

# 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.

E.M. GAYDOU et A.R.P. RAMANOELINA\*

VALORISATION DES SOUS-PRODUITS DE L'INDUSTRIE DU JUS DES FRUITS DE GRENADILLE : COMPOSITION EN ACIDES GRAS ET EN STEROLS DE L'HUILE DES GRAINES.

E.M. GAYDOU et A.R.P. RAMANOELINA.

*Fruits*, Oct. 1983, vol. 38, n° 10, p. 699-703.

RESUME - Les graines du fruit de la passion (*Passiflora species*) constituent un sous-produit non valorisé de l'industrie des jus de fruits. Trois espèces ont été étudiées (*P. edulis* SIMS, *P. edulis* var. *flavicarpa* et *P. foetida*). Les graines représentent 8 à 9 p. 100 du fruit frais et contiennent 22 à 28 p. 100 d'huile. L'étude de la composition en acides gras de l'huile montre qu'elle est assez proche de celle de l'huile de tournesol. Trois acides gras sont majoritaires : l'acide linoléique (57-66 p. 100), l'acide oléique (18-20 p. 100) et l'acide palmitique (10-14 p. 100). La teneur en acide linoléique est faible (0,8-1,1 p. 100). L'analyse de la fraction stérolique révèle la présence majoritaire du  $\beta$ -sitostérol (49 p. 100). Deux autres stérols se trouvent à des concentrations non négligeables (campestérol : 10-12 p. 100 et stigmastérol : 18-28 p. 100). Ces résultats préliminaires permettent d'envisager l'utilisation de l'huile des graines de grenadilles dans un but alimentaire.

### INTRODUCTION

La demande de l'industrie des jus de fruits est croissante pour le jus de grenadille ou fruit de la passion (*Passiflora edulis*, famille des Passifloracées). La consommation à l'état frais est peu importante, la tendance étant à l'utilisation de ce fruit dans la fabrication des glaces et des sorbets. La grenadille fait l'objet de nombreuses recherches aussi

bien en agronomie (1-4) qu'en technologie (5). Des études conduites au Cameroun, en Côte d'Ivoire, aux Antilles et à la Réunion, ont fait l'objet d'un certain nombre de notes (6-8). Plusieurs centaines de milliers de tonnes sont produites annuellement. Les principaux pays producteurs sont : le Brésil, le Vénézuéla, la Colombie, le Pérou, l'Afrique du Sud, le Kenya, l'Australie, les Fidji (9), Hawaï, Sri Lanka (10), Formose, le Japon et la Nouvelle Guinée. Des productions plus modestes sont obtenues en Côte d'Ivoire, au Cameroun, aux Antilles, à la Réunion, à Madagascar et en Inde (11). Des tentatives récentes ont montré une acclimatation possible en Italie et en Corse.

\* - E.M. GAYDOU - Laboratoire de Phytochimie, Université de Droit, d'Economie et des Sciences, Centre de Saint-Jérôme, rue Henri Poincaré - 13397 MARSEILLE CEDEX 13.

A.R.P. RAMANOELINA - Département des Industries agricoles et alimentaires, Etablissement d'Enseignement supérieur des Sciences agronomiques, B.P. 175 - ANTANANARIVO (République Démocratique de Madagascar).

Le fruit de la passion se présente, de par sa forme et ses dimensions, un peu comme un oeuf de poule. Deux types de grenadilles se rencontrent généralement :

- la grenadille violette, la plus répandue à Madagascar (*Passiflora edulis* SIMS). On la cultive également en Australie, en Nouvelle-Zélande, en Afrique du Sud, à la Réunion et en Corse.

- la grenadille jaune (*Passiflora edulis* var. *flavicarpa*) qui est une forme botanique de la précédente, mieux adaptée aux zones tropicales humides de basse altitude. Cette forme est moins répandue à Madagascar.

D'autres *Passiflora* sont étudiées en Guyane comme porte-greffe notamment (5), on peut citer : *P. coccinea*, *P. foetida*, *P. laurifolia* et *P. mollissima*.

Un certain nombre de mises au point sont parues sur la composition chimique de l'arôme des jus de grenadille (12-14).

