

## **Extração, caracterização e avaliação do potencial antioxidante do óleo fixo de semente de maracujá amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*)**

Extraction, characterization and evaluation of the antioxidant potential of fixed yellow passion fruit seed oil (*Passiflora edulis f. flavicarpa*)

Extracción, caracterización y evaluación del potencial antioxidante del aceite fijo de la semilla de maracuyá amarilla (*Passiflora edulis f. flavicarpa*)

Recebido: 15/02/2023 | Revisado: 27/02/2023 | Aceitado: 01/03/2023 | Publicado: 07/03/2023

### **João Vitor Vicente da Silva**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6321-2914>  
Universidade Federal do Estado do Rio de Janeiro, Brasil  
E-mail: joao.vicente@edu.unirio.br

### **Paula de Miranda Costa Maciel**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1490-4305>  
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro, Brasil  
E-mail: paula.maciel@ifrj.edu.br

### **Eduardo Rodrigues da Silva**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8649-6304>  
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro, Brasil  
E-mail: eduardo.rodrigues@ifrj.edu.br

### **Rosana Candida Macedo**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9090-7444>  
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro, Brasil  
E-mail: rosana.macedo@ifrj.edu.br

### **Ana Lucia da Anunciação Santiago**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3261-3421>  
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro, Brasil  
E-mail: analuci22ass@gmail.com

### **Debora Lopes Emerich Pereira**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3876-3524>  
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro, Brasil  
E-mail: debora.emerich29@gmail.com

### **Murilo Marinho de Castro Lima**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1007-6661>  
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro, Brasil  
E-mail: murilo.lima@ifrj.edu.br

### **Meire Jéssica Azevedo Ferreira**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2972-4227>  
Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil  
E-mail: meire@eq.ufrj.br

### **Resumo**

O maracujá amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) é um fruto tropical originário do Brasil, sendo este país o maior mercado consumidor e produtor, responsável por cerca de 90% da produção mundial. Apesar da importância econômica deste fruto, associada a utilização de sua polpa como matéria-prima para a indústria alimentícia, cerca de 65% do peso total do fruto não é utilizado, com sementes e cascas sendo descartadas. O óleo fixo extraído da semente de maracujá é rico em minerais, tocoferóis, carotenoides, polifenóis, tri-/di-/monoglicerídeos e ácidos graxos essenciais, características de destaque para diversas indústrias. Nesse contexto, o presente trabalho teve como objetivos: extrair o óleo da semente do maracujá; caracterizar seus componentes graxos por Ressonância Magnética Nuclear e Cromatografia Líquida de Alta Eficiência acoplada a Espectrometria de Massas Sequencial; avaliar a atividade antioxidante, índice de acidez e acidez em ácido oleico. O óleo extraído neste trabalho apresentou composição química similar a prevista na literatura para os ácidos graxos: ácido linoleico (43,6-49,15%), seguida pelos ácidos oleico (13,8-16,12%), esteárico (21,76-26,5%), palmítico (11,28-13,8%), e linolênico (1,6-2,3%). Além disso, apresentou acidez ( $0,51 \pm 0,04$  -  $1,73 \pm 0,02$  %) e índice de acidez ( $1,03 \pm 0,42$  -  $3,44 \pm 0,04$  mg KOH/g) dentro do estipulado pela legislação brasileira para óleos brutos; em relação ao seu potencial antioxidante, o extrato acetônico ( $72,67 \pm 2,02$  %) apresentou maior atividade quando comparado ao hexânico ( $42,18 \pm 0,185$  %). Os resultados sugerem

que o óleo de semente de maracujá é um óleo vegetal de alta qualidade com possível aplicabilidade como aditivo alimentar ou em produtos cosméticos e farmacêuticos.

**Palavras-chave:** Maracujá; *Passiflora edulis f. flavicarpa*; Óleo fixo; Semente; Ácidos graxos; Potencial antioxidante.

### Abstract

The yellow passion fruit (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) is a tropical fruit originating in Brazil, this country being the largest consumer and producer market, responsible for about 90% of world production. Despite the economic importance of this fruit, associated with the use of its pulp as a raw material for the food industry, about 65% of the total weight of the fruit is not used, with seeds and peels being discarded. The fixed oil extracted from the passion fruit seed is rich in minerals, tocopherols, carotenoids, polyphenols, tri-/di-/monoglycerides and essential fatty acids, outstanding characteristics for several industries. In this context, the present work had as objectives: to extract the oil from the passion fruit seed; to characterize its fatty components by Nuclear Magnetic Resonance and High-Performance Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry; evaluate the antioxidant activity, acidity index, and acidity in oleic acid. The oil extracted in this work presented a chemical composition similar to that predicted in the literature for fatty acids: linoleic acid (43.6-49.15%), followed by oleic acid (13.8-16.12%), stearic acid (21.76-26.5%), palmitic (11.28-13.8%), and linolenic (1.6-2.3%). In addition, it presented acidity ( $0.51 \pm 0.04$  -  $1.73 \pm 0.02\%$ ) and acidity index ( $1.03 \pm 0.42$  -  $3.44 \pm 0.04$  mg KOH/g) within the stipulated by Brazilian legislation for crude oils; regarding its antioxidant potential, the acetone extract (72.67±2.02%) showed greater activity when compared to the hexane extract (42.18±0.185%). The results suggest that passion fruit seed oil is a high-quality vegetable oil with possible applicability as a food additive or in cosmetic and pharmaceutical products.

**Keywords:** Passion fruit; *Passiflora edulis f. flavicarpa*; Fixed oil; Seed; Fatty acids; Antioxidant potential.

### Resumen

La maracuyá amarilla (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) es una fruta tropical originaria de Brasil, mayor mercado consumidor y productor, responsable de cerca del 90% de la producción mundial. A pesar de la importancia económica de este fruto, asociada al uso de su pulpa como materia prima para la industria alimentaria, cerca del 65% del peso total del fruto no se aprovecha, descartándose semillas y cáscaras. El aceite fijo extraído de la semilla de maracuyá es rico en minerales, tocoferoles, carotenoides, polifenoles, tri-/di-/monoglicéridos y ácidos grasos esenciales, características sobresalientes para diversas industrias. En este contexto, el presente trabajo tuvo como objetivos: extraer el aceite de la semilla de maracuyá; caracterizar sus componentes grasos por Resonancia Magnética Nuclear y Cromatografía Líquida de Alta Resolución acoplada a EM en tándem; evaluar la actividad antioxidante, índice de acidez y acidez en ácido oleico. El aceite extraído en este trabajo presentó una composición química similar a la prevista en la literatura para los ácidos grasos: ácido linoleico (43,6-49,15%), oleico (13,8-16,12%), ácido esteárico (21,76-26,5%), palmítico (11,28-13,8%) y linoléico (1,6-2,3%). Además, presentó acidez ( $0,51 \pm 0,04$  -  $1,73 \pm 0,02\%$ ) e índice de acidez ( $1,03 \pm 0,42$  -  $3,44 \pm 0,04$  mg KOH/g) dentro de lo estipulado por la legislación brasileña para crudos; sobre su potencial antioxidante, el extracto de acetona (72,67±2,02%) mostró mayor actividad en comparación con el extracto de hexano (42,18±0,185%). Los resultados sugieren que el aceite de semilla de maracuyá es un aceite vegetal de alta calidad con posible aplicabilidad como aditivo alimentario o en productos cosméticos y farmacéuticos.

**Palabras clave:** Maracuyá; *Passiflora edulis f. flavicarpa*; Aceite fijo; Semillas; Ácidos grasos; Potencial antioxidante.

## 1. Introdução

O maracujá é um fruto amplamente consumido no mundo, sendo o Brasil o principal produtor, responsável por cerca de 90% da produção mundial. Apesar de existirem diversas variedades desse fruto, o maracujá amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) destaca-se por ser a de maior comercialização (Purohit *et al.*, 2021). No processo de industrialização do maracujá, há o aproveitamento quase que exclusivo da polpa para a fabricação de diversos produtos, como o suco de maracujá, o terceiro maior em produção no país, ficando atrás somente dos sucos de laranja e caju. No entanto, as partes não comestíveis do fruto, apesar de apresentarem propriedades singulares, são comumente descartadas, o que acarreta em um grande desperdício (Cunha & Cattelan, 2019).

A casca do maracujá, que inclui a parte branca (albedo) e a pigmentada (flavedo), em conjunto com as sementes, constituem cerca de metade do peso total do fruto maduro (54,3%) e, geralmente, são descartadas pela indústria como resíduos de produção, apesar da composição química bioativa que possuem. Por ser rica em minerais e fibras solúveis (especialmente

em pectina), a casca possui grande potencial para agregar valor nutricional aos alimentos. A farinha do albedo, por exemplo, apesar de subutilizada, pode ser aproveitada para o enriquecimento nutricional de produtos cárneos (Moura *et al.*, 2021).

A semente do maracujá é também um subproduto de alto valor agregado. Elas são ricas em fibras, minerais, lipídeos e proteínas. Os lipídeos provenientes das sementes são considerados boas fontes de ácidos graxos essenciais, que podem ser utilizados nas indústrias alimentícia, farmacêutica e cosmética (Santos *et al.*, 2021; Rezvankhah *et al.*, 2019). Além das sementes desidratadas, que podem ser aproveitadas no desenvolvimento de formulações com ação esfoliante (Cordeiro *et al.*, 2016), o óleo fixo, por apresentar composição química semelhante ao óleo de girassol, pode também ser extraído e aproveitado no desenvolvimento de formulações para uso tópico (Cordeiro, 2012).

Os óleos fixos íntegros são as matérias-primas de composição principal dos cosméticos naturais, uma vez que conferem emoliência, hidratação e textura suave ao produto, além de proporcionar nutrição da pele e cabelos devido à presença de vitaminas e sais minerais com propriedades funcionais. Os principais componentes graxos nos óleos vegetais são o ácido oleico ( $\omega$ -9), linoleico ( $\omega$ -6) e linolênico ( $\omega$ -3) (Matos *et al.*, 2015). Tanto o ácido linoleico quanto o ácido linolênico podem ser utilizados para cicatrização de feridas e regeneração cutânea. Por não ser possível a síntese desses compostos no organismo humano, por conta da necessidade da enzima delta 9-dessaturase, são denominados como ácidos graxos essenciais (AGE) (Perini *et al.*, 2010).

O  $\omega$ -6 é um dos principais ácidos graxos do óleo da semente de maracujá (55-66%), seguido pelo  $\omega$ -9 (18-20%), ácido palmítico (10-14%), ácido esteárico (2-3%) e  $\omega$ -3 (0,8-1%). Em relação aos compostos minoritários, observa-se a presença de  $\gamma$ - e  $\delta$ -tocoferol (vitamina E) e polifenóis, que conferem efeito antioxidante (Leonel *et al.*, 2000).

