

INSTITUTO FEDERAL GOIANO – CAMPUS RIO VERDE
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGROQUÍMICA

**Farinhas, Pectinas e Filmes Biodegradáveis obtidos de
Resíduos de Melancia: Propriedades Físico-químicas,
Tecnológica, Bioativas, Degradabilidade e Morfológica**

Autor: Antonio Carlos Pereira de Menezes Filho
Orientador: Dr. Carlos Frederico de Souza Castro
Coorientador: Dr. João Carlos Perbone de Souza

**RIO VERDE – GO
Fevereiro – 2020**

INSTITUTO FEDERAL GOIANO – CAMPUS RIO VERDE
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGROQUÍMICA

**Farinhas, Pectinas e Filmes Biodegradáveis obtidos de
Resíduos de Melancia: Propriedades Físico-químicas,
Tecnológica, Bioativas, Degradabilidade e Morfológica**

Autor: Antonio Carlos Pereira de Menezes Filho
Orientador: Dr. Carlos Frederico de Souza Castro
Coorientador: Dr. João Carlos Perbone de Souza

Dissertação apresentada como parte das exigências
para obtenção do título de MESTRE EM
AGROQUÍMICA, no Programa de Pós-Graduação
em Agroquímica do Instituto Federal de Educação,
Ciência e Tecnologia Goiano – Campus Rio Verde –
Área de concentração Agroquímica.

**RIO VERDE – GO
FEVEREIRO – 2020**

Sistema desenvolvido pelo ICMC/USP
Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema Integrado de Bibliotecas - Instituto Federal Goiano

M543f Menezes Filho, Antonio Carlos Pereira de Menezes
Filho
Farinhas, Pectinas e Filmes Biodegradáveis de
Resíduos de Melancia: Propriedades Físico-Químicas,
Tecnológica, Bioativas, Degradabilidade e Morfológica
/ Antonio Carlos Pereira de Menezes Filho Menezes
Filho; orientadora Carlos Frederico de Souza Castro
Castro; co-orientadora João Carlos Perbone de Souza
de Souza. -- Rio Verde, 2020.
160 p.

Dissertação (em Mestrado em Agroquímica - PPGAq) --
Instituto Federal Goiano, Campus Rio Verde, 2020.

1. Citrullus lanatus. 2. Resíduos agrícolas. 3.
Pectina. I. Castro, Carlos Frederico de Souza
Castro, orient. II. de Souza, João Carlos Perbone de
Souza, co orient. III. Título.

Responsável: Johnathan Pereira Alves Diniz - Bibliotecário-Documentalista CRB-1 nº2376



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
 MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
 SECRETARIA DE EDUCAÇÃO PROFISSIONAL E TECNOLÓGICA
 INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA GOIANO
 CAMPUS RIO VERDE - GO
 DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
 PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGROQUÍMICA

**ATA Nº 63 (SESSENTA E TRÊS)
 BANCA EXAMINADORA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO**

Aos vinte dias do mês de fevereiro do ano de dois mil e vinte, às 13:30 (treze horas e trinta minutos), reuniram-se os componentes da Banca Examinadora: Prof. Dr. Carlos Frederico de Souza Castro (orientador), Prof.^a Dr.^a Eloiza da Silva Nunes Viali (avaliadora interna), Prof.^a Dr.^a Geovana Rocha Plácido (avaliadora externa), sob a presidência do primeiro, em sessão pública realizada na Sala 52 do prédio da DPGPI, no IF Goiano – Campus Rio Verde, para procederem a avaliação da defesa de Dissertação, em nível de mestrado, da autoria de **ANTONIO CARLOS PEREIRA DE MENEZES FILHO**, discente do Programa de Pós-Graduação em Agroquímica do Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde. A sessão foi aberta pelo presidente da Banca Examinadora, Prof. Dr. Carlos Frederico de Souza Castro, que fez a apresentação formal dos membros da Banca. A palavra, a seguir, foi concedida ao autor da Dissertação para, em 30 min., proceder à apresentação de seu trabalho. Terminada a apresentação, cada membro da banca arguiu o examinado, tendo-se adotado o sistema de diálogo sequencial. Terminada a fase de arguição, procedeu-se a avaliação da defesa. Tendo-se em vista as normas que regulamentam o Programa de Pós-Graduação em Agroquímica, e procedida às correções recomendadas, a Dissertação foi APROVADA, considerando-se integralmente cumprido este requisito para fins de obtenção do título de **MESTRE EM AGROQUÍMICA**, na área de concentração Agroquímica, pelo Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde. A conclusão do curso dar-se-á quando da entrega na secretaria do PPGAq da versão definitiva da Dissertação, com as devidas correções. Assim sendo, a defesa perderá a validade, se não cumprida essa condição, em até 60 (sessenta) dias da sua ocorrência. A Banca Examinadora recomendou a publicação dos artigos científicos oriundos dessa Dissertação em periódicos de circulação nacional e/ou internacional, após procedida as modificações sugeridas. Cumpridas as formalidades da pauta, a presidência da mesa encerrou esta sessão de defesa de Dissertação de Mestrado, e para constar, eu, Renata Maria de Miranda Rios Resende, secretária do PPGAq, lavrei a presente Ata, que, após lida e achada conforme, será assinada pelos membros da Banca Examinadora em duas vias de igual teor.


