

Aprovechamiento de Cáscara de Piña como Fuente de Compuestos Bioactivos para la Fabricación de Hidrogeles

Bustamante-Maeda, Isabela, Eng.¹, Romero-Robles, Laura Eugenia, Ph.D.², and Antunes-Ricardo Marilena, Ph.D.³

^{1,2}Tecnológico de Monterrey, Escuela de Ingeniería y Ciencias. Departamento de Ciencias Químicas, Monterrey, Nuevo León, isabelabustamante0398@gmail.com, romero@tec.mx

³Tecnológico de Monterrey, Centro de Biotecnología FEMSA, Escuela de Ingeniería y Ciencias. Monterrey, Nuevo León. ³Tecnológico de Monterrey, The Institute for Obesity Research, Av. Eugenio Garza Sada 2501 Sur, C.P. 4849 Monterrey, México, marilena.antunes@tec.mx

Abstract—Pineapple (*Ananas comosus*) is one of the most consumed fruits worldwide. Its industrial processing generates a large amount of agri-food waste, and among these, the peel represents a high percentage. Pineapple peel is a rich source of phenolic compounds with widely demonstrated antioxidant and anti-inflammatory properties. In this study, the technical feasibility of developing hydrogels with potential cosmetic applications through the incorporation of bioactive compounds extracted from pineapple peel was evaluated. Taking the above into account, different formulation tests were carried out until a product with the expected physical characteristics for a potential cosmetic topical application was found. The obtained hydrogel was synthesized using agarose as a matrix, hyaluronic acid as a crosslinker, and PEG 200-pineapple peel extract as a source of phenolic compounds. Using the FTIR spectroscopic technique, the correct cross-linking and addition of the bioactive compounds to the polymer matrix was demonstrated through significant signals at wave numbers 805, 1670, and 3500 cm⁻¹. Finally, the release profile of the hydrogel was evaluated by HPLC-DAD, observing that the compound that exhibited a higher release rate was syringic acid. The results obtained demonstrated that the synthesis of the hydrogel added with phenolic compounds obtained from the pineapple peel was successful. This work will contribute to reducing the wastage of pineapple peel, transforming it into valuable cosmetic products.

Keywords—Hydrogels, bioactive compounds, pineapple, *Ananas comosus*, phenolic compounds

Resumen—Resumen—La piña (*Ananas comosus*) es una de las frutas más consumidas a nivel mundial. Su procesamiento industrial genera una gran cantidad de desecho agroalimentario, y entre estos la cáscara representa un alto porcentaje. La cáscara de piña es una fuente rica de compuestos fenólicos con propiedades antioxidantes y antiinflamatorias ampliamente demostradas. En este estudio se evaluó la factibilidad técnica de desarrollar hidrogeles con potenciales aplicaciones cosméticas a través de la incorporación de compuestos bioactivos extraídos de la cáscara de piña. Tomando en cuenta lo anterior, se realizaron distintas pruebas de formulación hasta encontrar un producto con las características físicas esperadas para una potencial aplicación tópica cosmética. El hidrogel obtenido se sintetizó utilizando

agarosa como matriz, ácido hialurónico como entrecruzante y extracto PEG 200-cáscara de piña como fuente de compuestos fenólicos. Utilizando la técnica espectroscópica de FTIR se demostró el correcto entrecruzamiento y adición de los compuestos bioactivos a la matriz polimérica mediante señales significativas en los números de onda 805, 1670 y 3500 cm⁻¹. Finalmente, se evaluó el perfil de liberación del hidrogel mediante HPLC-DAD, observando que el compuesto que exhibió una mayor tasa de liberación fue el ácido siríngico. Los resultados obtenidos demostraron que la síntesis del hidrogel adicionado con compuestos fenólicos obtenidos de la cáscara de piña fue exitosa. Este trabajo contribuirá en disminuir el desaprovechamiento de la cáscara de piña transformándola en productos de valor con carácter cosmético.

Palabras claves—Hidrogeles, compuestos bioactivos, Piña, *Ananas comosus*, compuestos fenólicos.

I. INTRODUCTION

Los residuos de la agroindustria constituyen una fuente rica en diversos compuestos bioactivos [1], ya que sus subproductos han demostrado ser una excelente fuente de pigmentos, compuestos fenólicos, fibra, enzimas, ácidos orgánicos, minerales, entre otros [2], [3]. Estos compuestos bioactivos se caracterizan por tener propiedades que cumplen funciones benéficas en el cuerpo humano: efectos antibacterianos, anticancerígenos, antioxidantes, antiinflamatorios y cardioprotectores [4]–[6].

El uso adecuado de este tipo de residuos involucra fomentar el reciclaje y transformación de residuos en materias primas o convertirlos en subproductos útiles que ayuden a mejorar la calidad de vida del individuo, bien sea mejorando su salud a través de sustancias bioactivas (fenoles, carotenoides, y otros pigmentos, vitaminas, etc), o reduciendo el impacto medioambiental producido por una gestión inadecuada de los residuos [7]–[10]. La mayoría de los cultivos agrícolas producen frutas y verduras donde solo se consume la pulpa, desaprovechando otras partes importantes, como la cáscara, y generando una gran cantidad de residuos [11]. Las semillas, las cáscaras y otras partes de frutas y vegetales contienen cantidades significativas de fitoquímicos y

Digital Object Identifier: (only for full papers, inserted by LACCEI).
ISSN, ISBN: (to be inserted by LACCEI).
DO NOT REMOVE

nutrientes esenciales que generalmente son desaprovechados dado que no se consumen [12]–[14].

La piña (*Ananas comosus*) es una de las frutas más consumidas en el mundo [15]. Su producción total anual oscila entre los 16 y 19 millones de toneladas [14] principalmente en países como Tailandia, México, Costa Rica y otros países cercanos al Ecuador [16]. Además de su calidad sensorial, las propiedades nutricionales de la piña también merecen interés, ya que es una buena fuente de macromoléculas como la glucosa, fibra y proteínas con actividad enzimática [17]. Sin embargo, el aumento en la producción de piña deriva en una gran cantidad de desecho generado por la industria agroalimentaria [12], ya que aproximadamente el 50% de la piña se pierde durante el procesado, principalmente se desperdician la cáscara y corona [15].