Dans le cadre des travaux que nous effectuons sur les plantes oléagineuses de Madagascar et susceptibles de présenter un intérêt alimentaire ou industriel (15-17), il nous a paru intéressant de procéder à l'analyse de la fraction lipidique des graines de trois échantillons de *Passiflora* (*P. edulis* SIMS, *P. edulis* var. *flavicarpa* et *P. foetida*). Si l'étude de la teneur en huile et de la composition en acides gras de l'huile de graines a fait l'objet d'un certain nombre de travaux dans le cas de *P. edulis* (18-22) et de *P. foetida* (23), la composition de la fraction stérolique n'a pas été abordée à notre connaissance.

## MATERIEL ET METHODES

### Echantillons.

Les fruits de *P. edulis* SIMS et de *P. edulis* var. *flavicarpa* ont été achetés en avril-mai 1982 sur le marché d'Antananarivo. Les fruits de *P. foetida* ont été ramassés à 15 km au nord de Tananarive.

### Teneur en huile.

Après séchage jusqu'à poids constant, les graines ont été broyées et les huiles ont été extraites au Soxhlet, avec de l'hexane distillé. La teneur en huile a été déterminée suivant la norme NFV-3-905 (24).

### Composition en acides gras.

Les esters méthyliques ont été préparés par saponification des triglycérides puis, par méthylation des acides gras par du méthanol contenant du trifluorure de bore (25). La séparation des esters méthyliques a été réalisée en utilisant un appareil de chromatographie en phase gazeuse Girdel modèle 300 équipé d'un détecteur à ionisation de flamme et d'une colonne capillaire en verre de 40 m (d.i. 0,35 mm) imprégnée de Carbowax 20M (épaisseur de phase : 0,1  $\mu$ m). Les températures étaient : four 190°C ; détecteur et injecteur 230°C. La pression d'hélium à l'entrée de la colonne utilisé comme gaz vecteur était de 0,4 bar avec un split de 5/100. Pour l'identification des esters méthyliques des huiles végétales connues (olive,

arachide, pépins de raisins) ont été utilisées comme références. Les longueurs de chaînes équivalentes (L.C.E.) sont en accord avec celles trouvées précédemment (15-26).

### Composition en stérols.

Après saponification des huiles par la potasse éthanolique 2M, l'insaponifiable a été séparé des savons par extraction à l'éther isopropylique. La purification de la fraction stérolique a été réalisée par chromatographie en couche mince (C.C.M.) sur gel de silice Merck (plaques en verre de 20x10 cm, 0,25 mm d'épaisseur du support) en utilisant un mélange chloroforme-éther diéthylique (90-10, v/v) comme solvant de développement. Les stérols ( $R_f = 0,4$ ) repérés, après pulvérisation de Rhodamine B, par exposition à la lumière ultraviolette (366 nm), ont été extraits de la silice par du chlorure de méthylène. Les stérols purifiés ont été acétylés suivant la norme NFT 60-232 (24). Le mélange de stérols acétylés a été chromatographié. L'appareil utilisé était un modèle Girdel 30 à ionisation de flamme équipé d'un injecteur évaporateur en verre. L'analyse a été effectuée sur une colonne capillaire en verre de 40 m (d.i. 0,28 mm) imprégnée de OV17 (méthyl phényl silicone) dont l'épaisseur de phase était de 0,15  $\mu$ m. Le gaz vecteur était l'hydrogène, pression 0,6 bar, fuite 0,9 ml/s. Les températures étaient : four 260°C, détecteur et injecteur 270°C. Les temps de rétention relatifs (TRR) des acétates de stérols ont été déterminés par rapport à l'acétate de cholestérol. Les stérols (tableau 3) ont été identifiés par comparaison de leurs TRR à ceux d'un mélange de référence (arachide, son de riz) et avec les valeurs données par ITOH et al. (27).

## RESULTATS ET DISCUSSION

Le pourcentage en poids des graines des fruits de grenadille varie entre 8 et 9 p. 100 selon les espèces et variétés (tableau 1). La teneur en huile de ces graines est relativement importante puisqu'elle est comprise entre 22 et 28 p. 100. La teneur en insaponifiable est assez faible (2,4 - 6,0 p. 100).