Os ácidos graxos (AGs) possuem três funções básicas e essenciais no organismo animal, que são: i) atuar como precursores de mensageiros intracelulares; ii) compor estruturas de membranas biológicas; iii) como fonte de energia através da geração de adenosina trifosfato (Manhezi *et al.*, 2008). Desde o início da década de 1990, os AGE e triglicerídeos são utilizados no Brasil na prevenção de lesões por pressão no âmbito hospitalar, apresentando um aumento em seu consumo nos anos 2000, com a entrada de diversas marcas no mercado brasileiro. Estes produtos apresentam indicação, segundo as suas respectivas bulas, para o tratamento e prevenção de todos os tipos de lesões, como úlceras por pressão, úlcera venosa de estase, com ou sem infecção (Ferreira *et al.*, 2012).

O  $\omega$ -6 apresenta diversas funções na modulação do sistema imunológico, como por exemplo: i) indução da granulação do leito da ferida, estimulando a cicatrização; ii) regulação da produção de colagenase e influência na quimiotaxia de macrófagos; iii) ação antimicrobiana, inibindo o crescimento de algumas espécies bacterianas, como o *Staphylococcus aureus*. O  $\omega$ -6 também é precursor do ácido araquidônico que dá origem a diversas moléculas essenciais para o processo inflamatório e cicatricial (Rosa *et al.*, 2021).

O  $\omega$ -3 é um dos ácidos graxos mais encontrados na epiderme, sendo um constituinte relevante do fator de hidratação natural da pele. Ele promove a nutrição celular e, assim como o  $\omega$ -6, possui ação antimicrobiana. Estudos recentes sugerem a aplicação do  $\omega$ -3 como preventivo e adjuvante no tratamento de *photoaging*, câncer de pele, dermatites, hiperpigmentação e feridas cutâneas (Huang *et al.*, 2018). O  $\omega$ -9, um dos componentes majoritários do óleo fixo da semente de maracujá, comumente presente em preparações farmacêuticas e cosméticas, como sabões, sabonetes e emulsões, confere propriedades emolientes, sobreengordurantes e de promoção de penetração e permeação cutânea (Souza *et al.*, 2022).

O ácido palmítico é um importante constituinte, em conjunto com o colesterol e ceramidas, do componente lipofílico da barreira existente na epiderme, protegendo-a contra a permeação de substâncias externas, e está presente em 99% das formulações cosméticas. Já o ácido esteárico é componente do estrato córneo e faz parte da composição de cerca de 92 a 96% das formulações (Aziz *et al.*, 2021). Em razão da presença desses componentes, os óleos vegetais possuem uma importante aplicação na dermatologia para o tratamento de diversas doenças cutâneas, como dermatite atópica, psoríase, xerosis, entre

outras condições devido às suas características nutritivas, emolientes, oclusivas, hidratantes e antibacterianas (Sarkar *et al.*, 2017).

O óleo fixo das sementes de maracujá possui composição de ácidos graxos similar ao de girassol, que é amplamente utilizado na indústria alimentícia, farmacêutica e cosmética. (Telles, 2006). Sua atribuição na produção de cosméticos está relacionada à promoção da hidratação e tratamento de escaras, características principalmente atribuídas aos AGE, presentes em grande quantidade na pele, mediando o controle da permeabilidade à água e acelerando o processo de cicatrização de lesões (Castro *et al.*, 2021).

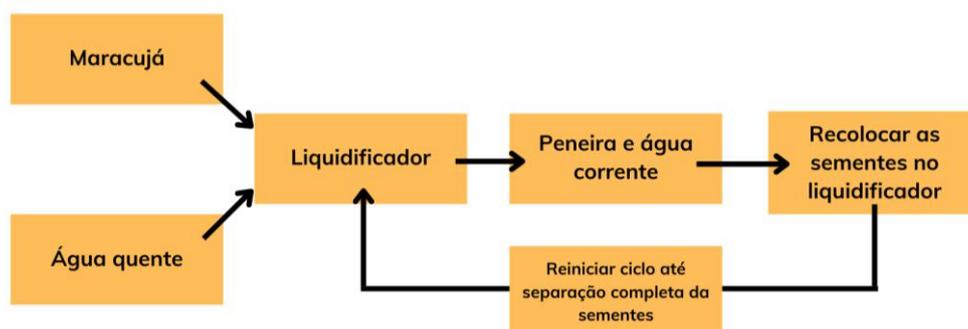
Face ao exposto, o presente trabalho teve como objetivos realizar a extração química do óleo das sementes do maracujá e avaliar suas características físico-químicas e antioxidante, com o intuito de prever a aplicação deste óleo fixo em formulações tópicas para o tratamento de feridas, uma vez que a presença de um alto teor de ácidos graxos e outras substâncias (tocoferol, ácido ascórbico, betacaroteno, cálcio, flavonoides, fósforo e potássio) sugerem que este óleo tenha um grande potencial de ação regeneradora e cicatrizante (Souza *et al.*, 2022).

## 2. Metodologia

### 2.1 Obtenção e preparo prévio das amostras

Os frutos maduros foram obtidos em comércio local no município do Rio de Janeiro, de agosto de 2021 a março de 2022. O método da separação das sementes do arilo (involucro) foi adaptado das metodologias descritas por Silva (2017) e Oliveira (2020). Em um liquidificador doméstico (Philips Walita, PowerChop 600 W) foram adicionados 600 mL de água potável pré-aquecida até ebulição branda e o conteúdo de quatro maracujás (referentes a sementes, arilo e polpa). Em sequência, 4 ciclos completos de agitação foram realizados até separação completa da semente, cada ciclo com 10 pulsos de 4 segundos (Figura 1). Ao final de cada ciclo, o conteúdo do liquidificador foi transferido para uma peneira e lavado com água corrente pressionando as sementes contra a peneira. Após a separação, as sementes foram armazenadas em congelador doméstico a 4°C (Electrolux, DF42), sendo retiradas 48 horas antes da realização da extração do óleo para um processo de descongelamento natural à temperatura ambiente (25°C) e secagem em estufa (SP Labor, SP-100) a 105°C durante 30 minutos, sendo em seguida trituradas em liquidificador industrial (Tron master, 350 W) até formação de granulado grosseiro.

**Figura 1** – Fluxograma correspondente a um ciclo para a obtenção da semente livre do arilo.



Fonte: Autores (2023).

### 2.2 Extração do óleo fixo

A extração do óleo fixo seguiu a metodologia descrita por Cecchi (2003). Os solventes utilizados como extratores foram acetona (Dinâmica Química Contemporânea, São Paulo, Brasil) e hexano (Dinâmica Química Contemporânea, São

Paulo, Brasil). Após a extração, foi realizada a separação óleo/solvente, em rotaevaporador (Rotavapor RII/Vacuum Controller, V-850). Em seguida, os óleos foram levados a estufa (SP Labor, SP-100) a 105°C (para o óleo extraído com hexano) e a 75°C (para extração em acetona), até eliminação completa dos solventes, observada através do alcance de massa constante. As extrações foram realizadas em triplicata, a fim de calcular a reprodutibilidade do rendimento para cada solvente extrator.

### 2.3 Cálculo do rendimento das extrações

O rendimento da extração foi calculado baseado na metodologia descrita por Oliveira (2020) de acordo com a Equação 1:

$$R (\%) = \frac{m_1 (g)}{m_2 (g)} \times 100 \text{ (Eq. 1)}$$

Onde: R = rendimento percentual da extração,  $m_1$  = massa (em gramas) total do óleo fixo obtido na extração e  $m_2$  = massa total (em gramas) da amostra utilizada (sementes extraídas da polpa do fruto maduro).

### 2.4 Determinação do perfil dos ácidos graxos

#### 2.4.1 Ressonância Magnética Nuclear (RMN) de $^1\text{H}$ e $^{13}\text{C}$

Para analisar o perfil de ácidos graxos presentes no óleo foi realizado, além do levantamento bibliográfico, a Espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear, de acordo com a metodologia de Cerceau (2018). Foi utilizado o equipamento de RMN, modelo Varian Mercury VX 300, sonda 5 mm universal com gradiente. A obtenção dos espectros de RMN dos núcleos de  $^1\text{H}$  e  $^{13}\text{C}$  foram realizados com 300 MHz e 75MHz, respectivamente, com clorofórmio deuterado ( $\text{CDCl}_3$ , CIL DLM 7-100, Massachusetts, EUA) com 98% de deutério como solvente. Os deslocamentos químicos ( $\delta$ ) foram expressos em partes por milhão (ppm). Para a calibração dos espectros foi utilizado como referência o sinal do  $\text{CDCl}_3$ , sendo o sinal de 7,27 ppm para  $^1\text{H}$  e de 76,9 para  $^{13}\text{C}$ . O tempo de aquisição dos espectros foi de 1,7 segundos para o núcleo de  $^1\text{H}$  e 1,0 segundo para o núcleo de  $^{13}\text{C}$ .

#### 2.4.2 Cromatografia Líquida de Alta Eficiência acoplada a Espectrometria de Massas Sequencial (CLAE-EM/EM)

O perfil de ácidos graxos presentes no óleo também foi traçado após análise por cromatografia líquida de alta eficiência acoplada a espectrometria de massas sequencial (CLAE-EM/EM). O equipamento utilizado para as separações cromatográficas por CLAE foi o Prominence (Shimadzu, Kyoto, Japão) composto por desgaseificador (DGU-20A5R, Shimadzu, Kyoto, Japão), duas bombas (Nexera X2, LC-30AD, Shimadzu, Kyoto, Japão), injetor automático (Nexera X2, SIL-30AC, Shimadzu, Japão) e forno para controle de temperatura da coluna (CTO-20AC, Shimadzu, Kyoto, Japão).

Para a análise, as amostras de óleo fixo foram diluídas (1:1000, m/v) em clorofórmio e isopropanol (Sigma-Aldrich, St. Louis, EUA) 1:4, v/v. A separação foi realizada em coluna de fase reversa Agilent Zorbax C18 (4.6 × 50 mm, 1.8  $\mu\text{m}$  de tamanho de partícula) com temperatura do forno ajustada em 50°C. A fase móvel foi composta de água ultrapura (Milli-Q Direct 8, Millipore Corporation, Massachusetts, EUA) com pH ajustado em 5,2 (acetato de amônio 5 mM, Sigma-Aldrich, St. Louis, EUA) como solvente (A) e isopropanol (Sigma-Aldrich, St. Louis, EUA) como solvente (B). O gradiente utilizado foi de 0-1 min, 10% B; 1-10 min, 10-80% B; 10-25 min, 80% B; 25-27 min, 80-10% B; 27-35 min, 10% B, com fluxo constante de 0,3 mL  $\text{min}^{-1}$ . O volume de injeção considerado foi de 10  $\mu\text{L}$ .

