08	0,07
C16:0	11,24	10,58
C16:1,17	0,38	0,38
C18:0	3,09	3,04
C18:1c	15,35	15,30
C18:1t	-	-
C18:2c	68,68	69,39
C18:2t	0,03	0,08
C18:3c	0,39	0,46
C18:3t	0,02	0,01
C20:0	0,18	0,18
C20:1	0,13	0,13
C22:0	0,08	0,07
C22:1	0,01	0,01
C24:0	0,09	0,08
Total Trans	0,05	0,09
Ác. Saturados	14,76	14,02
Ác. Monoinsaturados	15,87	15,82
Ác. Polinsaturados	69,07	69,85

(-) não detectado.

#### 4 CONCLUSÃO

A metodologia mais adequada para a determinação da composição de ácidos graxos foi AOCS Cd 14c-94/coluna SP2340, por apresentar a melhor resolução cromatográfica.



Utilizando o método AOCS Cd 14c-94/coluna Carbowax 20M os resultados foram semelhantes ao acima citado, não ocorrendo separação cromatográfica entre os picos C16 e C18 nem reprodução dos picos característicos de C22 e C24.

Com o método AOCS Cd 1f-96/coluna Carbowax 20M os resultados também foram semelhantes, não havendo reprodução do pico característico de C24.

O método de CORRÊA *et al.* (1994) empregando coluna Carbowax 20M não apresentou separação satisfatória dos ácidos graxos de óleo de semente de maracujá amarelo.

### Abstract

Fatty acids composition was determined in three different sizes (type 1=12-15 cm; type 2=7-10 cm; type 3=5-6cm) of yellow passion fruit (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*) oil using gas chromatography. The seed yield in terms of fruit weight to types 1, 2 and 3 (5,18; 5,83 and 5,31%) and fruit pulp to types 1 and 3 (12,17 and 12,67%) didn't present differences between the sizes analyzed with the exception of fruit pulp type 2 (14,03%) that showed the highest yield. The fatty acids composition of yellow passion fruit oil, in three different sizes, showed a predominance of oleic and linoleic acids. The more suitable methodology for passion fruit oil fatty acids determination was AOCS Cd 14c-94/column SP 2340.

### REFERÊNCIAS

- 1 AOCS. American Oil Chemists' Society. **Official methods and recommended practices of the AOCS**. 4<sup>th</sup> ed. Champaign, 1994. (Additions and revisions 1996-1997).
- 2 CORRÊA, N.C.F.; MEIRELES, M.A.A.; FRANÇA, L.F.; ARAÚJO, M.E. *et al.* Extração de óleo da semente de maracujá (*Passiflora edulis*) com CO<sub>2</sub> supercrítico. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 14 (Supl.), p. 29-37, dez. 1994.
- 3 GAYDOU, E.M.; RAMANOELINA, A.R.P. Valorisation des sous-produits de l'industrie du jus des fruits de grenadille: composition en acides gras et en stérols de l'huile des graines. **Fruits**, v. 38, n. 10, p. 1-10, 1983.
- 4 HARTMAN, L.; LAGO, R.C.A. Rapid preparations of fatty acid methyl esters from lipids. **Laboratory Practice**, v. 22, n. 8, p. 475-476, 1973.

- 5 IBGE. INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. **Anuário estatístico do Brasil**. Rio de Janeiro, 1990. v. 50, p. 3.3-3.25. (Secção 3 - Aspectos das Atividades Agropecuárias e Extração Vegetal).
- 6 LIMA, A.A. **A pesquisa no Brasil com a cultura do maracujá**. Cruz das Almas: EMBRAPA-CNPMF, 1994. 14 p. (EMBRAPA-CNPMF. Documentos, 55).
- 7 MANICA, I. **Fruticultura tropical: maracujá**. São Paulo: Agronômica Ceres, 1981. 160 p.
- 8 MEDINA, J.C.; TURATTI, J.M. Processamento: produtos, caracterização e utilização - subprodutos. *In*: MARACUJÁ: cultura, matéria-prima, processamento e aspectos econômicos. Campinas: ITAL, 1994.
- 9 MELO, H. C.; ANDRADE, A.R.D. Caracterização do óleo da semente de maracujá para fins alimentícios. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS, 15., 1996. **Anais...** Poços de Caldas, 1996.
- 10 PONTES, M.A.N. *et al.* Estudos dos subprodutos do maracujá (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa* Deg.): III. Obtenção do óleo e da torta. **Boletim do CEPPA**, v. 7, n. 1, p. 23-321, 1989.
- 11 PRASAD, J. Pectin and oil passion fruit waste. **Fiji Agricultural Journal**, v. 42, p. 45-48, 1980.
- 12 RUGGIERO, C. *et al.* **Maracujá para exportação: aspectos técnicos de produção**. Brasília: EMBRAPA, Ministério da Agricultura e Abastecimento e Reforma Agrária. Secretaria do Desenvolvimento Rural. Programa de Apoio à Produção e Exportação de Frutas, Hortaliças, Flores e Plantas Ornamentais, 1996. 64 p.