La séparation des acides gras sous forme d'esters méthyliques a été réalisée à l'aide de la chromatographie en phase gazeuse (CPG) en utilisant une colonne capillaire imprégnée de Carbowax 20M. Nous avons pu caractériser 14 acides gras. L'identification de tous les pics a été faite par l'utilisation des courbes établies avec des chromatogrammes d'huiles connues et par comparaison avec les travaux de FLANZY et al. (26), sur les longueurs de chaînes équivalentes. Ces résultats sont rassemblés dans le tableau 2. Trois acides gras sont prépondérants : acide palmitique (9,9-14,1 p. 100), acide oléique (18,2-20,5 p. 100) et acide linoléique (57,2-66,4 p. 100). Les acides stéarique (2,2-3,2 p. 100) et linoléique (0,8-1,1 p. 100) sont en plus faible concentration. Des acides gras à nombre impair d'atomes de carbone (pentadécanoïque et heptadécanoïque) ont été décelés à l'état de trace dans certains échantillons. Ces résultats montrent que la composition en acides gras varie

TABLEAU 1 - Caractéristiques des fruits et de l'huile de graines de *Passiflora*.

Caractéristiques	Espèce et variétés de grenadille		
	<i>P. edulis</i> SIMS	<i>P. edulis</i> var. <i>flavicarpa</i>	<i>P. foetida</i>
Couleur du fruit à maturité	violette	jaune	vert-jaune
Teneur en graine (p. 100 du fruit frais)	8,5	8,0	9,0
Teneur en huile (p. 100 des graines séchées)	22,0	24,2	27,8
Teneur en insaponifiable (p. 100 de l'huile)	2,4	6,0	2,5

TABLEAU 2 - Composition en acides gras de l'huile de graines de *Passiflora*.

Acide gras *		L.C.E. **	Espèces et variétés de grenadille		
Nom	Symbole		<i>P. edulis</i> SIMS	<i>P. edulis</i> var. <i>flavicarpa</i>	<i>P. foetida</i>
Laurique	12 : 0		0,2	tr.	-
Myristique	14 : 0		tr.	0,1	0,2
Pentadécanoïque	15 : 0		-	0,1	0,1
Palmitique	16 : 0		11,5	9,9	14,1
Palmitoléique	16 : 1 $\omega$ 7	16,27	0,4	0,4	0,9
Heptadécanoïque	17 : 0		0,1	-	0,1
Stéarique	18 : 0		2,2	2,2	3,2
Oléique	18 : 1 $\omega$ 9	18,21	18,2	19,8	20,5
Vaccénique	18 : 1 $\omega$ 7	18,27	-	1,9	1,7
Linoléique	18 : 2 $\omega$ 6	18,72	66,4	64,4	57,2
Nonadécanoïque	19 : 0		-	0,2	-
Linoléinique	18 : 3 $\omega$ 3	19,26	0,8	1,0	1,1
Arachidique	20 : 0		0,2	-	0,6
Eicosénoïque	20 : 1 $\omega$ 9	20,14	tr.	-	0,3

\* - pourcentage en poids déterminé par C.P.G.

\*\* - longueurs de chaîne équivalente.

TABLEAU 3 - Composition en stérols de la fraction stérolique de l'huile de *Passiflora*.

Stérol *	TRR **	<i>Passiflora</i> species	
		<i>edulis</i>	<i>foetida</i>
Cholestérol	1,00	0,5	0,4
Brassicastérol	1,14	1,0	0,4
Campestérol	1,33	12,3	10,3
Stigmastérol	1,45	28,6	18,3
$\beta$ -sitostérol	1,70	48,8	48,6
Fucostérol	1,77	0,4	0,2
$\Delta$ 5-avénastérol	1,85	4,5	4,6
$\Delta$ 7-stigmastérol	1,95	1,6	3,8
$\Delta$ 7-avénastérol	2,17	1,8	2,8
?	2,45	0,4	10,5

\* - Pourcentage en poids déterminé par C.P.G. sous forme d'acétates de stérols.

\*\* - Temps de rétention relatif déterminé par rapport à l'acétate de cholestérol.

peu aussi bien entre les espèces que les variétés. Ces huiles sont fortement insaturées (81,5 à 87,5 p. 100) et la composition en acides gras est assez voisine de celle de l'huile de tournesol (25). Une forte teneur en acide linoléique a déjà été signalée par divers auteurs (18-22-31).