La composición de la piña incluye un alto contenido de azúcar, biopolímeros como la celulosa, oligoelementos como el manganeso, y compuestos bioactivos, entre los que se pueden mencionar polifenoles y flavonoides, como el ácido ferúlico, gálico y cumárico [18], [19]. A la presencia de estos últimos compuestos se les atribuye la actividad antioxidante y antibacteriana de la piña [19], ya que este tipo de moléculas impiden los procesos de oxidación en especies reactivas de oxígeno y otros radicales libres durante el metabolismo celular, previniendo el proceso de estrés oxidativo, el cual está directamente relacionado con el envejecimiento [20], [21]. La producción de extractos de polifenoles a partir de subproductos alimentarios es prometedora para la industria cosmética, o el cuidado de la piel, que busca continuamente fuentes nuevas, sostenibles y rentables de ingredientes funcionales [22].

La cáscara de piña se utiliza raramente en productos industriales, sin embargo, se ha generado interés en aprovechar los desechos de esta para el desarrollo de subproductos [23]. Una de las aplicaciones que se ha reportado es la obtención de hidrogeles con distintas propiedades, entre las que se puede mencionar ambientales [14] y sistemas de liberación [24] en las que se aprovechan sus características biocompatibles y biodegradables.

Se denomina hidrogel (**Fig. 1**) a una red tridimensional de polímeros naturales o sintéticos que poseen un alto grado de flexibilidad debido a su gran contenido de agua [25]. En condiciones fisiológicas, son capaces de retener una gran cantidad de agua o fluidos biológicos, además de poseer propiedades características tales como funcionalidad deseada, reversibilidad, esterilización y biocompatibilidad, lo que los convierte en una sustancia ideal para una amplia variedad de aplicaciones [26]–[28]. La biodegradabilidad también constituye una ventaja de estos materiales y por ende sobresale la importancia y factibilidad de utilizar biomoléculas descartando sus variantes sintéticas [14], [29]. La

incorporación de sustancias activas en una estructura de hidrogel puede conducir al desarrollo de nuevos productos que además de fines estéticos o cosméticos, también puedan exhibir efectos antiinflamatorios y antioxidantes [30]. La preparación de hidrogel, el rendimiento modificado y el mecanismo de reticulación suelen estar relacionados con la aplicación que se desea, por ejemplo, la preparación para el cabello, la piel, las uñas y el cuidado bucal [2], [4].

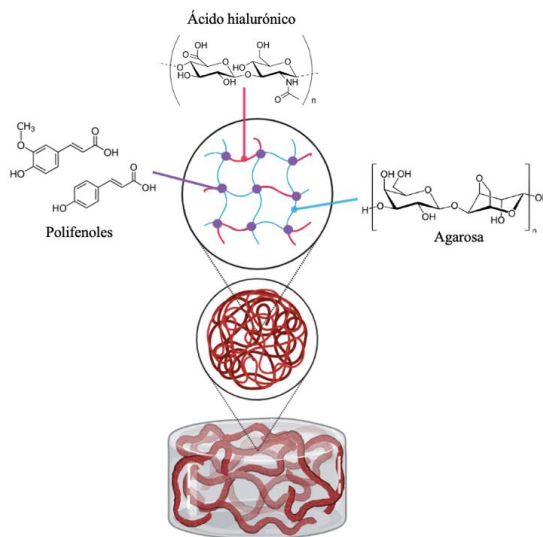


Fig 1. Esquema de representación de un hidrogel. Generado en BioRender.

Considerando lo antes expuesto, el objetivo de este proyecto consistió en evaluar la factibilidad técnica de la elaboración de hidrogeles, con potencial aplicación cosmética utilizando el residuo de cáscara de piña como fuente de compuestos bioactivos antioxidantes. Se buscaba un hidrogel sólido y manipulable, capaz de tomar la forma de la superficie en la que se colocara para lograr aplicarlo de manera tópica sin sufrir algún tipo de desgaste.

II. DESARROLLO EXPERIMENTAL

A. Reactivos y equipos

Para la realización del presente trabajo se utilizó Cáscara de piña miel la cual se obtuvo de los mercados locales de la ciudad de Monterrey, Nuevo León. En cuanto a los reactivos químicos, se utilizó Polietilenglicol (PEG) 200 (Productos Químicos Monterrey $\geq 97\%$, Monterrey, NL, MEX), Ácido Hialurónico (AH) (Sigma-Aldrich $\geq 99\%$, St. Louis, MO, EE.UU), Glutaraldehído 2.5% (GA 25%) (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, EE.UU), Dimeticona (Sigma-Aldrich $\geq 98\%$, St. Louis, MO, EE.UU), Agarosa (Gibco BRL Ultrapura, Rockville, MD, EE.UU), Metanol (Merck $\geq 99\%$, Darmstadt, DEU), E.D.T.A Sal Disódica (Productos Químicos Monterrey $\geq 98\%$, Monterrey, NL, MEX), Ácido Cítrico (AC)

(Desarrollo de Especialidades Químicas SA de CV \geq 97%, Monterrey, NL, MEX) y Ácido Tánico (AT) (Sigma Chemical \geq 97%, St. Louis, MO, EE.UU).

Se utilizó un Cromatógrafo Líquido Acoplado a un Detector de Arreglo de Diodos (HPLC-DAD) Modelo Agilent Serie 1260, para determinar la concentración de los compuestos fenólicos en distintos solventes, así como el perfil de liberación mediante el análisis de los fitoquímicos presentes en el hidrogel. Por otro lado, se utilizó un espectrómetro FTIR/ATR Modelo Spectrum 400, Perkin-Elmer, para determinar los cambios en los grupos funcionales correspondientes a la creación de la nueva red polimérica.