Para a espectrometria de massas, foi utilizado o equipamento Amazon SL, configuração ESI-Ion Trap, da Bruker, com faixa de varredura de 50 - 700 m/z e fonte de ionização por electrospray (ESI, do acrônimo em inglês, *electrospray ionization*), temperatura da fonte de ionização de 300°C, modo de aquisição com média de 2 espectros por medida e Full Scan MS1 para a

espectroscopia de massas com fonte de ionização ESI no modo negativo.

Para tratamento dos dados foi utilizado o software MZmine v.2.53 (GitHub, Califórnia, EUA). Para confecção das imagens dos cromatogramas, os dados foram convertidos em arquivos csv e tratados no software Origin (OriginLab Corporation, Massachusetts, EUA).

## 2.5 Determinação da acidez e índice de acidez

A metodologia do Instituto Adolfo Lutz (2008) foi utilizada para a determinação do índice de acidez (IA, mg KOH/g) e a acidez em ácido oleico (A.O.%, m/m) nas amostras de óleo. Pesou-se 2g da amostra em frasco Erlenmeyer de 250 mL, adicionou-se 25 mL da solução éter-álcool (2:1, v/v) neutra (Dinâmica Química Contemporânea, São Paulo, Brasil). Logo em seguida, foram adicionadas 2 gotas do indicador de fenolftaleína (Dinâmica Química Contemporânea, São Paulo, Brasil) e, por fim, titulou-se com solução de hidróxido de potássio 0,1 mol.L<sup>-1</sup> (Dinâmica Química Contemporânea, São Paulo, Brasil), até aparecimento de coloração rósea ou mudança de cor original do óleo. Os cálculos foram realizados de acordo com as Equações 2 e 3. Neste trabalho, estes testes foram realizados em triplicata e em dois momentos distintos. O primeiro logo após a extração e o segundo cinco meses depois, com o objetivo de avaliar a estabilidade do óleo a longo prazo.

$$IA = \frac{V \times f \times M \times 5,61}{P} \text{ (Eq. 2)}$$

$$A = \frac{V \times f \times M \times 28,2}{P} \text{ (Eq. 3)}$$

Onde, V = quantidade (em mL) de solução de hidróxido de potássio 0,1 mol.L<sup>-1</sup> utilizado na titulação; f = fator da solução de hidróxido de potássio; M = concentração (em mol L<sup>-1</sup>) de preparo da solução de hidróxido de potássio; P = massa (em grama) utilizada de amostra; 5,61 = massa molar do hidróxido de potássio/10; 28,2 = massa molar do ácido oleico/100.

## 2.6 Avaliação da atividade antioxidante in vitro

Para avaliação da atividade antioxidante foi utilizado o radical DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazil, Sigma Aldrich, St. Louis, EUA) de acordo com a adaptação para óleos vegetais da metodologia utilizada por Rufino e colaboradores (2007). A solução de DPPH (0,06 mM) foi preparada em metanol (Vetec - Sigma Aldrich, St. Louis, EUA) como preconizado, enquanto os óleos foram solubilizados e diluídos em álcool isopropílico (ISOFAR, Duque de Caxias, Brasil). Após o preparo da solução de DPPH e calibração do aparelho (R<sup>2</sup> = 0,9997), alíquotas de 100 µL das amostras em diferentes concentrações, do extrato acetônico (167,6 g.L<sup>-1</sup> a 21,0 g.L<sup>-1</sup>) e do hexânico (914,0 g.L<sup>-1</sup> a 114,3 g.L<sup>-1</sup>), foram misturadas a 4,0 mL da solução de DPPH 0,06 mM, em triplicata, e mantidas em repouso por 60 minutos ao abrigo da luz. Procedeu-se então a leitura em espectrofotômetro (Bel, SP1105) em comprimento de onda de 515 nm. O controle consistiu na solução de DPPH e o branco em metanol, ambos com 4,0 mL, aos quais foram adicionados 100 µL de álcool isopropílico. A porcentagem de inibição do radical DPPH (%AA) foi calculada de acordo com a Equação 4.

$$AA (\%) = \frac{100 - (Abs_{amostra} - Abs_{branco}) \times 100}{Abs_{controle}} \text{ (Eq. 4)}$$

Onde: AA (%) = percentagem de atividade antioxidante; Abs<sub>amostra</sub> = absorbância da amostra; Abs<sub>branco</sub> = absorbância do branco; Abs<sub>controle</sub> = absorbância do controle

## 2.7 Análise Estatística

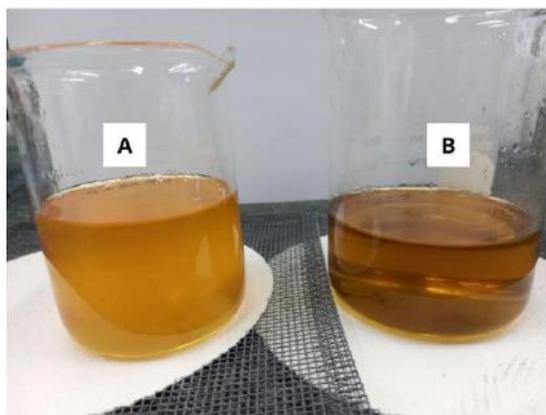
Os dados são apresentados como média  $\pm$  desvio padrão. A análise estatística foi realizada no GraphPad Prism 8.0. Comparações foram realizadas utilizando o Teste t de Student e a Análise de Variância (ANOVA), seguido pelo teste de Sidak de múltiplas comparações. Um valor de  $p < 0,05$  foi considerado significativo.

## 3. Resultados e Discussão

### 3.1 Extração do óleo fixo

A metodologia de extração de óleo fixo por *Soxhlet* foi escolhida para este estudo por possuir uma boa relação custo-benefício, considerando custo, facilidade de operação, tempo e rendimento (Silva, 2017; Oliveira, 2020). Comparando macroscopicamente os óleos fixos obtidos nesse trabalho, pode-se perceber que a amostra correspondente à extração com acetona apresentou uma coloração mais escura que a obtida após extração com hexano, corroborando com os achados de Oliveira (2020) (Figura 2).

**Figura 2** – Aspecto macroscópico do óleo de maracujá com solvente hexano (A) e acetona (B).



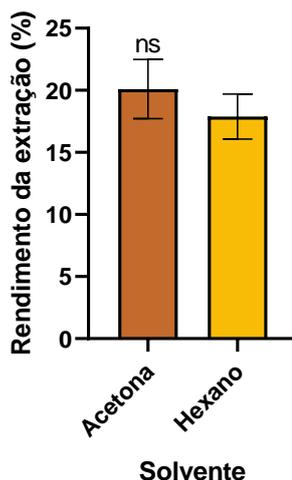
Fonte: Autores (2023).

Na literatura é possível encontrar explicações para tal diferença entre óleos em função do solvente extrator: i) a passagem de solventes polares, como a acetona, pelas estruturas expostas das células vegetais após o processo de trituração da semente contribui para o arraste de possíveis pigmentos polares, como xantofilas e carotenos; ii) o fato da acetona possuir um ponto de ebulição inferior ao do hexano, 56°C e 70°C, respectivamente, acarreta num contato do solvente com as sementes mais íntimo, em função do ciclo de evaporação-condensação no interior do *Soxhelt* contendo o cartucho de celulose com as sementes ser mais frequente, proporcionando uma renovação maior do líquido extrator, mantendo cada vez maior o gradiente de concentração de óleo entre solvente e amostra, que possibilita a solubilização do óleo; iii) a utilização de um solvente polar na extração proporciona o arraste de compostos, como carboidratos, proteínas e produtos da reação de Maillard que podem favorecer a coloração escura do óleo. (Lima, 2019; Coletti et al., 2019; Bruscatto *et al.*, 2012; Brum et al., 2009).

### 3.2 Cálculo do rendimento das extrações

Os valores de rendimento encontrados neste estudo demonstram que em um intervalo de confiança de 95%, não houve diferença significativa entre o rendimento da extração quando comparando os dois solventes utilizados ( $p > 0,05$ ). Os rendimentos para as extrações realizadas com acetona e hexano foram de  $(20,10 \pm 2,38)\%$  e  $(17,88\% \pm 1,82)\%$ , respectivamente (Figura 3).

**Figura 3**– Rendimento das extrações via *Soxhlet*.



Os dados são apresentados como média  $\pm$  desvio padrão ( $n = 3$ ). "ns" indica que não há diferença significativa entre acetona versus hexano ( $p > 0,05$ ), segundo o Teste t de Student. Fonte: Autores (2023).

Hexano e acetona são solventes comumente utilizados para a extração de óleos fixos vegetais. Na literatura há relatos de maior eficiência de extração para o hexano em comparação com a acetona, resultado que não foi observado neste trabalho, onde as extrações apresentaram uma tendência de maior rendimento com acetona como solvente. Estudos já reportados apontam para a possibilidade de maiores rendimentos de extração, em torno de 25-26% para extração em hexano (Mira *et al*, 2016; Pereira, 2019) e 22% para extrações em acetona (Cardoso, 2015; Doutel *et al*, 2018).

Uma possível diferença na eficiência pode ter sido observada no presente trabalho, pois fatores como, grau de umidade residual presente após a secagem, grau de trituração da semente, quantidade de solvente utilizada e o tempo de extração, podem interferir no rendimento das extrações de óleos vegetais (Amaral *et al.*, 2011). Em 2014, por exemplo, Barbieri relatou a possibilidade de aumento no rendimento para 29,5% com extração em *Soxhlet* em hexano, atribuindo o maior rendimento da extração à eficiência do método de secagem ( $105^{\circ}\text{C}$  por 24 h).

A secagem em estufa a  $105^{\circ}\text{C}$  durante 30 minutos, adotada neste trabalho, pode não ter sido eficaz para eliminar uma porção da umidade presente nas sementes após o processo de separação dela de seu arilo, interferindo principalmente na extração com hexano como solvente. No entanto, considerando fatores como tempo e custo, o grupo optou por utilizar essa metodologia.

### 3.3 Determinação do perfil dos ácidos graxos

#### 3.3.1 Ressonância Magnética Nuclear (RMN)

As análises por Ressonância Magnética Nuclear (RMN) (Figuras 4 e 5) foram realizadas no óleo extraído com hexano, por ter apresentado melhores características macroscópicas. O Quadro 1, foi utilizado como parâmetro comparativo para a análise do espectro de RMN do núcleo de  $^1\text{H}$  (Figura 4).