L'identification des pics des chromatogrammes obtenus à partir de la fraction stérolique a été faite en déterminant leurs temps de rétention relatifs (TRR) sous forme d'acétates par rapport à l'acétate de cholestérol. Ces résultats ont été comparés avec les travaux de ITOH et al. (27). Nous avons obtenu 10 pics et identifié 9 stérols. Les résultats sont rassemblés dans le tableau 3 pour deux espèces de *Passiflora*. On peut remarquer que la composition varie peu d'une espèce à l'autre sauf au niveau du stigmastérol et d'une substance non identifiée ayant un TRR de 2,45. Les trois stérols prépondérants sont le  $\beta$ -sistostérol (48,6-48,8 p. 100), le stigmastérol (18,3-28,6 p. 100) et le campestérol (10,3-12,3 p. 100). Trois autres stérols se trouvent à des concentrations plus faibles : le  $\Delta$ 5-avénastérol (4,5 p. 100) le  $\Delta$ 7-stigmastérol (1,6-3,8 p. 100) et le  $\Delta$ 7-avénastérol (1,8-2,8 p. 100). Le cholesté-

rol (0,4-0,5 p. 100), le brassicastérol (0,4-1,0 p. 100) et le fucostérol (0,2-0,4 p. 100) ont également été détectés. Si l'on compare la composition de la fraction stérolique des huiles de graines de grenadille à celle d'autres huiles végétales (28-30), on peut remarquer que celles-ci sont assez proches de celle du beurre de cacao publiée par ITOH et al. (28-29).

En conclusion, les huiles extraites des graines des fruits de la passion sont des huiles insaturées, riches en acide linoléique et dont la composition en acides gras est assez proche de l'huile de tournesol. Elles pourraient être utilisées dans un but alimentaire. La qualité diététique de ces huiles a été testée sur des rats albinos et aucune modification du métabolisme n'a été observée (32-33).

#### REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier Messieurs G. RAVELOJAONA et R. RAONIZAFINIMANANA pour l'aide qu'ils nous ont apportée dans la réalisation de ce travail.

#### BIBLIOGRAPHIE

- BLONDEAU (J.P.) et BERTIN (Y.). 1978.  
Carences minérales chez la grenadille. I. et II.  
*Fruits*, 33 (6), 433-443 et 33 (10), 681-691.
- BLONDEAU (J.P.) et BERTIN (Y.). 1980.  
Carences minérales chez la grenadille (*Passiflora edulis* SIMS, var. *flavicarpa*). III et IV.  
*Fruits*, 35 (6), 361-367.
- MARCHAL (J.), BLONDEAU (J.P.) et BERTIN (Y.). 1980.  
Carences minérales chez la grenadille (*Passiflora edulis* SIMS, var. *flavicarpa*). V.  
*Fruits*, 35 (9), 529-536.
- FOUQUE (A.) et FOUQUE (Ruth). 1980.  
Quelques notes sur la grenadille jaune.  
*Fruits*, 35 (5), 309-312.
- IRFA, 1978.  
Etudes sur les fruitiers tropicaux (autres que bananiers, ananas, Citrus).  
*Fruits*, 33 (9), 547-665.
- AUBERT (B.). 1974.  
La culture de la grenadille au Kenya.  
*Fruits*, 29 (4), 323-328.
- AUBERT (B.). 1975.  
Précocité de la production de la grenadille violette, *Passiflora edulis* SIMS.  
*Fruits*, 30 (9), 535-540.
- MARCHAL (J.) et BOURDEAUT (J.). 1972.  
Echantillonnage foliaire de la grenadille (*Passiflora edulis* SIMS, var. *flavicarpa*).  
*Fruits*, 27 (4), 307-311.
- NAVILLE (R.). 1975.  
Le commerce de la grenadille et du jus aux Fidji.  
*Fruits*, 30 (1), 65-66.
- BERTIN (Y.). 1976.  
La culture de la grenadille au Sri-Lanka (Ceylan).  
*Fruits*, 31 (3), 171-176.
- GANAPATHY (K.M.) et SINGH (H.P.). 1975.  
Passion-fruit (Granadilla) for malnad areas.  
*Indian Hort.*, 20 (2), 7-9.
- HUET (R.). 1973.  
L'arôme du jus de grenadille.  
*Fruits*, 28 (5), 397-403.
- HERRMANN (K.). 1981.  
Review on chemical composition and constituents of some important exotic fruits.  
*Z. Lebensmittel-Forsch.*, 173 (1), 47-60.
- CASIMIR (D.J.), KEFFORD (J.F.) and WHITFIELD (F.B.). 1981.  
Technology and flavor chemistry of passion fruit juices and concentrates.  
*Adv. Food Res.*, 27, 243-295.
- GAYDOU (E.M.), BIANCHINI (J.P.) et RAONIZAFINIMANANA (R.). 1980.  
Quantitative analysis of fatty acids and sterols in Malagasy rice bran oils.  
*J. Amer. Oil Chem. Soc.*, 57 (4), 141-142.
- GAYDOU (E.M.), BIANCHINI (J.P.), RABARISOA (I.) et RAVELOJAONA (G.). 1980.  
Plantes oléagineuses endémiques de Madagascar.  
I. Etude de la composition en acides gras et en stérols de quelques espèces de palmiers.  
*Oléagineux*, 35 (8-9), 413-415.
- RABARISOA (I.), BIANCHINI (J.P.) et GAYDOU (E.M.). 1981.  
Composition des huiles extraites du fruit de *Ravenala madagascariensis*.  
*Can. J. Plant. Sci.*, 61, 691-695.
- ZUNIGA (R.J.). 1981.  
Oil seeds from the American tropics.  
*Arch. Latinoam. Nutr.*, 31 (2), 350-370.
- PRASAD (J.). 1980.  
Pectin and oil from passion fruit waste.  
*Fiji Agric. J.*, 42 (1), 45-48.
- PRUTHI (J.S.). 1962.  
Chemical composition and utilisation of passion fruit seed, seed oil and seed meal.  
*Indian Oil Soap J.*, 28, 55-62.
- CORDOVA (R.A.). 1974.  
Fatty acids in fruit residues and industrial residues.