B. Método Experimental

1) *Extracción de compuestos activos*: La cáscara de piña miel fue preparada previamente para su manipulación siguiendo la metodología reportada por [31]. Se lavó y almacenó a -80 °C. Las cáscaras de piña se llevaron a una liofilizadora Modelo FreeZone 12, LABCONCO a una temperatura de -49 °C y una presión de 0.22 mbar durante 5 días. Después de la liofilización, las cáscaras de piña se molieron en un triturador de café marca Hamilton durante 5 minutos. Finalmente, se hizo pasar la harina por un tamiz de 780 nm para obtener un polvo homogéneo.

Para llevar a cabo la extracción correspondiente a los compuestos antioxidantes presentes en la cáscara de piña, se pesó 1 gramo de harina de piña y se mezcló con 10 mL de PEG 200 o metanol 80%, respectivamente, en tubos Falcon de 50 mL. La extracción se llevó a cabo en un Sonicador Barson 250 durante 15 minutos para, posteriormente, se centrifugó a 5,000 rpm durante 10 minutos a 20 °C en una Centrifuga ThermoScientific SL 16R. Finalmente, se extrajo el sobrenadante y se llevó a secar en un equipo de evaporación al vacío (Genevac EZ-2; Ipswich, UK) durante 12 horas a 40°C. Finalmente, las muestras fueron resuspendidas en metanol 80% v/v. Por otro lado, las muestras correspondientes al PEG 200 no se evaporaron, por lo que se realizaron diluciones 200:800 μ L con metanol 80% v/v.

2) *Cuantificación de los compuestos fenólicos presentes en los diferentes extractos de cáscara de piña mediante Cromatografía Líquida de Alta Eficiencia Acoplada a un Arreglo de Diodos (HPLC-DAD)*

Con la finalidad de determinar la concentración correspondiente a los compuestos bioactivos en la extracción realizada en metanol 80% o PEG 200, se llevó a cabo un análisis cromatográfico (HPLC-DAD) a partir de la metodología establecida por [32].

La separación se llevó a cabo en una columna LUNA C18 5U (Phenomex, 250x4.6 mm, tamaño de partícula de 5 μ m). Se

usaron como eluyentes agua (fase A) y metanol 80% (fase B), ambos con un 1% (v/v) de ácido fórmico aplicando los siguientes gradientes correspondientes a la fase B: 5 a 40% durante 35 minutos, 40 a 70% durante 15 minutos, 70 a 100% durante 2 min y mantenimiento un gradiente isocrático al 100% los últimos 3 minutos. El tiempo total de ejecución fue de 65 minutos a un flujo de 0.8 mL/min, una presión de 400 bar y a una temperatura de 30°C. El volumen de inyección fue de 10 μ L. Las longitudes de onda de detección se fijaron en 280 y 320 nm. La determinación de la concentración de estos compuestos se llevó a cabo utilizando un estándar de ácido ferúlico ($y = 0.0512x - 0.5785$; $R^2=0.9994$) y ácido gálico ($y = 11.089x + 3.9506$; $R^2 = 0.9999$).

Adicionalmente, se llevó a cabo una espectrometría de masas a partir de la metodología establecida por [32]. Se utilizó un equipo Agilent LC/MSD TOF. Los espectros se escanearon en un rango de m/z 100-1500 mediante ionización por electropulverización positiva [ESI (+)]. Se utilizó nitrógeno como gas seco a un flujo de 13 L/min y a una presión de 45 PSI. La temperatura del gas se ajustó a 350 °C y el potencial capilar a 4000 V. La amplitud de fragmentación se ajustó a 120 V.

3) Formulación del hidrogel

En cuanto a la formulación del hidrogel, se utilizaron distintos reactivos entrecruzantes y gelificantes con la finalidad de obtener el resultado más apropiado para la aplicación dermatológica y biocompatible de interés. De la misma manera, se probaron distintos aditivos que dieran valor como conservadores o para ayudar a mantener la estructura de la red polimérica. Estos fueron agregados en una proporción $< 1\%$, respectivamente. Las distintas formulaciones desarrolladas se encuentran representadas en la **Tabla I**.

TABLA I
Formulaciones desarrolladas para la elaboración de hidrogeles con carácter cosmético conteniendo 1% de extracto de cáscara de piña.

Formulación (N°)	Extracción (solvente)	Entrecruzante (Crosslinker)	Agua (%)	Aditivos
1	Metanol 80%	Ácido hialurónico (AH) + Ácido Cítrico (AC)	90	EDTA + Glutaraldehído (GA) 2.5%
2	Metanol 80%	Ácido hialurónico (AH) + Ácido hialurónico (AH)	70	Glutaraldehído (GA) 2.5% + Dimeticona
3	PEG200	Ácido hialurónico (AH) + Ácido Tánico (AT)	70	Glutaraldehído (GA) 2.5%
4	PEG200	Ácido hialurónico (AH)	60	Glutaraldehído (GA) 2.5% + Dimeticona

4) Análisis de la formación de la red polimérica mediante Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)

Para el estudio correspondiente a la formación de la red polimérica, se caracterizó el producto obtenido de la formulación del hidrogel mediante Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR). Para ello se utilizó un equipo FTIR/ATR Modelo Spectrum 400, Perkin-Elmer. El análisis se realizó con una longitud de onda de 4000–380 cm^{-1} , con un total 16 scans y 4.0 cm^{-1} de resolución.

5) Perfil de liberación de los compuestos fenólicos presentes en el hidrogel.

Para la determinación del perfil de liberación de los compuestos fenólicos sintetizados en el hidrogel, se utilizó Cromatografía Líquida de Alta Eficiencia siguiendo las condiciones mencionadas anteriormente, a partir de la metodología establecida por [32].