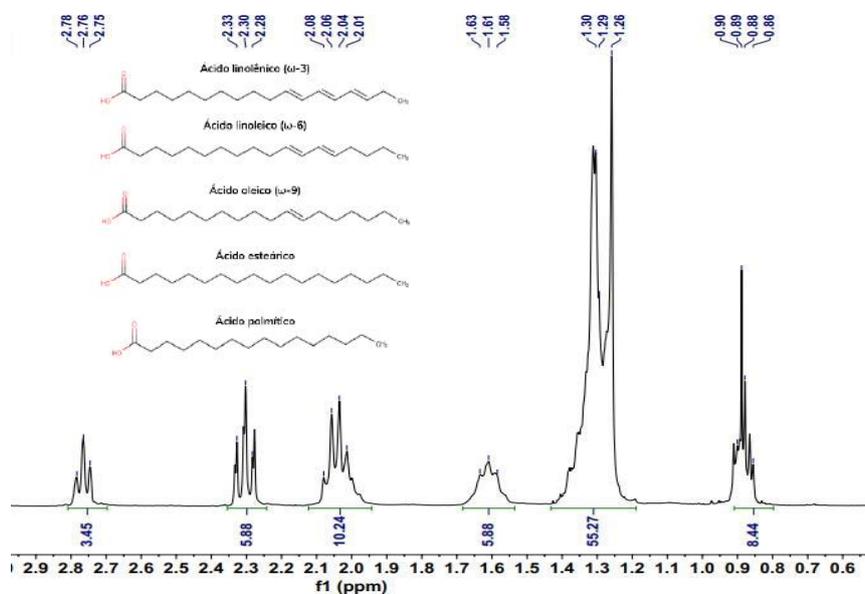
**Quadro 1** - Atribuições dos sinais do espectro de RMN de  $^1\text{H}$  dos óleos e dos produtos da oxidação.

Deslocamento químico $^1\text{H}$	Compostos / Grupo Funcional
0,83 - 0,93 ppm	$-\text{CH}_3$ (Cadeias metílicas terminais de saturados, oleico e linoleico)
0,93 - 1,03 ppm	$-\text{CH}_3$ (Cadeias metílicas terminais de linolênico)
1,22-1,42 ppm	$-(\text{CH}_2)_n -$ (Cadeias metílicas)
1,52 - 1,70 ppm	$-\text{OCO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ (metilenos carbonila)
1,94 - 2,14 ppm	$-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-$ (prótons alílicos)

Fonte: Guillén e Ruiz (2003 *apud* Silva, 2018).

Um dos sinais característicos para identificação de ácidos graxos é o da carbonila, uma vez que as cadeias dos ácidos graxos iniciam com uma metila e terminam com uma carboxila. Na Figura 4, os picos localizados abaixo de 1 ppm, se referem ao grupo metila ( $-\text{CH}_3$ ) que é um terminal comum dos ácidos oleico, linoleico e linolênico. Os picos localizados entre 1,2 e 1,4 ppm são atribuídos aos hidrogênios dos grupos metilênicos ( $-\text{CH}_2-$ ) das cadeias alifáticas. Na faixa entre 1,5 e 1,7 ppm são atribuídos aos hidrogênios  $\beta$ -carbonilo ( $-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ ). Os picos em aproximadamente 2 e 2,1 ppm são atribuídos aos hidrogênios pertencentes aos grupos alílicos  $\alpha$ -olefínicos, ( $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-$ ), como é o caso dos hidrogênios C-8 do ácido oleico. Os picos em 2,3 ppm são atribuídos aos hidrogênios  $\alpha$ -carbonilo do éster ( $\text{OCO}-\text{CH}_2$ ). Em 2,75 ppm são atribuídos a hidrogênios do tipo bis-alílicos ( $=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-$ ), hidrogênios pertencentes à grupos metilênicos entre duplas ligações, também presentes em ácidos linoleico e linolênico (Lima, 2016; Guillén & Ruiz 2003 *apud* Silva, 2011).

**Figura 4** - Espectro de RMN  $^1\text{H}$  do óleo da semente do maracujá.

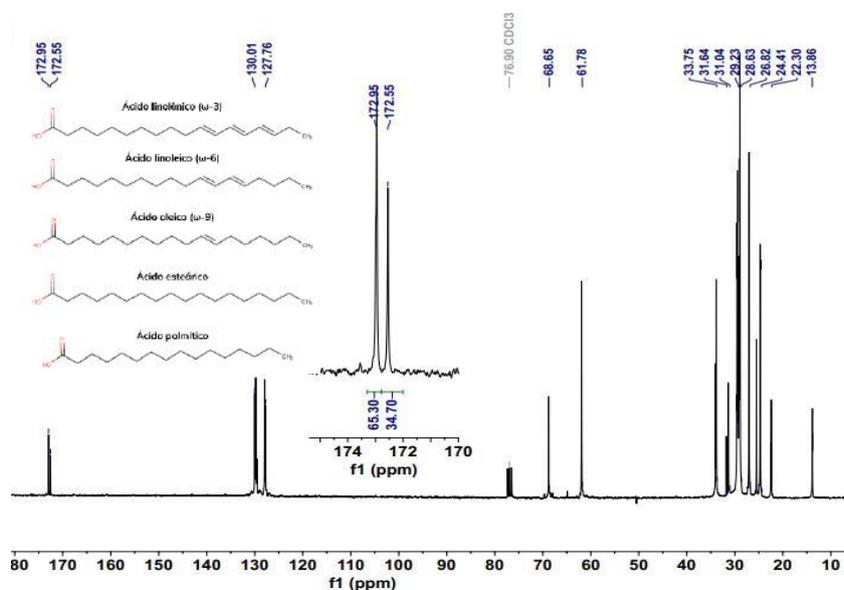


Fonte: Autores (2023).

Na Figura 5 aparecem três picos em 77 ppm, que caracterizam o padrão clorofórmio deuterado ( $\text{CDCl}_3$ ) somente usado para solubilidade. Grupos  $\text{CH}_3$  são mais blindados que os grupos  $\text{CH}_2$ , esses segundo a literatura, costumam aparecer em valores menores, entre 10 e 40 ppm. Foram observados picos entre 15 e 35 ppm, que podem representar grupos  $\text{CH}$  e  $\text{CH}_2$ . Para o ácido linoleico, o grupo  $\text{C}=\text{C}$  em alcenos mostram-se à esquerda dos picos de  $\text{CDCl}_3$ , na faixa de 120 a 135 ppm, as duplas ligações do ácido graxo para C-9 encontram-se em 130 ppm e no C-10 em aproximadamente 127 ppm, para C-12 e C-13 se

encontra em 128 ppm. Para o ácido oleico, os carbonos que formam esta dupla ligação são mais blindados, podendo estar presentes entre 128 e 130 ppm para C-9 e em 129 ppm para C-10. A partir de 160ppm, o grupo carbonila aparece na extrema esquerda do espectro de carbono-13. No caso dos ésteres metílicos, aparecem no extremo inferior da faixa, de 170 a 175 ppm (Savi, 2009; Lima, 2016).

**Figura 5** - Espectro de RMN de  $^{13}\text{C}$  do óleo da semente de maracujá.



Fonte: Autores (2023).

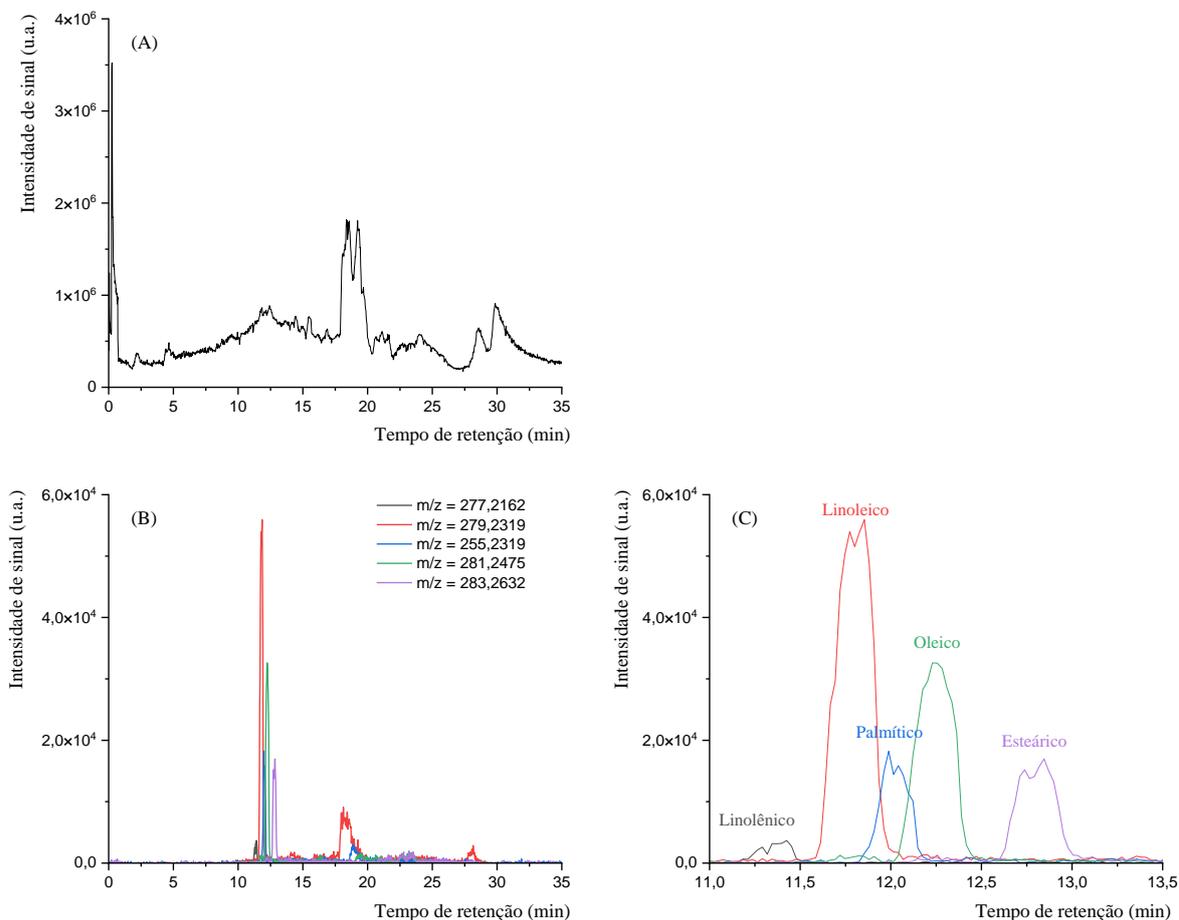
As análises realizadas por RMN nos núcleos de  $^1\text{H}$  e  $^{13}\text{C}$  indicaram a possível presença dos ácidos graxos oleico, linoleico e linolênico, composição essa já esperada para o óleo da semente do maracujá. Esses resultados são importantes, pois corroboram com o que foi observado na literatura.