 Prof.^a Dr.^a Eloiza da Silva Nunes Viali
Avaliadora interna
 IF Goiano / Rio Verde


 Prof.^a Dr.^a Geovana Rocha Plácido
Avaliadora externa
 IF Goiano / Rio Verde


 Prof. Dr. Carlos Frederico de Souza Castro
Presidente da Banca
 IF Goiano / Rio Verde

AGRADECIMENTOS

Agradeço a toda equipe do Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde, pela oportunidade de estar concluindo o mestrado, pelo trabalho árduo e consistente, sendo mais um lutador por uma educação pública de qualidade, com mais pesquisas e mais bolsas de estudos.

Ao Programa de Pós-Graduação em Agroquímica – PPGAq, pela excelente estrutura física, disciplinar, ao corpo docente e a secretária Pâmela, que sempre com muita paciência me atendeu, nos documentos tirando dúvidas e auxiliando no preenchimento de alguns dados pelo PPGAq e pela FAPEG.

Agradeço a FAPEG (Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de Goiás), pela concessão da bolsa de mestrado do Edital 2018.

Minha gratidão ao Prof. Dr. João Carlos Perbone de Souza, coordenador deste programa de pós-graduação, por ter me alertado quanto ao meu currículo LATTES para a concessão da bolsa, pois foi imprescindível durante os dois anos de luta.

Ao meu ilustríssimo orientador Prof. Dr. Carlos Frederico de Souza Castro, que me aceitou desde as duas iniciações científicas, a paciência que teve comigo durante os quatro anos de convívio, às vezes danando comigo, mas sei que foi para me instruir e encaminhar sempre ao certo e honroso. Obrigado pelo incentivo, paciência, cobranças e liberdade de trabalhar com meus projetos paralelos. As reuniões para apresentação dos trabalhos, entre os colegas de laboratório e durante as turmas de graduação apresentando nossos trabalhos, as tantas reuniões para transmitir os conhecimentos de cálculo químico, (e olha que foram muitos kkkkkk), e as conversas produtivas.

Obrigado novamente pela paciência, e por me orientar no caminho da pesquisa e docência.

Ao meu também ilustríssimo coorientador Prof. Dr. João Carlos Perbone de Souza, que as poucas vezes que conversamos a respeito do trabalho e durante as arguições dos três sofridos seminários (kkkkkk), demonstrou que o estudo e a procura do saber mais profundo nas entrelinhas dos parágrafos dos livros e artigos, pudesse me engrandecer no que hoje carrego como bagagem de conhecimento, tão importante e que possa transmitir a outras pessoas.

Agradeço também aos GRANDES mestres Prof. Dr. Celso Martins Belisário, pelas boas conversas, grandes ajudas e nos valiosos esclarecimentos da área de alimentos; a Prof.^a Dr.^a Cássia Cristina Fernandes Alves, pela educação, simplicidade,

amor, paciência que foi muita ao longo da disciplina de Química Orgânica Avançada, as festas e sempre transmitindo ENERGIAS POSITIVAS!; aos tantos outros professores do programa que fizeram presença inigualável transmitindo o saber para que eu pudesse subir mais um degrau na minha vida!