Para la preparación de la muestra, se pesaron 5 g del hidrogel obtenido en un vaso de precipitado y se agregaron 10 mL de buffer fosfato salino (PBS, pH 7.4). La mezcla se llevó a una agitación continua de 100 rpm y se tomaron alícuotas de 1 mL en los tiempos 0, 30 y 60 minutos en tubos Eppendorf. El volumen de PBS retirado en cada alícuota fue reemplazado con solución fresca de PBS. Posteriormente, se llevaron a sequedad bajo condiciones de vacío (Genevac EZ-2, Ipswich, UK) durante 20 horas para después realizar una extracción con 800 μL de acetato de etilo, se mezclaron por 1 min y se centrifugaron durante 5 min a 5,000 rpm. La fase superior se llevó a sequedad y se resuspendieron en metanol 80% v/v y se llevaron a análisis.

C. Análisis estadístico.

En cuanto al análisis estadístico y el procesamiento de datos, los resultados fueron analizados por triplicado y se expresaron como el promedio \pm desviación estándar. El análisis estadístico se llevó a cabo utilizando el software JMP PRO 16.0. Se generó un modelo estadístico utilizando ANOVA con un modelo lineal general. Se utilizó el método de Tukey para evaluar las diferencias estadísticamente significativas entre los compuestos de cada extracto considerando un 95% de confianza ($p \leq 0.05$). Por otro lado, se llevó a cabo un análisis t-student para determinar una diferencia significativa entre ambos tipos de solventes con un 95% de confianza ($p \leq 0.05$).

III. RESULTADOS

A. Evaluación de los compuestos fenólicos presentes en los diferentes extractos de cáscara de piña.

La **Fig. 2** representa la separación cromatográfica de los compuestos polifenólicos extraídos de la cáscara de piña utilizando metanol 80% v/v (a) y PEG 200 (b) como solventes. De la misma manera, la caracterización de dichos compuestos está reportada en la **Tabla II**; estos se asignaron en función de sus espectros de absorción UV/Vis (λ max), m/z y comparación con la literatura.

Las señales obtenidas en ambos cromatogramas ya han sido previamente identificadas en la cáscara de piña [32]. Los compuestos fenólicos detectados se caracterizan por presentarse acetilados o glucosilados, tal es el caso para el hexósido de sinapoilo (pico 1), el p-cumaroil-feruloil glicerol (pico 2) y el N-L- γ -glutamil-S-coniferil-cisteína (pico 3) [33], [34]. Los polifenoles anteriormente mencionados y ácido ferúlico (pico 4), ya han sido previamente estudiados y se han reportado resultados en los que se determina su actividad antioxidante, la cual es capacidad de inhibir la degradación oxidativa en el metabolismo celular [11], [20]. De la misma manera, existe evidencia del aprovechamiento de esta bioactividad en productos destinados al cuidado de la piel [35].

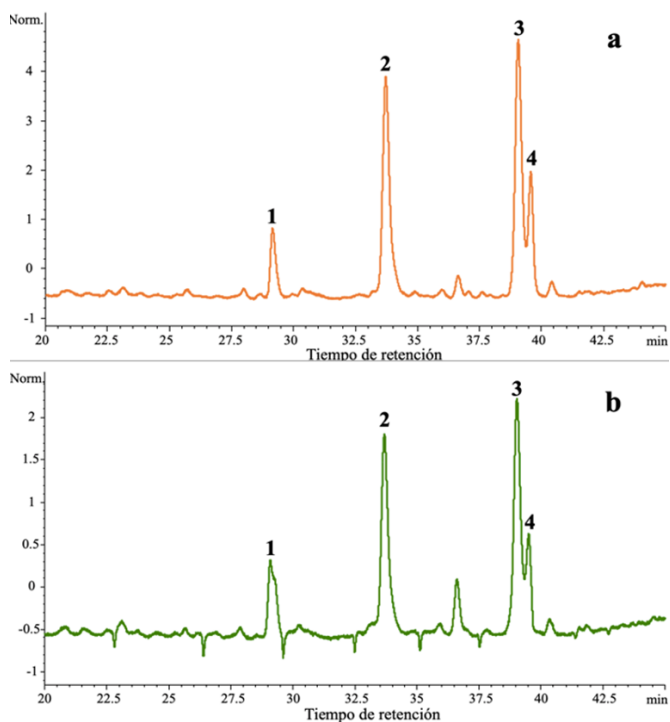


Fig 2. Perfil de compuestos fenólicos detectados en la cáscara de piña extraída usando como solventes (a) metanol 80% v/v y (b) polietilenglicol 200 (PEG 200).

Es importante mencionar que, al realizar el análisis con ambos solventes, se observó el mismo perfil de compuestos. Esto indica que, tanto el metanol como el PEG, son capaces de extraer los mismos compuestos antioxidantes provenientes de

la cáscara de piña. De la misma manera, en el análisis estadístico se muestran diferencias significativas entre los dos tipos de extractos. De acuerdo con el contenido total de compuestos obtenidos en cada solvente, el PEG 200 es capaz de extraer una mayor concentración de polifenoles.

Por lo tanto, este tipo de solventes orgánicos permiten el uso de estos extractos en distintos ámbitos industriales. Sin embargo, no se recomienda su uso para productos de uso humano [36]. Por lo tanto, se optó por utilizar el extracto de PEG 200 para la formulación del hidrogel. Ya se ha reportado el uso cosmético de PEG 200 como humectante y solvente tópico y capilar [37]. Aunado a esto, los resultados obtenidos en la **Fig. 2** y **Tabla II**, comprueban que el hexósido de sinapoilo, p-cumaroil-feruloil glicerol, N-L- γ -glutamyl-S-coniferil-cisteína y el ácido ferúlico se extraen eficazmente en este solvente, aportando la actividad antioxidante y antiinflamatoria que se busca en el producto.

TABLA II

Identificación y cuantificación de compuestos fenólicos extraídos de la cáscara de piña utilizando distintos solventes. ^{abc} Indica diferencia estadística entre los compuestos de cada extracto (Tukey $p \leq 0.05$). * Indica diferencia estadística entre ambos solventes (t-student $p \leq 0.05$).