### 3.3.2 Cromatografia Líquida de Alta Eficiência acoplada a Espectrometria de Massas Sequencial (CLAE-EM/EM)

A cromatografia líquida de alta eficiência acoplada a espectrometria de massas sequencial (CLAE-EM/EM) é uma técnica amplamente utilizada para a determinação e quantificação de diversos compostos, sendo, dentro desse contexto, possível de ser aplicada para a determinação do perfil de ácidos graxos (Ertas et al., 2015).

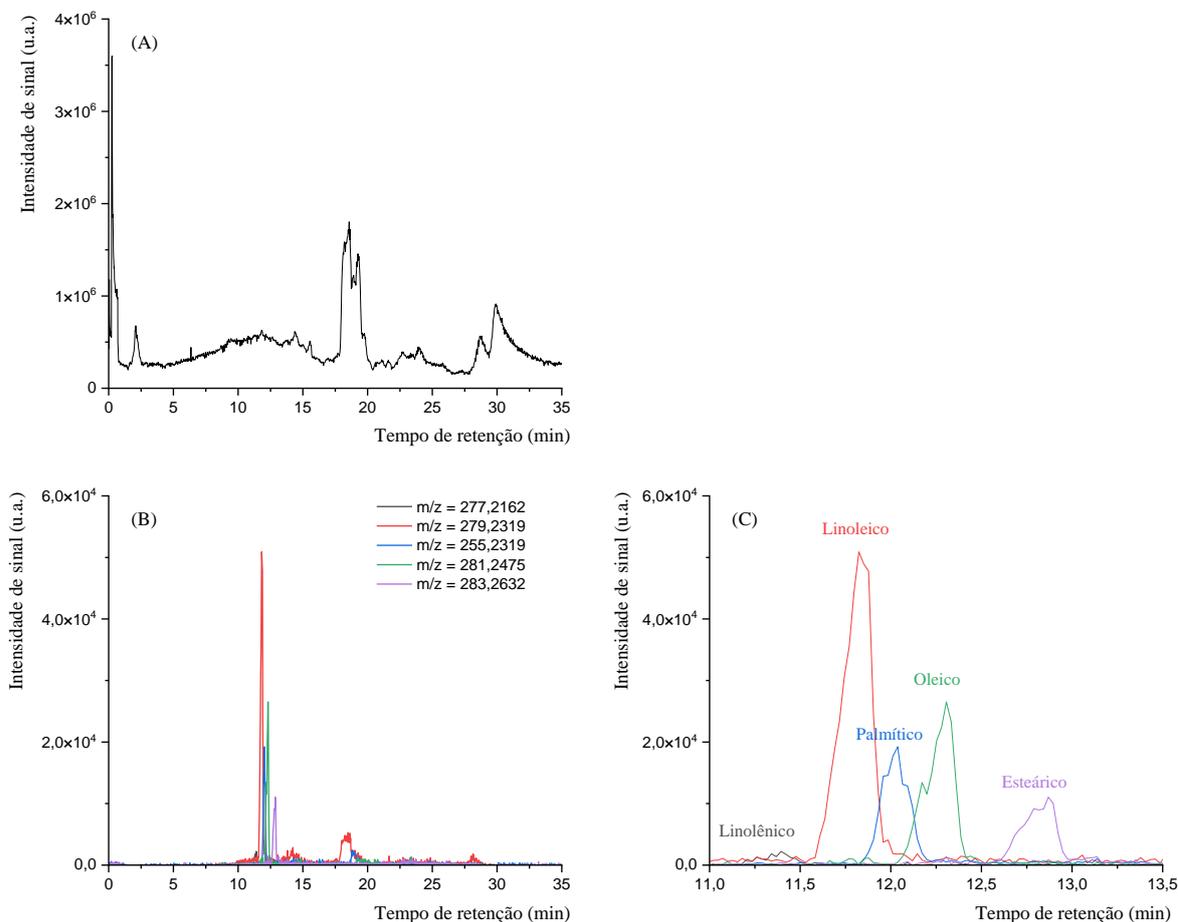
Os resultados obtidos após a análise dos óleos extraídos com acetona e hexano por CLAE-EM/EM estão presentes nas Figuras 6 e 7, respectivamente. Essas análises foram realizadas com o objetivo de comparar o perfil de ácidos graxos presentes no óleo da semente de maracujá com a literatura. Na Tabela 1 é possível encontrar os parâmetros utilizados para a interpretação dos dados obtidos em função do detector utilizado.

**Figura 6** – Resultados obtidos após análise do óleo fixo extraído com acetona por CLAE-EM/EM. (A) Cromatograma de íons totais (TIC, do acrônimo em inglês *Total Ion Chromatogram*); (B) Cromatograma de relações m/z específicas: m/z 277,2162, 279,2319, 255,2319, 281,2475 e 283,2632, característicos dos ácidos graxos linolênico, linoleico, palmítico, oleico e esteárico, respectivamente; (C) Zoom do cromatograma B na faixa de tempo de retenção compreendida entre 11 e 13,5 min.



Fonte: Autores (2023).

**Figura 7**– Resultados obtidos após análise do óleo fixo extraído com hexano por CLAE-EM/EM. (A) Cromatograma de íons totais (TIC, do acrônimo em inglês *Total Ion Chromatogram*); (B) Cromatograma de relações m/z específicas: m/z 277,2162, 279,2319, 255,2319, 281,2475 e 283,2632, característicos dos ácidos graxos linolênico, linoleico, palmítico, oleico e esteárico, respectivamente; (C) Zoom do cromatograma B na faixa de tempo de retenção compreendida entre 11 e 13,5 min.



Fonte: Autores (2023).

**Tabela 1** – Parâmetros utilizados para a identificação dos ácidos graxos no óleo fixo da semente de maracujá

Ácido Graxo	Fórmula molecular	Massa molecular (g mol <sup>-1</sup> ) <sup>1</sup>	Modo de Ionização	Íon pseudomolecular (g mol <sup>-1</sup> ) <sup>2</sup>	Íon pseudomolecular obtido (g mol <sup>-1</sup> ) <sup>3</sup>	%	
						Hexano	Acetona
Linolênico	C <sub>18</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	278.224580195	[M-H] <sup>-</sup>	277,2167552	277.2162	1,69	2,3
Linoleico	C <sub>18</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	280.240230259	[M-H] <sup>-</sup>	279,2324052	279.2319	49,15	43,6
Oleico	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	282.255880323	[M-H] <sup>-</sup>	281,2480553	281,2319	16,12	13,8
Esteárico	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	284.271530387	[M-H] <sup>-</sup>	283,2637054	283,2632	21,76	26,5
Palmítico	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	256.240230259	[M-H] <sup>-</sup>	255,2324052	255,2319	11,28	13,8
Insaturados	-	-	-	-	-	66,96	59,69
Saturados	-	-	-	-	-	33,04	40,31

<sup>1</sup>Massa monoisotópica obtida a partir dos dados disponíveis no PubChem; <sup>2</sup>Massa do íon pseudomolecular obtida a partir da subtração da massa monoisotópica dos respectivos ácidos graxos da massa monoisotópica do hidrogênio disponíveis no PubChem; <sup>3</sup>O erro admitido para o tratamento dos dados para a obtenção da área sob a curva dos ácidos graxos e, conseqüentemente para a sua quantificação relativa foi de 30 ppm para o ácido linolênico e de 10 ppm para os demais. Fonte: Autores (2023).

Como observado na Tabela 1, o modo de ionização utilizado para a identificação dos ácidos graxos foi o [M-H]<sup>-</sup>, onde “M” é o peso molecular, “H” é a massa de hidrogênio, “-” é a carga do íon formado no processo de ionização, neste caso um ânion, e o resultado de “M-H” é o peso pseudomolecular, sendo este o utilizado para a identificação dos AGs de interesse na amostra (Banerjee & Mazumbar, 2012).

Observando os resultados obtidos através dos cromatogramas apresentados nas figuras 6(C) e 7(C), é possível considerar que o perfil de ácidos graxos encontrado para os óleos fixos extraídos neste trabalho vai de encontro aos dados observados na literatura.

Uma análise comparativa entre as áreas dos picos dos cromatogramas permite estimar uma maior presença relativa do ácido linoleico (279,2319 *m/z*, 49,15% e 43,6%), seguida pelos ácidos oleico (281,2475 *m/z*, 16,12% e 13,8%), palmítico (255,2319 *m/z*, 11,28% e 13,8%), esteárico (283,2632 *m/z*, 21,76% e 26,5%) e linolênico (277,2162 *m/z*, 1,6% e 2,3%), para hexano e acetona respectivamente, como pode ser observado nas figuras 6(B) e 7(B).

Ngakou Takam e colaboradores (2019) encontraram valores de 68,39% para o ácido linoleico, 14,31% para oleico, 11,72% para palmítico, 2,84% para esteárico e, por fim, 0,54% para linolênico do óleo de semente de maracujá extraído por maceração com hexano; Pantoja-Chamorro, Hurtado-Benavides e Martinez-Correa (2017) encontraram valores similares ao trabalho anterior para todos os ácidos graxos: linoleico (67,53 ± 10,30)%, oleico (16,33 ± 4,8)%, palmítico (14,16 ± 6,1)%, esteárico (1,29 ± 0,7)% e linolênico (0,46 ± 0,2)% através da extração por fluido supercrítico utilizando CO<sub>2</sub> como solvente; já Pereira e colaboradores (2019), utilizando a extração por *Soxhlet* com hexano e etanol como solvente, encontraram os seguintes valores: linoleico (66,64 e 68,97)%, oleico (17,11 e 17,30)%, palmítico (10,22 e 10,49)%, esteárico (2,88 e 2,87)% e linolênico (0,32 e 0,36)%, respectivamente.