Aos alunos de iniciação científica e de mestrado, Andressa, Damaris, José Wilson Rugo (ZÉ) do QUITEC, Wendel, Josemar Rugo (ZECA), pela ajuda em algumas análises tão importantes para esta dissertação.

A banca examinadora composta pelas professoras doutoras, Eloiza da Silva Nunes e Geovana Rocha Plácido, que fizeram importantes colocações para que estes conjuntos de trabalhos apresentassem maiores riquezas de detalhes técnico-científicos.

Não poderia deixar de agradecer a minha base, às pessoas mais importantes da minha vida, a razão por todo meu esforço e trabalho: meus pais! Antônio Carlos e Sônia Gláucia, todo meu amor! Estando sempre presentes em todos os momentos durante a minha vida. As minhas irmãs Wívian Leão de Menezes e Suyanne Leão de Menezes, que tanto me orgulho.

BIBLIOGRAFIA DO AUTOR

Natural de Rio Verde – GO, filho de Antônio Carlos Pereira de Menezes e Sônia Gláucia Arantes Leão de Menezes, Antonio Carlos Pereira de Menezes Filho nasceu em 09 de junho de 1986.

Em 2007 iniciou sua graduação no curso de Licenciatura e Bacharelado em Ciências Biológicas, na Universidade de Rio Verde – Campus Rio Verde.

Em 2016 iniciou seu curso técnico em Açúcar e Álcool, no Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde.

Em 2018 ingressou no Programa de Pós-Graduação em Agroquímica do Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde, sob a orientação do Professor Dr. Carlos Frederico de Souza Castro e coorientação pelo Professor Dr. João Carlos Perbone de Souza.

“Somos pequenos seres em desenvolvimento em um grande planeta, em um enorme sistema solar, em uma gigantesca galáxia, em meio a trilhões de outras gigantescas galáxias em um universo em expansão multivariado”

Antonio Carlos Pereira de Menezes Filho

ÍNDICE GERAL

	Página
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	12
3. CAPÍTULO I	14
Obtenção e caracterização físico-química e bioativa das farinhas da casca e entrecasca de melancia cv. <i>Crimson Sweet Extra</i>	14
RESUMO.....	14
ABSTRACT.....	15
3.1 Introdução	16
3.2 Material e Métodos	17
3.2.1 Coleta dos resíduos agrícolas.....	17
3.2.2 Produção das farinhas	17
3.2.3 Análises Físico-químicas	17
3.2.4 Caracterização bioativa.....	18
3.2.5 Microscopia eletrônica por varredura	18
3.2.6 Análise estatística	18
3.3 Resultados e Discussão	18
3.3.1 Análises físico-químicas	18
3.4 Conclusão.....	26
3.5 Agradecimentos	26
3.6 Referências bibliográficas.....	27
4. CAPÍTULO II	34
Produção, Rendimento e Caracterização Físico-Química de Pectina a Partir da Entrecasca de Melancia (<i>Citrullus Lanatus</i>): Otimização por Experimento Box-Behnken	34
4.1 Introdução	36
4.2 Material e Métodos	38
4.3 Resultados	40
4.4 Discussão	42
4.5 Conclusão.....	47
4.6 Agradecimentos	47
4.7 Referências bibliográficas.....	47
5. CAPÍTULO III.....	51
Avaliação dos Parâmetros Físico-Químicos e Tecnológicos da Farinha Produzida a Partir dos Resíduos da Agroindústria de Laranja e Melancia.....	51
ABSTRACT.....	52
5.1 Introdução	53