- Bol. Soc. Quim. Peru*, 40 (4), 227-241.
22. LOPEZ (A.S.). 1980.  
Lipids from the seeds of passion fruit (*Passiflora edulis*).  
*Rev. theobroma*, 10 (1), 47-50.
23. HASAN (S.Q.), AHMAD (I.), SHERWANI (M.R.K.), ANSARI (A.A.) and OSMAN (S.M.). 1980.  
Studies on herbaceous seed oils. X.  
*Fette, Seifen, Austrichm.*, 82 (5), 204-205.
24. AFNOR. 1981.  
Recueil de Normes françaises. Corps gras, graines oléagineuses, produits dérivés.  
*AFNOR, Paris, 2e édition.*
25. WOLFF (J.P.). 1968.  
Manuel d'analyse des corps gras.  
*Azoulay, Paris.*
26. FLANZY (J.), BOUDON (M.), LEGER (C.) et PIHET (J.). 1976.  
Application of Carbowax 20M as open-tubular liquid phase in analysis of nutritionally important fats and oils.  
*J. Chrom. Sci.*, 14, 17-34.
27. ITOH (T.), TANI (H.), FUKUSHIMA (K.), TAMURA (T.) and MATSUMUTO (T.). 1982.  
Structure-retention relationship of sterols and triterpene alcohols in gas chromatography on a glass capillary column.  
*J. Chromatogr.*, 234, 65-76.
28. ITOH (T.), TAMURA (T.) and MATSUMUTO (T.). 1973.  
Sterol composition of 19 vegetable oils.  
*J. Amer. Oil Chem. Soc.*, 50, 122-125.
29. ITOH (T.), TAMURA (T.) and MATSUMUTO (T.). 1974.  
Sterols and methylsterols in some tropical and subtropical vegetable oils.  
*Oléagineux*, 29 (5), 253-258.
30. JEONG (T.), ITOH (T.), TAMURA (T.) and MATSUMUTO (T.). 1974.  
Analysis of sterol fractions from twenty vegetable oils.  
*Lipids*, 9 (11), 921-927.
31. MENSIER (P.H.). 1957.  
Dictionnaire des huiles végétales.  
*P. LECHEVALIER, Paris.*
32. PRUTHI (J.S.) and LAL (G.). 1955.  
The nutritive value and utilization of purple passion fruits (*Passiflora edulis*).  
*Indian J. Hort.*, 12, 34-37.
33. PRUTHI (J.S.). 1963.  
Studies on the nutritive value of raw and bleached passion fruit seed oil.  
*Indian Oil seeds J.*, 7 (1), 60-65.





E. & E. AZOULAY & C<sup>o</sup>

tous les fruits  
exotiques

2, rue des Tropiques  
E 108-94538 RUNGIS Cedex  
tél. 687.25.40 - télex 270079