O rendimento da extração, a composição graxa e de outros macros e micronutrientes podem variar dependendo do grau de maturação do fruto, condições de plantio e ambientais, método e tempo de extração, aspectos relacionados ao solvente (polaridade e volume), grau de trituração das sementes e método e tempo de secagem (teor de umidade), por exemplo (Aquino *et al*, 2009; Correia *et al.*, 2010; Massa *et al.*, 2015; Costa, 2016; Silva, 2017). De modo geral, os valores encontrados neste trabalho estão em consonância com a literatura

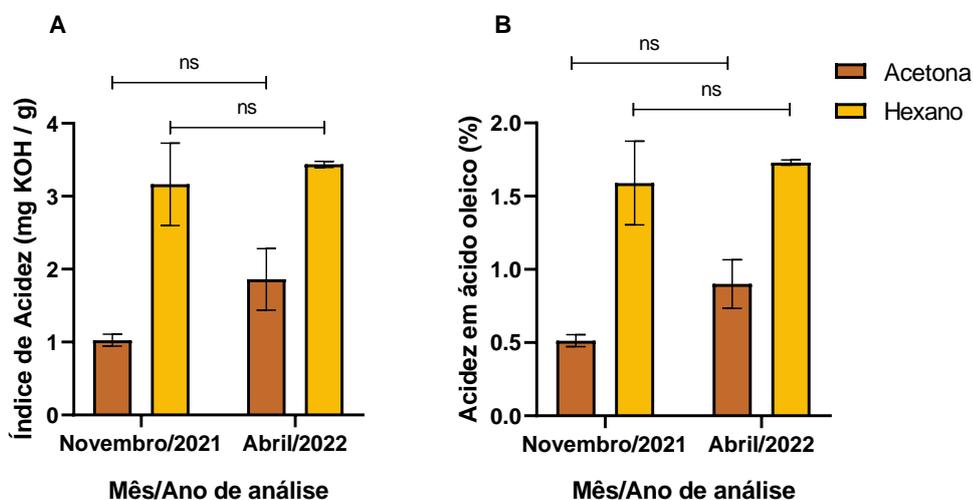
### 3.4 Determinação da acidez e índice de acidez

O índice de acidez (mg KOH/g) é um parâmetro significativo para avaliar a qualidade e conservação dos óleos vegetais, pois está diretamente relacionado ao processo de rancidez, indicando possível degradação da amostra. É definido como a quantidade necessária de KOH em mg para neutralizar ácidos graxos livres de 1 grama da amostra estudada (Díaz-Alvarez & Guerrero-Arreluca, 2018).

O processo de rancidez é acompanhado quase invariavelmente com a formação de ácidos graxos livres, expresso aqui como acidez em ácido oleico (A.O%, % m/m). Este percentual não é considerado um valor fixo, pois a acidez livre varia com o tempo devido a qualidade do óleo, grau de pureza, processamento e conservação, além da exposição a fatores ambientais como umidade e luminosidade (Pereira, 2017; Paula, 2015).

Na Figura 8 encontram-se os resultados obtidos neste trabalho. Os dados revelam que o IA tanto para o óleo extraído com acetona quanto com hexano, na primeira e segunda análises, encontra-se dentro do limite estabelecido pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) (Brasil, 2005) e *Codex Alimentarius Commission* (2015), que estabelecem o limite máximo para o IA de 4,0 mg KOH/g para óleos brutos. Além disso, cabe ressaltar que não houve diferença significativa entre as análises realizadas nos diferentes momentos, o que demonstra reprodutibilidade dos dados e uma preservação do óleo frente à degradação do conteúdo em relação ao tempo.

**Figura 8** – Índice de acidez (A) e Acidez em ácido oleico (B) das amostras de óleo de semente de maracujá extraído com hexano e acetona.



Os dados são apresentados como média  $\pm$  desvio padrão ( $n = 3$ ). “ns” indica que não há diferença significativa entre os dois momentos de análise ( $p > 0,05$ ), segundo two-way ANOVA, seguido pelo Teste de comparações múltiplas de Sidak. Fonte: Autores (2023).

A literatura aponta que os óleos obtidos através dos processos de extração a quente, mais especificamente por *Soxhlet*, apresentam um IA maior em relação às amostras oleosas extraídas por outros métodos, como extração por prensagem a frio e ultrassom, uma vez que o material é exposto a altas temperaturas (60 a 75°C), que pode modular positivamente as reações de autoxidação, levando ao a formação de compostos secundários como aldeídos e ácidos graxo de cadeia curta, alterando as características organolépticas e químicas do material lipofílico (Júnior *et al.*, 2013). Além disso, o solvente utilizado para extração e o tempo de extração preconizado podem modular as reações de hidrólise (Correia *et al.*, 2010; Cardoso *et al.*, 2015).

Para o óleo extraído com hexano na primeira e segunda análises os resultados foram de  $(3,16 \pm 0,57)$  e  $(3,44 \pm 0,04)$  mg KOH/g respectivamente ( $p > 0,05$ ), um valor superior ao encontrado por Pereira (2017) correspondente a 1,50 mg KOH/g, com o mesmo solvente. Vianna-Silva e colaboradores (2008) encontraram que fatores como estágio de maturação, época de colheita, condições de armazenamento, variabilidade genética, práticas culturais e adubação influenciam as características do fruto. Além disso, durante o seu amadurecimento, o maracujá sofre alterações em sua composição físico-química fisiologicamente. É possível que a diferença entre os resultados obtidos por Pereira (2017) e os deste trabalho sejam justificadas por estes fatores.

O dado obtido também foi superior ao estudo de Malacrida e Jorge (2012), de 2,35 mg KOH/g, sendo a extração do trabalho citado realizado com éter de petróleo. Em contrapartida, o óleo obtido neste trabalho obteve um índice de acidez menor ao encontrado por Lima (2019), de 4,83 mg KOH/g, também extraído com hexano, estando este fora dos limites estabelecidos pela ANVISA e *Codex Alimentarius Commission*.

Ao observar os resultados a partir da extração realizada com acetona ( $IA_{ACETONA(NOVEMBRO/2021)} = (1,03 \pm 0,42) \rightarrow IA_{ACETONA(ABRIL/2022)} = (1,86 \pm 0,42)$  mg KOH/g,  $p > 0,05$ ) verifica-se que o valor de IA é similar aos encontrados na literatura utilizando outros solventes polares para a extração, como o etanol. Pereira (2017) encontrou um IA de 2,06 mg KOH/g e, Paula (2015) um IA de 2,88 e 1,035 mg KOH/g para *Passiflora setacea* e *Passiflora alata*, que apresentam composição graxa similar ao *Passiflora edulis*.

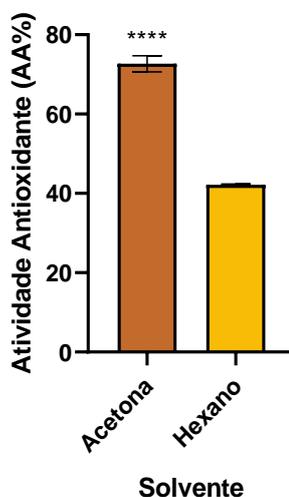
Em relação à A.O., os valores obtidos para a primeira e segunda análises, para o hexano foram de  $(1,59 \pm 0,29)$  e  $(1,73 \pm 0,02)$  % ( $p > 0,05$ ), respectivamente, enquanto para o extrato acetônico estes valores foram de  $(0,51 \pm 0,04)$  e  $(0,90 \pm 0,17)$  % ( $p > 0,05$ ), respectivamente, ambos se encontram dentro do limite estabelecido para este parâmetro ( $< 2\%$  de acidez em ácido oleico), segundo a *Codex Alimentarius Commission* (2015). Estes achados são similares ao encontrado por Ferrari, Colussi e Ayub (2004) de 1,34%; Kobori e Jorge (2005) obtiveram um valor superior (7,35%) ao deste estudo, entretanto, os autores trabalharam com amostras de resíduos industriais, onde processos químicos e físicos sofridos pelos resíduos podem interferir nos resultados. Já Malacrida e Jorge (2012) e Ferreira e colaboradores (2011) alcançaram os valores de 1,38% e 1,5%, respectivamente, para o óleo extraído a partir do éter de petróleo.

O IA e a A.O.% são parâmetros importantes para projetar o potencial conservante dos óleos e sua aplicabilidade prática na indústria de alimentos e cosmética, além de influenciar na vida de prateleira do produto e na análise sensorial do mesmo (Araújo *et al.*, 2019). O óleo extraído das sementes de maracujá tende a apresentar baixa estabilidade térmica, pois devido ao alto teor de ácido linoleico, encontra-se mais suscetível à rancidez (Kobori & Jorge, 2005).

### 3.5 Avaliação da atividade antioxidante *in vitro*

A metodologia adotada neste trabalho para a determinação do potencial antioxidante é uma das mais utilizadas na literatura para a verificação desta atividade nos extratos vegetais. Na Figura 9, encontram-se os resultados da análise.

**Figura 9**– Atividade antioxidante *in vitro* pelo método DPPH.



Os dados são apresentados como média  $\pm$  desvio padrão ( $n = 3$ ). \*\*\*\*indica diferença significativa entre acetona versus hexano ( $p < 0,0001$ ), segundo o Teste t de Student. Fonte: Autores (2023).

Ambos os óleos obtidos apresentaram atividade sequestradora do radical DPPH. O óleo extraído com acetona  $(72,67 \pm 2,02)$  % apresentou um valor de AA (%) maior que 50%, indicando maior atividade antioxidante no mesmo, quando comparado com o extrato hexânico  $(42,18 \pm 0,185)$  % ( $p < 0,0001$ ) (Malacrida, 2009). O óleo extraído com hexano apresentou menor atividade antioxidante, corroborando com os achados de Pereira (2017). Segundo a literatura, é esperado uma maior atividade antioxidante para o óleo que é extraído com solvente polar, a acetona neste caso, pois há uma maior solubilização de compostos antioxidantes como tocoferóis, compostos fenólicos, fitoesteróis e carotenoides (Paula, 2015). Entretanto, o resultado obtido através da análise do óleo extraído com hexano pode estar subestimado, pois a amostra apresentou dificuldade em ser solubilizada no solvente utilizado (álcool isopropílico), sendo necessário testar outro solvente para

solubilização da amostra, como por exemplo o metanol, mas não havia amostra suficiente para repetir a análise (Ballen *et al.*, 2019).

Existem diferentes formas de expressar a atividade antioxidante *in vitro* na literatura, dificultando a comparação entre os estudos. Este trabalho utiliza a AA (%) para efeito de comparação com a literatura. López-Vargas e colaboradores (2013), encontraram um valor de 87,79% de AA% para o óleo extraído com metanol; Pereira e colaboradores (2017), obtiveram uma AA de 55,90% para o óleo extraído com hexano e 83,90% com etanol; Lima (2019) atingiu uma AA de 20,39% no óleo extraído com hexano; já Malacrida e Jorge (2012) utilizando éter de petróleo, obtiveram uma AA de 48,00%. Os resultados encontrados neste estudo estão em consonância com a literatura sob a ótica de que os óleos extraídos com solventes polares apresentam maior AA%.

Dentre as principais substâncias com ação antioxidante no óleo da semente de maracujá, está a vitamina E ( $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ - e  $\delta$ - tocoferol). Em relação ao potencial antioxidante em óleos e gorduras, a atividade antioxidante dos quatro tocoferóis apresenta a seguinte ordem:  $\delta > \gamma \approx \beta > \alpha$ . O conteúdo total de tocoferol é influenciado por diversos fatores, como condições climáticas de plantio, colheita, condições de processamento e armazenamento, genótipo da planta e concentração de ácidos graxos poliinsaturados (Torres *et al.*, 2021).