5.2 Material e Métodos	54
5.3 Resultados e Discussão	57
5.4 Conclusão.....	65
5.5 Agradecimentos	65
5.6 Referências.....	65
6. CAPÍTULO IV	72
Avaliação das Características Poliméricas do Biofilme do Resíduo de Melancia	72
RESUMO.....	72
ABSTRACT.....	73
6.1 Introdução	74
6.2 Material e Métodos	75
6.3 Resultados e Discussão	79
6.4 Conclusão.....	88
6.5 Agradecimentos	88
6.6 Referências.....	89
7. CAPÍTULO V.....	93
Características Poliméricas de Biofilmes a Partir do Resíduo de Melancia E Incorporadas com Amido do Tubérculo de <i>Sinningia elatior</i>	93
ABSTRACT.....	93
7.1 Introdução	94
7.2 Material e Métodos	95
7.3 Resultados e Discussão	100
7.4 Conclusão.....	106
7.5 Agradecimentos	106
7.6 Referências.....	107

ÍNDICE DE TABELAS

Capítulo I	Página
Tabela 1. Características físico-químicas das farinhas da casca e entrecasca de melancia <i>var. Crimson Sweet Extra</i> , expressas em 100 g ⁻¹ de cada amostra, em matéria seca.....	18
Tabela 2. Valores médios de minerais e índice de referência diário das farinhas casca e entrecasca de melancia <i>var. Crimson Sweet Extra</i>	22
Tabela 3. Perfil químico dos óleos das farinhas da casca e entrecasca de melancia <i>var. Crimson Sweet Extra</i> por (CG/EM).....	23
Tabela 4. Compostos bioativos das farinhas da casca e entrecasca de melancia <i>var. Crimson Sweet Extra</i>	23
Capítulo II	
Tabela 1. Experimento de otimização pelo modelo de Box-Behnken.....	39
Capítulo III	
Tabela 1. pH, molhabilidade (min.), atividade de água (aw) e higroscopicidade % (g H ₂ O/g ⁻¹ MS), nas farinhas do flavedo de laranja/melancia e albedo de laranja/melancia.....	57
Tabela 2. Parâmetros colorimétricos, L* luminosidade (0) preto ao (100) branco, croma a* (-60) verde ao (+60) vermelho, croma b* (-60) azul ou (+60) amarelo, Chroma C* e Hue-Angle h° das farinhas do flavedo de laranja/melancia e albedo de laranja/melancia.....	59

Tabela 3. Análise dos índices de absorção de água, capacidade de absorção em óleo, solubilidade em água, volume de inchamento, formação de espuma e formação de gel farináceo nas farinhas do flavedo de laranja/melancia e albedo de laranja/melancia.....60

Capítulo IV

Tabela 1. Parâmetros morfológicos, físico-químicos, antioxidantes, fenólicos e propriedades mecânicas do biofilme de melancia.....79

Tabela 2. Parâmetros colorimétricos dos filmes, convencional (PVC) e biofilme de melancia.....82

Capítulo V

Tabela 1. Parâmetros morfológicos, físico-químicos, antioxidantes, fenólicos e propriedades mecânicas biofilme de melancia.....100

Tabela 2. Parâmetros colorimétricos do filme plástico (PVC), e dos biofilmes de dupla camada e do incorporado com amido de *Sinningia elatior*.....103

ÍNDICE DE FIGURAS

Capítulo I	Página
<p>Figura 1. Distribuição granulométrica das farinhas. Farinha casca melancia (FCM) e Farinha entrecasca melancia (FEM) var. <i>Crimson Sweet Extra</i>.....</p>	21
<p>Figura 2. Micrografias eletrônicas por varredura das farinhas da casca (FCM) em (A) e entrecasca (FEM) em (B) de melancia var. <i>Crimson Sweet Extra</i>.....</p>	26
<h3 style="text-align: left;">Capítulo II</h3>	
<p>Figura 1. Diagrama de Pareto dos efeitos padronizados. A resposta e rendimento com efeitos de valores acima da linha tracejada (2,09) (P = 0,05) foram significativos. Linear (L) (ácido, tempo e temperatura), Quadrático (Q) (ácido*ácido, tempo*tempo e temperatura*temperatura), e interação com dois fatores (ácido*tempo, ácido*temperatura e tempo*temperatura).....</p>	41
<p>Figura 2. Gráficos de contornos dos rendimentos de extração de pectina de <i>Citrullus lanatus</i> var. <i>Crimson Sweet Extra</i>. Em (A) rendimento versus tempo; ácido. Em (B) rendimento versus temperatura; ácido e em (C) rendimento versus temperatura; tempo.</p>	
<p>Figura 3. Superfícies de respostas dos rendimentos de pectina de <i>Citrullus lanatus</i> var. <i>Crimson Sweet Extra</i>. Em (A) ácido*tempo, em (B) ácido*temperatura e em (C) tempo*temperatura.....</p>	41
<h3 style="text-align: left;">Capítulo III</h3>	
<p>Figura 1. Análise por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR), dos espectros das farinhas do albedo laranja e melancia, e flavedo (casca) laranja e melancia. Transmitância (u.a) e Ondas (cm⁻¹).....</p>	63