Pico (N°)	Tiempo de Retención (min)	λ_{max} (nm)	m/z [M+H] ⁺	Metanol 80%	PEG200
				$\mu\text{g/g}$	$\mu\text{g/g}$
1	29	330	409	3.17 \pm 1.45 ^c	33.06 \pm 4.51 ^{b*}
2	33.71	243, 331, 300	415	26.09 \pm 8.37 ^{ab}	87.54 \pm 22.81 ^{ab*}
3	39.06	316	413	30.17 \pm 8.90 ^a	121.30 \pm 38.16 ^{a*}
4	39.7	322, 292, 236	195	10.26 \pm 2.51 ^{bc}	19.62 \pm 17.71 ^a
TOTAL				69.69 \pm 20.44	261.52 \pm 81.47*

B. Formulación del hidrogel

En este estudio, los hidrogeles fueron sintetizados mediante el entrecruzamiento químico de una matriz polimérica, un agente reticulante y la adición de compuestos fenólicos del extracto PEG 200. Se optó por utilizar la formulación No. 4 ya que contaba con las características físicas deseables para la aplicación tópico-cosmética de interés (**Fig. 3**).



Fig. 3. Hidrogel obtenido de la formulación desarrollada usando PEG200 para la extracción ácido hialurónico (AH) como agente entrecruzante, agua (60%) y una mezcla de glutaraldehído (GA) 2.5% y dimeticona como aditivos.

Dicha formulación se preparó utilizando agarosa como matriz, la cual ha sido previamente reportada en el uso de hidrogeles [38]. Por otro lado, se escogió ácido hialurónico como entrecruzante, el cual, además de que brinda estabilidad a la red polimérica [39], es un principio activo usado comúnmente para el cuidado de la piel como agente hidratante [40]. Finalmente, los aditivos agregados a esta formulación fueron GA 2.5% como conservador, y dimeticona, la cual proporciona la rigidez necesaria para lograr la manipulación del producto. Ambos son utilizados con frecuencia en productos cosméticos [41], [42].

Entre las características físicas relevantes de este producto, se puede mencionar que es un sólido firme que permite su manipulación y aplicación en la piel sin sufrir algún tipo de desgaste o fractura, es lo suficientemente flexible para tomar la forma de la superficie en la que se coloque y se mantiene húmedo a temperatura ambiente

C. Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)

La **Fig. 4** muestra los espectros obtenidos mediante FTIR correspondientes al ácido ferúlico (a), ácido hialurónico (b), agarosa (c) y el hidrogel sintetizado a partir de la formulación No. 4 (d).

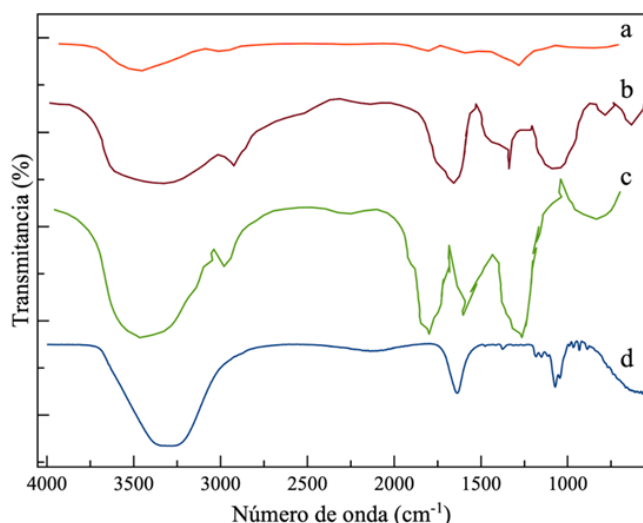


Fig. 4. Espectro FTIR de ácido féulico (a), ácido hialurónico (b), agarosa (c) y el hidrogel sintetizado a partir de la formulación No. 4 (d).

En el espectro resultante del hidrogel, se observa una disminución en el pico que corresponde a los dobles enlaces (805 cm^{-1}), a comparación del estiramiento presentado por la agarosa, esto se debe al entrecruzamiento generado entre el polímero y el entrecruzante [35]. Por otro lado, se puede observar una señal significativa a un número de onda de 1670 cm^{-1} en el espectro d, el cual indica la formación de un nuevo grupo éster, producto de las nuevas interacciones con los grupos fenólicos [43], [44]. Finalmente, es posible mencionar que la banda correspondiente a los grupos -OH ($3200\text{--}3700\text{ cm}^{-1}$) es la más pronunciada para el hidrogel, comprobando que los grupos hidroxilo de los polifenoles y el ácido hialurónico se unen eficazmente a la matriz polimérica [45].

D. Perfil de liberación de los compuestos fenólicos presentes en el hidrogel.

Se evaluó el perfil de liberación de los compuestos fenólicos provenientes de la cáscara de piña adicionados a los hidrogeles de carácter cosmético. Entre los factores que controlan el perfil de liberación del hidrogel, se encuentra la cantidad de polifenoles incorporados y su acomodo en la matriz polimérica [46].

La **Tabla III** describe el compuesto obtenido, mediante HPLC-DAD, del análisis del perfil de liberación de fitoquímicos contenidos en el hidrogel de la formulación No. 4.

TABLA III

Identificación y cuantificación del compuesto fenólico analizado mediante perfil de liberación del hidrogel sintetizado a partir de la formulación No. 4.

Compuesto identificado	λ_{max} (nm)	m/z [M+H] ⁺	Tiempo (min)	Concentración liberada al medio ($\mu\text{g/g}$)
Ácido siríngico	277	199.059	0	393.57 ± 4.42
			30	931.80 ± 19.36
			60	1575.59 ± 20.29

Ya se ha reportado la presencia de ácido siríngico en la cáscara de piña [32]. Este es un compuesto polifenólico que se caracteriza por tener actividad antioxidante, antimicrobiana, antiinflamatoria, entre otras, que permiten su aplicación, tanto en el sector biomédico, como en los productos que buscan el cuidado de la piel [47].