Os tocoferóis, assim como outros antioxidantes, têm a função de proteger o organismo contra o estresse oxidativo proporcionado pelos radicais livres ou espécies reativas de oxigênio. Essas moléculas são instáveis e provenientes do metabolismo energético normal das células, principalmente. Hábitos de vida como fumar, consumir bebidas alcoólicas, alimentação inadequada e exposição solar contribuem para a produção dessas substâncias. A nível de pele e apêndices cutâneos, as espécies reativas danificam as membranas celulares, o material genético, proteínas constituintes da matriz extracelular como elastina, colágenos e outros peptidoglicanos, reduzindo a sustentação, elasticidade e hidratação do tecido cutâneo. Em casos mais severos, há o desenvolvimento de câncer (Breda, 2022; Pacheco & Lobo, 2021; Vieira & Souza, 2019).

#### 4. Considerações Finais

As extrações realizadas por Soxhlet com hexano e acetona apresentaram rendimentos próximos, mas discordantes com a literatura, uma vez que a extração acetônica apresentou uma tendência de maior rendimento em relação a hexânica. Após observações organolépticas dos óleos extraídos, como coloração, o hexano foi o solvente cujo óleo extraído apresentou características macroscópicas mais satisfatórias para uma possível aplicação em formulações cosméticas.

O óleo de semente de maracujá apresenta uma composição graxa similar ao óleo de girassol, insumo usualmente presente em formulações tópicas para o tratamento e prevenção de condições patológicas do tecido cutâneo apresentando, assim, potencial para a sua utilização pela indústria cosmética e farmacêutica. A análise por RMN de  $^1\text{H}$  e  $^{13}\text{C}$  e CLAE-EM/EM foi importante para anotação e confirmação do perfil de ácidos graxos presentes nos óleos extraídos.

O IA e a A.O.% estiveram dentro do limite máximo estimado pela legislação brasileira. Em relação à AA% do óleo, o óleo extraído com acetona apresentou maior atividade antioxidante, possivelmente pela extração de tocoferóis, compostos fenólicos, fitosteróis e carotenoides. O valor encontrado da atividade antioxidante do óleo hexânico não é robusto, pois não houve solubilização completa do óleo no solvente utilizado para a análise, entretanto, encontra-se condizente com os valores reportados nos trabalhos para este solvente.

Dessa forma, os resultados apontam para a possibilidade da incorporação do óleo das sementes de maracujá azedo em produtos cosméticos, mais especificamente em emulsões, micro e nanoemulsões, com finalidade hidratante, cicatrizante e antiinflamatória tópica, agregando valor ao produto e contribuindo para a redução do impacto ambiental gerado pelo descarte

dos resíduos do fruto. Para confirmar as ações teorizadas para este óleo vegetal, deve-se realizar testes de atividade cicatrizante, antioxidante e anti-inflamatória *in vivo*, atividade antimicrobiana, e testes de toxicidade aguda e crônica para atestar sua segurança.

## Agradecimentos

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Nível Superior (CAPES), pela concessão da bolsa de estudos. Ao Conselho de Desenvolvimento Científico (CNPq) e Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro (IFRJ) pelas bolsas, apoio técnico e financeiro. Ao Centro de Espectrometria de Massas de Biomoléculas (CEMBIO) do Instituto de Biofísica Carlos Chagas Filho (IBCCF), ao Laboratório de Processamento de Matérias-Primas Vegetais do Instituto de Química (IQ), e Laboratório de Ressonância Nuclear de Alta Resolução do Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano (IMA), todos vinculados à Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), pela parceria nos testes realizados neste trabalho.

## Referências

- Amaral, F. P. do, Broetto, F., Batistella, C. B., & Jorge, S. M. A. (2011). Extração e caracterização qualitativa do óleo da polpa e amendoas de frutos de macaúba [acromia aculeata (Jacq) lodd. Ex mart] coletada na região de botucatu—Sp. *ENERGIA NA AGRICULTURA*, 26(1), 12.
- Araújo, A. J. de B., Santos, N. C., Barros, S. L., Vilar, S. B. de O., Schmidt, F. L., Araújo, F. P., & Azêvedo, L. C. de. (2019). Caracterização físico-química e perfil lipídico da semente de maracujá do mato (*Passiflora cincinnata* Mast.). *Cad15erno de Pesquisa, Ciência e Inovação*, 2(3).
- Aquino, L. P., Ferrua, F. Q., Borges, S. V., Antoniassi, R., Correa, J. L. G., & Cirillo, M. A. (2009). Influência da secagem do pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) na qualidade do óleo extraído. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 29(2), 354–357.
- Aziz, A. A., Nordin, F. N. M., Zakaria, Z., & Abu Bakar, N. K. (2022). A systematic literature review on the current detection tools for authentication analysis of cosmetic ingredients. *Journal of Cosmetic Dermatology*, 21(1), 71–84.
- Ballen, S. C., Rigo, D., Paliga, M., Puton, B. M. S., Cansian, R. L., & Paroul, N. (2019). Determinação do potencial antioxidante (Dpph) e antimicrobiano de extratos vegetais e óleo essencial de louro (*Laurus nobilis*). *PERSPECTIVA*, 43(163).
- Banerjee, S., & Mazumdar, S. (2012). Electrospray ionization mass spectrometry: A technique to access the information beyond the molecular weight of the analyte. *International Journal of Analytical Chemistry*, 2012, 1–40.
- Barbieri, J.C. (2014). Extração e microencapsulação de óleo da semente do maracujá em poli(caprolactona). [Trabalho de Conclusão de Curso, Graduação em Engenharia de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná]
- Brasil. (2005). Resolução RDC n. 270, de 22 de setembro de 2005. Dispõe sobre regulamento técnico para óleos vegetais, gorduras vegetais e creme vegetal. Brasília: ANVISA.
- Breda, P. L.C. L. (2022). Tratamento com vitaminas antioxidantes no envelhecimento cutâneo: Revisão de literatura / Treatment with antioxidant vitamins in skin aging: literature review. *Brazilian Journal of Health Review*, 5(2), 5252–5266.
- Brum, A. A. S., Arruda, L. F. de, & Regitano-d'Arce, M. A. B. (2009). Métodos de extração e qualidade da fração lipídica de matérias-primas de origem vegetal e animal. *Química Nova*, 32(4), 849–854.
- Bruscatto, M. H., Pestana-Bauer, V. R., Rutz, J. K., & Zambiasi, R. C. (2012). Caracterización del aceite de salvado de arroz. *Revista de Ciencia y Tecnología*, 18, 28–32.
- Cardoso, L. C. D., Cavalcante, R. M., Magalhães, S. P., & Figueiredo, E.S. (2015). Extração e caracterização do óleo da semente de maracujá. [Anais do Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica - Cobeq IC 2015], 172–177.
- Castro, R. C. de, Costa, L. F. S., Costa, L. M. D. de A. da, & Martins, G. B. C. (2021). Extração e análise de propriedades físico-químicas do óleo de açã (Euterpe oleracea Mart.). *Research, Society and Development*, 10(8), e24610817358–e24610817358.
- Cecchi, H. M. (2003). *Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos* (2a ed). Editora da UNICAMP.
- Cerceau, C.I. (2018). Desenvolvimento e validação de métodos para quantificação de constituintes majoritários em óleos essenciais por ressonância magnética nuclear. [Dissertação de Mestrado em Agroquímica, Universidade Federal de Viçosa].
- Codex. (2015). Codex Alimentarius Commission procedural manual (WHO/FAO 24th ed.).
- Coletti, G., Tavares, G., & Bendassolli, J. (2019). Recuperação de acetona em resíduos laboratoriais: Uma abordagem sobre aspectos da gestão, operacionais e da eficiência ambiental. *Química Nova*. 42 (6).