Capítulo IV

Figura 1. Fotomicrografias ópticas dos filmes convencional (PVC) em (A) e biofilme em (C), e modelagem matemática em 3D da topografia da área superficial de ambos os filmes em (B) e (D), respectivamente. Imagens em 200 μm83

Figura 2. Eletromicrografias por varredura da área superficial em ambas as faces do biofilme de melancia (*C. lanatus*). Em (A) 10 μm , (B) 50 μm e (C) 10 μm84

Figura 3. Espectros de absorção na região média do infravermelho entre 4000-650 cm^{-1} do filme convencional (PVC) e biofilme de *Citrullus lanatus*.....86

Capítulo V

Figura 1. Micrografias ópticas do filme (PVC) em (A), em (B) biofilme dupla e biofilme incorporado em (C), com respectivas modelagens matemática em 3D da topografia da área superficial. Micrografias aumentos de 60 μm (A), 100 μm (B) e 150 μm . Imagens em 3D aumento 200 μm (A, B e C) respectivamente. A fonte colorimétrica avalia a altura e relevo de cada amostra, partindo do vermelho maior altura para azul escuro maior profundidade.....104

Figura 2. Eletromicrografias de varredura da área superficial do biofilme dupla camada em (A e C), e biofilme incorporado em (B e D). Barras com aumentos em (A) 10 μm , em (B) 50 μm , em (C) 10 μm e (D) 65 μm . (3.0 kV)..... 105

LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS E ABREVIATURAS

ABTS⁺ - (2,2'-azino-bis(3-etilbenzotiazolina-6-sulfônico))

DPPH – (2,2-difenil-1picril-hidrazila)

EAG – Equivalente de ácido gálico

FRAP – Redução do ferro

IAL – Instituto Adolfo Lutz

Trolox – (6-Hidroxi-2.5.7.8-tetrametilchroman-2-ácido carboxílico)

FCM – Farinha casca melancia

FEM – Farinha entrecasca melancia

CG/EM – Cromatografia Gasosa com Emissor de Massas

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

DRI – Dietary Reference Intakes = IRD – Índices de Referência Diário

RESUMO

MENEZES FILHO, A.C.P.de. 2020. **Farinhas, pectinas e filmes biodegradáveis obtidos de resíduos de melancia: Propriedades físico-química, tecnológica, bioativas, degradabilidade e morfológica.** Dissertação apresentada ao Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde – GO, como parte das exigências da Pós-Graduação – Mestrado em Agroquímica.

Anualmente, as plantações de melancia sofrem com constantes perdas ainda durante a colheita, sendo esse resíduo descartado sem reuso sustentável. O uso desse resíduo torna-se sustentável e altamente lucrativo a partir do momento em que se aplicam processos físico-químicos, estruturais, funcionais tecnológicos e também no desenvolvimento de embalagens biodegradáveis. Neste estudo, foi utilizado o resíduo de melancia coletado em unidades rurais localizadas no município de Rio Verde. Os resíduos foram separados em casca (flavedo) e entrecasca (albedo), sendo preparado inicialmente farinhas. Os métodos de análises foram físico-químicos (granulometria e teores centesimal), compostos bioativos, pécticos por modelo de área superficial por Box-Behnken, análise titulométrica da pectina obtida, análises estruturais por microscopia eletrônica de varredura, análises funcionais tecnológicas e na produção de embalagens biodegradáveis. Os resultados foram satisfatórios para todas as variáveis analisadas, as farinhas de melancia apresentaram boas características centesimais, granulometria homogênea, importantes teores de compostos bioativos com características antioxidantes, alto rendimento péctico pelo modelo de área superficial avaliado, que apresentou duas soluções, o tempo não foi significativo, pectina de baixo grau de esterificação, boas características funcionais tecnológicas garantindo que sejam possíveis novos produtos na indústria de alimentos, bem como nova matéria-prima na produção de embalagens biodegradáveis resistentes e com eficiência biodegradabilidade.