El entrecruzamiento y estructura de la red polimérica determinan la velocidad y cantidad de liberación del ácido siríngico proveniente del hidrogel [48]. La composición de los hidrogeles juega un papel importante en la liberación controlada de compuestos activos, mostrando una dependencia directa en el entrecruzante, y se puede ajustar cambiando la concentración de polímero o incorporando otros componentes [49].

IV. CONCLUSIÓN

Este estudio demostró la factibilidad técnica de la elaboración de hidrogeles con potencial aplicación cosmética aprovechando los compuestos bioactivos naturales provenientes de los residuos de cáscara de piña. Se determinaron las concentraciones correspondientes a los compuestos polifenólicos extraídos de la cáscara de piña utilizando Metanol 80% o PEG 200 como solventes, respectivamente. Tomando en cuenta los resultados obtenidos, mediante HPLC-DAD, se concluyó que se obtiene una extracción con mayor concentración utilizando PEG 200, por lo que fue seleccionado para llevar a cabo la síntesis del hidrogel. Además, se descartó la extracción de Metanol 80% ya que este no es un solvente óptimo para el uso personal. Por otro lado, las distintas formulaciones que se llevaron a cabo para la elaboración del hidrogel demostraron la factibilidad de sintetizar estas redes poliméricas con la finalidad de obtener un producto de carácter cosmético. Así mismo, el espectro obtenido mediante FTIR comprueba los cambios generados en los grupos funcionales de la matriz, el entrecruzante y los grupos fenólicos añadidos a la red polimérica. Aunado a esto, la evaluación del perfil de liberación comprueba la capacidad del hidrogel de liberar polifenoles con actividad antioxidante que ayuden al cuidado de la piel. Es posible comprobar que la composición de los hidrogeles juega un papel importante en la liberación controlada de compuestos bioactivos y se puede ajustar cambiando la concentración de polímero u otros componentes, como el entrecruzante.

Para futuras investigaciones, se recomienda seguir evaluando el perfil de liberación de los de compuestos bioactivos sintetizados en el hidrogel. Sería recomendable estudiar este comportamiento a largo plazo para determinar otros parámetros como la velocidad de liberación. Adicionalmente, evaluar la capacidad de absorción de agua, así como la densidad de entrecruzamiento, ya que esto permite determinar de una manera más detallada el perfil de liberación de estos hidrogeles.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Tecnológico de Monterrey por brindar el soporte requerido para llevar a cabo esta investigación.