- Cordeiro, L.B.A. (2012). Desenvolvimento farmacotécnico e estudo de estabilidade de emulsões à base de óleo de semente de maracujá para prevenção de feridas. [Dissertação de Mestrado em Ciências Aplicadas a Produtos para Saúde, Universidade Federal Fluminense]
- Cordeiro, R. Ê. P., Ribeiro, L. D. O., Chimatti, W., Mendes, M. F., & Pereira, C. D. S. S. (2016). Reaproveitamento do caroço da azeitona para produção de sabonete esfoliante: Uma produção sustentável. *Revista Eletrônica TECCEN*, 6(1/2), 05.
- Correia, I.M.S.; Souza, M.J.B.; Sousa, E.M.B.D. (2010). Extração e caracterização do óleo de girassol (*Helianthus annuus* L.) utilizando o método de prensagem a frio e extração por solventes. [Anais do XVIII Congresso Brasileiro de Engenharia Química.]
- Costa, D.A.N. (2016). Estudo do processo de extração do óleo da Macaúba (*Acrocomia Intumescens*). [Dissertação de Mestrado em Engenharia Química, Centro de Tecnologia, Programa de Pós Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Alagoas].
- Cunha, K. M., & Cattelan, M. G. (2019). Desenvolvimento de produto alimentício com substituição parcial da farinha de trigo por farinha da casca de maracujá. *Revista Científica*, 1(1).
- Díaz Alvarez, M. C., & Guerrero Arrelucea, S. M. (2018). Influencia del índice de acidez em el poder calorífico del biodiesel, obtenido a partir de aceites reciclados de cocina. [Tese de Doutorado em Engenharia de Energia, Universidad Nacional del Santa]
- Doutel, G. S., Esteves, T. M., Souza, A. L. B., Leal, M. F., Lucena, R. S., & Cavalcante, R. M. (2018). Extração do óleo da semente do maracujá com co<sub>2</sub> supercrítico e via Soxhlet. *Blucher Chemical Engineering Proceedings*, 554–557.
- Ertas, A., Yilmaz, M. A., fricat, M. (2015). Chemical profile by LC–MS/MS, GC/MS and antioxidant activities of the essential oils and crude extracts of two *Euphorbia* species. *Natural Product Research*, 29(6), 529–534.
- Ferrari, R. A., Colussi, F., & Ayub, R. A. (2004). Caracterização de subprodutos da industrialização do maracujá-aproveitamento das sementes. *Revista Brasileira de Fruticultura*, 26(1), 101–102.
- Ferreira, A. M., Souza, B. M. V. de, Rigotti, M. A., & Loureiro, M. R. D. (2012). Utilização dos ácidos graxos no tratamento de feridas: Uma revisão integrativa da literatura nacional. *Revista da Escola de Enfermagem da USP*, 46(3), 752–760.
- Ferreira, B. S., De Almeida, C. G., Faza, L. P., De Almeida, A., Diniz, C. G., Silva, V. L. da, Grazul, R. M., & Le Hyaric, M. (2011). Comparative properties of frican nan oils obtained by different extraction methods. *Molecules*, 16(7), 5875–5885.
- Huang, T.-H., Wang, P.-W., Yang, S.-C., Chou, W.-L., & Fang, J.-Y. (2018). Cosmetic and therapeutic applications of fish oil's fatty acids on the skin. *Marine Drugs*, 16(8), 256.
- Instituto Adolfo Lutz, Zenebon, O., Pascuet, N. S., & Tiglea, P. (Orgs.). (2008). Métodos físico-químicos para análise de alimentos. Instituto Adolfo Lutz.
- Júnior, D. M. de L., Rangel, A. H. do N., Urbano, S. A., & Moreno, G. M. B. (2013). Lipid oxidation and lamb meat quality. *Acta Veterinaria Brasílica*, 7(1).
- Kobori, C. N., & Jorge, N. (2005). Caracterização dos óleos de algumas sementes de frutas como aproveitamento de resíduos industriais. *Ciência e Agrotecnologia*, 29(5), 1008–1014.
- Leonel, S., Leonel, M. & Duarte-Filho, J. Principais produtos e subprodutos obtidos do maracujazeiro. *Informe Agropecuário*, Belo Horizonte, v. 21, n. 206, p. 86-88, 2000.
- Lima, A.J.P. (2016). Extração, caracterização e confirmação das estruturas dos ácidos graxos majoritários presentes no óleo da *Terminalia catappa* linn (castanhola) através de técnicas espectroscópicas. [Dissertação de Mestrado em Química, Universidade Federal da Paraíba]
- Lima, G.S. (2019). Óleo de semente de maracujá (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*): diferentes métodos de extração, composição química, citotoxicidade e atividade antioxidante. [Dissertação de Mestrado em Nutrição, Universidade Federal de Pernambuco]
- López-Vargas, J. H., Fernández-López, J., Pérez-Álvarez, J. A., & Viuda-Martos, M. (2013). Chemical, physico-chemical, technological, antibacterial and antioxidant properties of dietary fiber powder obtained from yellow passion fruit (*Passiflora edulis* var. *Flavicarpa*) co-products. *Food Research International*, 51(2), 756–763.
- Malacrida, C.S. (2009). Caracterização de óleos extraídos de sementes de frutas: composição de ácidos graxos, tocoferóis e carotenóides. [Tese de Doutorado em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Estadual Paulista]
- Malacrida, C. R., & Jorge, N. (2012). Yellow passion fruit seed oil (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*): Physical and chemical characteristics. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 55(1), 127–134.
- Manhezi, A. C., Bachion, M. M., & Pereira, Â. L. (2008). Utilização de ácidos graxos essenciais no tratamento de feridas. *Revista Brasileira de Enfermagem*, 61, 620–628.
- Massa, T.B., Garcia, V.A.S. & Silva, C. (2015). Extração assistida por ultrassom do óleo de sementes de maracujá utilizando etanol. [Anais do 24º Encontro Anual de Iniciação Científica/4º Encontro Anual de Iniciação Científica Júnior]
- Matos, I. O., Dourado, D., & Pereira, N. P. (2015). Prospection of fixed oils fro frican nan an fricanan flora in sustainable cosmetology. *Visão Acadêmica*, 16(2).
- Mira, M.O., Fraga, I.M., Santos, D.T., Silva, E.L., Neto, F.V.C., Gonçalves, C.R., Souza, M.L. & Itokagi, D.M. (2016). Avaliação do rendimento do óleo extraído das sementes de maracujá (*Passiflora edulis*) a partir do método Soxhlet utilizando diferentes solventes. [Anais do 56º cbq].

- Moura, K. P. A. de, Almeida, A. P. F. de, Oliveira, A. T. C. de, Queiroz, V. F., Miranda, K. W. E., Mendes, L. G., & Monte, A. L. de S. (2021). Farinha do albedo do maracujá (*Passiflora edulis* Sims) para o enriquecimento de produtos cárneos: Uma revisão. *Research, Society and Development*, 10(8), e53110817603–e53110817603.
- Ngakou Takam, P., Tonfack Djikeng, F., Kuate, D., Nouemsi Kengne, A. P., Doungué Tsafack, H., Makamwé, I., & Oben, J. E. (2019). *Passiflora edulis* seed oil from west cameroon: Chemical characterization and assessment of its hypolipidemic effect in high-fat diet-induced rats. *Food Science & Nutrition*, 7(11), 3751–3758.
- Oliveira, A.C.S. (2020). Extração e caracterização do óleo da semente do maracujá para utilização no desenvolvimento de emulsões cosméticas. [Trabalho de Conclusão de Curso, Graduação em Farmácia, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro]
- Pacheco, D. de L., & Lobo, L. C. (2021). Antioxidantes utilizados para combater o envelhecimento cutâneo. *Revista Ibero-Americana de Humanidades, Ciências e Educação*, 7(9), 342–356.
- Pantoja Chamorro, A. L., Hurtado Benavides, A. M., & Martinez Correa, H. A. (2017). Caracterización de aceite de semillas de maracuyá (*Passiflora edulis* Sims.) procedentes de residuos agroindustriales obtenido con CO<sub>2</sub> supercrítico. *Acta Agronómica*, 66(2).
- Paula, R.C.M. (2015). Óleo de semente de maracujá (*Passiflora setacea* BRS Pérola do Cerrado e *Passiflora alata* BRS Doce Mel): propriedades químicas e efeito do processamento no perfil de compostos voláteis. [Tese de Doutorado em Ciências, Universidade Federal do Rio de Janeiro].
- Pereira, M.G. (2017). Caracterização do óleo de sementes de maracujá doce (*Passiflora alata* Curtis) e de maracujá azedo (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*) obtido por diferentes métodos de extração. [Tese de Doutorado em Engenharia de Alimentos, Universidade Federal do Paraná]
- Pereira, M. G., Maciel, G. M., Haminiuk, C. W. I., Bach, F., Hamerski, F., de Paula Scheer, A., & Corazza, M. L. (2019). Effect of extraction process on composition, antioxidant and antibacterial activity of oil from yellow passion fruit (*Passiflora edulis* var. *Flavicarpa*) seeds. *Waste and Biomass Valorization*, 10(9), 2611–2625.
- Perini, J. Â. D. L., Stevanato, F. B., Sargi, S. C., Visentainer, J. E. L., Dalalio, M. M. D. O., Matshushita, M., Souza, N. E. D., & Visentainer, J. V. (2010). Ácidos graxos poli-insaturados n-3 e n-6: Metabolismo em mamíferos e resposta imune. *Revista de Nutrição*, 23(6), 1075–1086.
- Purohit, S., Kalita, D., Barik, C. R., Sahoo, L., & Goud, V. V. (2021). Evaluation of thermophysical, biochemical and antibacterial properties of unconventional vegetable oil from Northeast India. *Materials Science for Energy Technologies*, 4, 81–91.
- Rezvankhah, A., Emam-Djomeh, Z., Safari, M., Askari, G., & Salami, M. (2019). Microwave-assisted extraction of hempseed oil: Studying and comparing of fatty acid composition, antioxidant activity, physicochemical and thermal properties with Soxhlet extraction. *Journal of Food Science and Technology*, 56(9), 4198–4210.
- Rufino, M. do S. M., Alves, R. E., Brito, E. S. de, Morais, S. M. de, Sampaio, C. de G., Pérez-Jiménez, J., & Saura-Calixto, F. D. (2007). Metodologia científica: Determinação da atividade antioxidante total em frutas pela captura do radical livre DPPH. *Embrapa Agroindústria Tropical-Comunicado Técnico (INFOTECA-E)*.
- Rosa, L. M. S., Kleinschmidt, F. L., Do Amaral, V., & Cardoso, B. M. (2021). Uso de ácidos graxos como opção original no tratamento de feridas crônicas: Uma revisão de literatura / Use of fatty acids as an first option in the treatment of chronic wounds: a literature review. *Brazilian Journal of Development*, 7(8), 79331–79350.
- Santos, O. V. dos, Vieira, E. L. S., Soares, S. D., Conceição, L. R. V. da, Nascimento, F. das C. A. do, & Teixeira-Costa, B. E. (2021). Utilization of agroindustrial residue from passion fruit (*Passiflora edulis*) seeds as a source of fatty acids and bioactive substances. *Food Science and Technology*, 41(suppl 1), 218–225.
- Sarkar, R., Podder, I., Gokhale, N., Jagadeesan, S., & Garg, V. K. (2017). Use of vegetable oils in dermatology: An overview. *International Journal of Dermatology*, 56(11), 1080–1086.
- Savi, J.O. (2009). Acompanhamento do amadurecimento e análise do grão de arroz por ressonância magnética nuclear – RMN. [Trabalho de Conclusão de Curso, Graduação em Química, Universidade Federal de Santa Catarina]
- Silva, D.R. (2017). Extração do óleo da semente do maracujá (*Passiflora edulis*) e avaliação inicial de sua incorporação em emulsões. [Trabalho de Conclusão de Curso, Graduação em Farmácia, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro]
- Silva, J. B. (2018). Estudo da estabilidade termo-oxidativa de óleos comestíveis ricos em ácidos graxos insaturados e blends. [Trabalho de Conclusão de Curso, Graduação em Química Industrial, Universidade Federal da Paraíba]
- Souza, L. C., Souza, E. S. e, Passos Brito, C. V. dos S., & Diniz, M. C. (2022). Prospecção Tecnológica da Utilização dos Ácidos Graxos de Óleos Vegetais na Indústria de Cosméticos. *Cadernos de Prospecção*, 15(2), 541–556.
- Telles, M.M. (2006). Caracterização dos grãos, torta e óleo de três variedades de girassol (*Helianthus annuus* L.) e estabilidade do óleo bruto. [Dissertação de Mestrado em Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina]
- Torres, S. B., Queiroz, A. L. F. G. de, Santos, A. N. A. dos, Alves, G. Q., Silva, I. A. da, Brito, J. K. C., Sultanun, R. F. de S., & Monteiro, A. C. S. (2021). Óleo de girassol (*Helianthus annuus* L.) como cicatrizante de feridas em idosos diabéticos / sunflower oil (*Helianthus annuus* L.) as a wound healer in diabetic elderly people. *Brazilian Journal of Health Review*, 4(2), 4692–4703.
- Vianna-Silva, T., Resende, E. D. de, Viana, A. P., Pereira, S. M. de F., Carlos, L. de A., & Vitorazi, L. (2008). Qualidade do suco de maracujá-amarelo em diferentes épocas de colheita. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 28(3), 545–550.
- Vieira, L. A. D. S. L., & Souza, R. B. A. (2019). Ação dos antioxidantes no combate aos radicais livres e na prevenção do envelhecimento cutâneo / action of antioxidants in fighting free radicals and in prevention of skin aging. *Revista de Psicologia*, 13(48), 408–418.