PALAVRAS-CHAVE: Compostos bioativos, Resíduos vegetais, *Citrullus lanatus*, Coprodutos

ABSTRACT

MENEZES FILHO, A.C.P.de. 2020. **Flours, pectins and biodegradable films from watermelon waste: physicochemical, technological, bioactive, degradable and morphological properties.** Dissertation presented to the Goiano Federal Institute – Rio Verde Campus – GO, as part of the requirements of the Postgraduate – Master’s degree in Agrochemistry.

Annually, watermelon plantations suffer constant losses even during harvest, and this waste is discarded without sustainable reuse. This waste use becomes sustainable and highly profitable from the moment that physicochemical, structural, technological and functional processes are applied as well as the development of biodegradable packaging is done. In this study, the watermelon residue collected in rural units located in the city of *Rio Verde* was used. The residues were separated into rind (*flavedo*) and inner skin (*albedo*), where flour was initially prepared. The methods of analysis were physicochemical (grain size and centesimal contents), bioactive compounds, pectic compounds by Box-Behnken surface area model, pectin titration analysis, structural analysis by scanning electron microscopy, technological functional analysis and the production of biodegradable packaging. The results were satisfactory for all the analyzed variables, the watermelon flours presented good centesimal characteristics, homogeneous particle size, important contents of bioactive compounds with antioxidant characteristics, high pectic yield by the evaluated surface area model, which presented two solutions, where time was not significant. It was significant, low esterification pectin, good technological functional characteristics ensuring that new products are possible in the food industry, as well as new raw material in the production of resistant biodegradable packaging with biodegradability efficiency.

Keywords: Bioactive compounds, Vegetable waste, *Citrullus lanatus*, By-products

1. INTRODUÇÃO

A melancia [*Citrullus lanatus* (Thumb. Mansf.)] é uma espécie vegetal de oleracea pertencente à família Cucurbitaceae, com origens nos continentes, Africano e Asiático. É uma das espécies amplamente cultivadas em quase todas as regiões do mundo, sendo apreciada pela população na forma *in natura*, sucos e doces (DE OLIVEIRA et al., 2015). As primeiras sementes de melancia chegaram no Brasil e vieram em navios negreiros ainda no período da colonização portuguesa (DE OLIVEIRA et al., 2019).

O Brasil é o quarto maior produtor de melancia, estando atrás somente da China, Turquia e Irã que são em conjunto, responsáveis por 80% da produção mundial (FAO, 2011). No Brasil as regiões de maior produção são o Nordeste (Bahia, Pernambuco, Maranhão e Rio Grande do Norte); Sudeste (São Paulo); Sul (Santa Catarina e Rio Grande do Sul) e no Centro-Oeste (Goiás) (BARROS et al., 2012), sendo o cenário nacional com média de produção de 2,1 milhões de toneladas de frutos anualmente, com área de 98,5 mil hectares, e 35,8 mil estão na região Nordeste (DE OLIVEIRA et al., 2019).

Na região Centro-Oeste do Brasil, o estado de Goiás se destaca na produção desta oleracea, com produção anual de 268 mil t ha⁻¹, dados do ano agrícola de 2010, e o estado era o terceiro maior produtor (AMARAL et al., 2016). Dias et al. (2015) levantaram os dados de produção dos municípios de Morrinhos, Goiatuba e Itumbiara – GO, e obtiveram taxa de produção média de 30.000 kg ha⁻¹, com média de 10 kg por fruto. Os municípios de Goiatuba e Morrinhos produzem média de 27.000 kg ha⁻¹ (ASSUNÇÃO et al., 2014). No distrito da Lagoa do Bauzinho, município de Rio Verde – GO, a safra de melancia de 2019 gerou a média geral de 12,5 mil t ha⁻¹ segundo dados da Ascom (2019).