REFERENCIAS

- [1] W. M. Hikal, H. A. H. Said-Al Ahl, K. G. Tkachenko, A. Bratovic, M. Szczepanek, and R. M. Rodriguez, "Sustainable and environmentally friendly essential oils extracted from pineapple waste," *Biointerface Research in Applied Chemistry*, vol. 12, no. 5. AMG Transcend Association, pp. 6833–6844, Oct. 15, 2022. doi: 10.33263/BRIAC125.68336844.
- [2] S. Ullah, A. A. Khalil, F. Shaikat, and Y. Song, "Sources, extraction and biomedical properties of polysaccharides," *Foods*, vol. 8, no. 8. MDPI Multidisciplinary Digital Publishing Institute, 2019. doi: 10.3390/foods8080304.
- [3] M. O. Ramadhan and M. N. Handayani, "The potential of food waste as bioplastic material to promote environmental sustainability: A review," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, Dec. 2020, vol. 980, no. 1. doi: 10.1088/1757-899X/980/1/012082.
- [4] S. Mitura, A. Sionkowska, and A. Jaiswal, "Biopolymers for hydrogels in cosmetics: review," *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 31, no. 6, 2020, doi: 10.1007/s10856-020-06390-w.
- [5] M. Hadidi et al., "Polysaccharides from pineapple core as a canning by-product: Extraction optimization, chemical structure, antioxidant and functional properties," *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 163, pp. 2357–2364, Nov. 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.09.092.
- [6] G. Rivera-Hernández, M. Antunes-Ricardo, P. Martínez-Morales, and M. L. Sánchez, "Polyvinyl alcohol based-drug delivery systems for cancer treatment," *International Journal of Pharmaceutics*, vol. 600, no. October 2020, 2021, doi: 10.1016/j.ijpharm.2021.120478.
- [7] M. Chiarelto, J. C. P. S. Restrepo, H. E. F. Lorin, and F. M. Damaceno, "Composting organic waste from the broiler production chain: A perspective for the circular economy," *Journal of Cleaner Production*, vol. 329. Elsevier Ltd, Dec. 20, 2021. doi: 10.1016/j.jclepro.2021.129717.
- [8] J. Viyoch, T. Sudedmark, W. Srema, and W. Suwongkrua, "Development of hydrogel patch for controlled release of alpha-hydroxy acid contained in tamarind fruit pulp extract," *International Journal of Cosmetic Science*, vol. 27, no. 2, pp. 89–99, 2005, doi: 10.1111/j.1467-2494.2004.00250.x.
- [9] S. Djilas, J. Čanadanović-Brunet, and G. Četković, "By-products of fruits processing as a source of phytochemicals," *Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, vol. 15, no. 4, pp. 191–202, 2009, doi: 10.2298/CICEQ0904191D.
- [10] W. M. Hikal et al., "Pineapple (*Ananas comosus*) L. Merr.), Waste Streams, Characterisation and Valorisation: An Overview," *Open Journal of Ecology*, vol. 11, no. 09, pp. 610–634, 2021, doi: 10.4236/oje.2021.119039.
- [11] C. v. Ortinero et al., "Distilled Spirit Extraction of Phenolic Antioxidants from Fruit and Vegetable Residues," *Journal of Ecological Engineering*, vol. 22, no. 1, pp. 125–131, 2020, doi: 10.12911/22998993/128864.
- [12] M. F. Zainuddin, R. Shamsudin, M. N. Mokhtar, and D. Ismail, "Physicochemical Properties of Pineapple Plant Waste Fibers from the Leaves and Stems of Different Varieties," *BioResources*, vol. 9, no. 3, pp. 5311–5324, 2014, doi: 10.15376/biores.9.3.5311-5324.
- [13] B. Ozturk, J. Winterburn, and M. Gonzalez-Miquel, "Orange peel waste valorisation through limonene extraction using bio-based solvents," *Biochemical Engineering Journal*, vol. 151, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.bej.2019.107298.
- [14] H. Dai and H. Huang, "Modified pineapple peel cellulose hydrogels embedded with sepia ink for effective removal of methylene blue," *Carbohydrate Polymers*, vol. 148, pp. 1–10, 2016, doi: 10.1016/j.carbpol.2016.04.040.
- [15] P. H. Chu et al., "Starch extracted from pineapple (*Ananas comosus*) plant stem as a source for amino acids production," *Chemical and Biological Technologies in Agriculture*, vol. 8, no. 1, pp. 1–15, 2021, doi: 10.1186/s40538-021-00227-6.
- [16] M. F. Hossain, "World pineapple production: An overview," *African Journal of Food, Agriculture, Nutrition and Development*, vol. 16, no. 4, pp. 11443–11456, 2016, doi: 10.18697/ajfand.76.15620.
- [17] D. I. Santos et al., "Pineapple (*Ananas comosus* L.) by-products valorization: Novel bio ingredients for functional foods," *Molecules*, vol. 26, no. 11, Jun. 2021, doi: 10.3390/molecules26113216.
- [18] S. O. Dahunsi, "Liquefaction of pineapple peel: Pretreatment and process optimization," *Energy*, vol. 185, pp. 1017–1031, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.energy.2019.07.123.
- [19] K. Sebei, A. Gnouma, W. Herchi, F. Sakouhi, and S. Boukhchina, "Lipids, proteins, phenolic composition, antioxidant and antibacterial activities of seeds of peanuts (*Arachis hypogaea* L.) cultivated in Tunisia," 2013.
- [20] V. Sánchez-Valle and N. Méndez-Sánchez, "Estrés oxidativo, antioxidantes y enfermedad ARTÍCULO DE REVISIÓN," 2013.
- [21] S. B. Nimse and D. Pal, "Free radicals, natural antioxidants, and their reaction mechanisms," *RSC Advances*, vol. 5, no. 35, pp. 27986–28006, 2015, doi: 10.1039/c4ra13315c.
- [22] R. Dias, H. Oliveira, I. Fernandes, J. Simal-Gandara, and R. Perez-Gregorio, "Recent advances in extracting phenolic compounds from food and their use in disease prevention and as cosmetics," *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, vol. 61, no. 7. Bellwether Publishing, Ltd., pp. 1130–1151, 2021. doi: 10.1080/10408398.2020.1754162.
- [23] H. Dai et al., "Green pH/magnetic sensitive hydrogels based on pineapple peel cellulose and polyvinyl alcohol: synthesis, characterization and naringin prolonged release," *Carbohydrate Polymers*, vol. 209, no. 381, pp. 51–61, 2019, doi: 10.1016/j.carbpol.2019.01.014.
- [24] S. S. Kwon, B. J. Kong, and S. N. Park, "Physicochemical properties of pH-sensitive hydrogels based on hydroxyethyl cellulose-hyaluronic acid and for applications as transdermal delivery systems for skin lesions," *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, vol. 92, pp. 146–154, 2015, doi: 10.1016/j.ejpb.2015.02.025.
- [25] E. M. Ahmed, "Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review," *Journal of Advanced Research*, vol. 6, no. 2, pp. 105–121, 2015, doi: 10.1016/j.jare.2013.07.006.
- [26] J. M. Rosiak and F. Yoshii, "Hydrogels and their medical applications." [Online]. Available: www.elsevier.nl/locate/nimb
- [27] C. Y. Gong et al., "Synthesis and characterization of PEG-PCL-PEG thermosensitive hydrogel," *International Journal of Pharmaceutics*, vol. 365, no. 1–2, pp. 89–99, 2009, doi: 10.1016/j.ijpharm.2008.08.027.
- [28] A. Khan, M. B. H. Othman, K. A. Razak, and H. M. Akil, "Synthesis and physicochemical investigation of chitosan-PMAA-based dual-responsive hydrogels," *Journal of Polymer Research*, vol. 20, no. 10, Oct. 2013, doi: 10.1007/s10965-013-0273-7.
- [29] C. Chang and L. Zhang, "Cellulose-based hydrogels: Present status and application prospects," *Carbohydrate Polymers*, vol. 84, no. 1. pp. 40–53, Feb. 11, 2011. doi: 10.1016/j.carbpol.2010.12.023.
- [30] O. v. Zillich, U. Schweiggert-Weisz, P. Eisner, and M. Kerscher, "Polyphenols as active ingredients for cosmetic products," *International Journal of Cosmetic Science*, vol. 37, no. 5, pp. 455–464, 2015, doi: 10.1111/ics.12218.
- [31] L. Martinez-Alvarado "Effects of solid-state fermentation of pineapple peel with *L. plantarum*, *L. rhamnosus* and *A. oryzae* on the production of antioxidant and anti-inflammatory compounds" Master of Science In Biotechnology Thesis, Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, June 2022.
- [32] C. B. Steingass, M. P. Glock, R. M. Schweiggert, and R. Carle, "Studies into the phenolic patterns of different tissues of pineapple (*Ananas comosus* [L.] Merr.) infructescence by HPLC-DAD-ESI-MSn and GC-MS analysis,"

Analytical and Bioanalytical Chemistry, vol. 407, no. 21, pp. 6463–6479, 2015, doi: 10.1007/s00216-015-8811-2.

[33] A. F. Aili Hamzah, M. H. Hamzah, H. Che Man, N. S. Jamali, S. I. Siajam, and M. H. Ismail, “Recent Updates on the Conversion of Pineapple Waste (*Ananas comosus*) to Value-Added Products, Future Perspectives and Challenges,” *Agronomy*, vol. 11, no. 11, p. 2221, Nov. 2021, doi: 10.3390/agronomy11112221.

[34] D. A. Campos, T. B. Ribeiro, J. A. Teixeira, L. Pastrana, and M. M. Pintado, “Integral valorization of pineapple (*Ananas comosus* L.) By-products through a green chemistry approach towards Added Value Ingredients,” *Foods*, vol. 9, no. 1, 2020, doi: 10.3390/foods9010060.

[35] R. Dias, H. Oliveira, I. Fernandes, J. Simal-Gandara, and R. Perez-Gregorio, “Recent advances in extracting phenolic compounds from food and their use in disease prevention and as cosmetics,” *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, vol. 61, no. 7. Bellwether Publishing, Ltd., pp. 1130–1151, 2021. doi: 10.1080/10408398.2020.1754162.

[36] M. Gürlér, W. Martz, B. Taştekin, T. Najafova, and R. B. Dettmeyer, “Estimates of Non-Alcoholic Food-Derived Ethanol and Methanol Exposure in Humans,” *Journal of Analytical Toxicology*, vol. 46, no. 2, pp. 200–211, Mar. 2022, doi: 10.1093/jat/bkaa198.

[37] C. Fruijtier-Pölloth, “Safety assessment on polyethylene glycols (PEGs) and their derivatives as used in cosmetic products,” *Toxicology*, vol. 214, no. 1–2, pp. 1–38, Oct. 15, 2005. doi: 10.1016/j.tox.2005.06.001.

[38] L. M. Zhang, C. X. Wu, J. Y. Huang, X. H. Peng, P. Chen, and S. Q. Tang, “Synthesis and characterization of a degradable composite agarose/HA hydrogel,” *Carbohydrate Polymers*, vol. 88, no. 4, pp. 1445–1452, May 2012, doi: 10.1016/j.carbpol.2012.02.050.

[39] M. A. Gwak, B. M. Hong, and W. H. Park, “Hyaluronic acid/tannic acid hydrogel sunscreen with excellent anti-UV, antioxidant, and cooling effects,” *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 191, pp. 918–924, Nov. 2021, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2021.09.169.

[40] Q. Xu et al., “Collagen- and hyaluronic acid-based hydrogels and their biomedical applications,” *Materials Science and Engineering R: Reports*, vol. 146. Elsevier Ltd, Oct. 01, 2021. doi: 10.1016/j.msere.2021.100641.

[41] E. L. Thá, A. D. P. M. Canavez, D. C. Schuck, V. S. C. Gagosian, M. Lorencini, and D. M. Leme, “Beyond dermal exposure: The respiratory tract as a target organ in hazard assessments of cosmetic ingredients,” *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, vol. 124. Academic Press Inc., Aug. 01, 2021. doi: 10.1016/j.yrtph.2021.104976.

[42] H. Miller, J. Trujillo-Trujillo, F. Mutebi, and H. Feldmeier, “Efficacy and safety of dimeticones in the treatment of epidermal parasitic skin diseases with special emphasis on tungiasis: an evidence-based critical review,” *Brazilian Journal of Infectious Diseases*, vol. 24, no. 2. Elsevier Editora Ltda, pp. 170–177, Mar. 01, 2020. doi: 10.1016/j.bjid.2020.01.004.

[43] D. Ciolacu, A. M. Oprea, N. Anghel, G. Cazacu, and M. Cazacu, “New cellulose-lignin hydrogels and their application in controlled release of polyphenols,” *Materials Science and Engineering C*, vol. 32, no. 3, pp. 452–463, Apr. 2012, doi: 10.1016/j.msec.2011.11.018.

[44] S. Jafari et al., “Phenolic compound profile of probiotic (*Lactobacillus rhamnosus* LR5) fortified vegetable tablet and probiotic survival in the simulated gastrointestinal tract,” *Scientific Reports*, vol. 12, no. 1, Dec. 2022, doi: 10.1038/s41598-022-04874-z.

[45] S. Sathawong, W. Sridach, and K. anan Techato, “Recovery of Kraft Lignin from OPEFB and Using for Lignin–Agarose Hydrogel,” *Journal of Polymers and the Environment*, vol. 26, no. 8, pp. 3307–3315, Aug. 2018, doi: 10.1007/s10924-018-1218-3.

[46] T. Cui, Y. Wu, C. Ni, Y. Sun, and J. Cheng, “Rheology and texture analysis of gelatin/dialdehyde starch hydrogel carriers for curcumin controlled release,” *Carbohydrate Polymers*, vol. 283, May 2022, doi: 10.1016/j.carbpol.2022.119154.

[47] C. Srinivasulu, M. Ramgopal, G. Ramanjaneyulu, C. M. Anuradha, and C. Suresh Kumar, “Syringic acid (SA) – A Review of Its Occurrence, Biosynthesis, Pharmacological and Industrial Importance,” *Biomedicine and Pharmacotherapy*, vol. 108. Elsevier Masson SAS, pp. 547–557, Dec. 01, 2018. doi: 10.1016/j.biopha.2018.09.069.

[48] J. Liao, B. Hou, and H. Huang, “Preparation, properties and drug controlled release of chitin-based hydrogels: An updated review,” *Carbohydrate Polymers*, vol. 283. Elsevier Ltd, May 01, 2022. doi: 10.1016/j.carbpol.2022.119177.

[49] D. Ciolacu, A. M. Oprea, N. Anghel, G. Cazacu, and M. Cazacu, “New cellulose-lignin hydrogels and their application in controlled release of polyphenols,” *Materials Science and Engineering C*, vol. 32, no. 3, pp. 452–463, Apr. 2012, doi: 10.1016/j.msec.2011.11.018.