A cultura de melancia apresenta relativo manejo simplificado, produzindo frutos ao longo de todo o ano, entretanto, algumas regiões cultivam a melancia em apenas uma época primavera e verão por causa dos fatores climáticos (DE OLIVEIRA et al., 2015). Além de estarem entre os quatro maiores produtores, o Brasil também exporta grande parte da sua produção, visto que, são cultivados aproximadamente 48 cultivares e muitos desses são desenvolvidos para certas regiões brasileiras. Além disso, os frutos de

exportação exigem qualidade superior para o mercado internacional exigente, que busca frutos com coloração, tamanho, gosto aparente, teor de sólidos solúveis totais, acidez titulável, bem como híbridos de frutos pequenos de alta produtividade e alto teor de açúcares, e que apresentem polpa crocante (CHITARRA; CHITARRA, 2005; DE OLIVEIRA et al., 2015).

Os frutos da melancieira apresentam importantes teores de vitaminas dos complexos A, B, C e E, de minerais como K, Mg, Ca e Fe, dos carotenoides expressos em β -caroteno e licopeno, ampla classes de compostos fenólicos totais, sendo também importantes fontes potenciais de agentes antioxidantes naturais (GOMES, 2007; TLILI et al., 2011; PETKOWICZ et al., 2017). A entrecasca descartada é utilizada na fabricação de doces em calda (SANTANA; OLIVEIRA, 2005), e as sementes em certas regiões são consumidas tostadas (DE OLIVEIRA et al., 2015).

A volumosa produção de melancia geram ainda grandes perdas ainda na colheita, manuseio, transporte, distribuição e nos próprios domicílios, gerando também grande volume de resíduos que são descartados diariamente em lixões e aterros sanitários. Esses resíduos, desde que não entrem em contato com meios contaminantes podem ser reutilizados na produção de produtos alimentícios ou servirem de matéria-prima para outros produtos alimentares (SERBAI et al., 2015; GUIMARÃES et al., 2010; PRIM, 2003).

A crescente demanda por alimentos no mundo tem motivado a procura por fontes alternativas para suprir as necessidades em uma dieta alimentar, bem como no desenvolvimento de novos produtos, visando a redução dos custos de produção e que tenham impacto positivo atendendo as necessidades nutricionais, com isso o uso de material vegetal como frutas, hortaliças, leguminosas, sementes e resíduos de produção agrícola vêm sendo utilizados na produção de matéria-prima farinácea (CASTILHO et al., 2010). De acordo com Santana et al. (2017), as farinhas são produtos obtidos a partir de uma fonte vegetal por convecção e moagem, ou por outros processos tecnológicos que garantam segurança alimentar a partir do seu desenvolvimento, visando também suas características físico-químicas (fibras alimentares, proteínas, lipídeos, minerais), morfológicas (cor, densidade, granulometria), funcionais tecnológicas (formação de gel resistente, espuma, absorção de óleo, água e leite) e estruturais (proteica ou amídica) no desenvolvimento de barras nutracêuticas, na dosagem com as farinhas comerciais de trigo, milho e de mandioca no desenvolvimento de pães, biscoitos, cookies, massas, mingaus, iogurtes suplementados com farinhas,

aditivo na fermentação de cervejas e na confeitaria (MENEZES FILHO et al., 2019; LIMA et al., 2015; PEREIRA et al., 2010).

De acordo com Melo et al. (2006) o consumo regular de frações nutritivas reduz a prevalência de doenças degenerativas, vasculares, fisiológicas e envolvidas aos vários tipos de cânceres, promovendo a saúde e bem-estar. A farinha da casca e entrecasca de melancia apresentam importantes dados funcionais tecnológicos sendo ricas em fibras alimentares insolúveis, apresentando também boa qualidade nos dados de higroscopicidade, cores, sabores, aromas, bons índices de absorção de água e óleo, pH, atividade de água, volume de inchamento, e formação de gel resistente, logo, o aproveitamento deste resíduo na elaboração de produtos alimentícios apresenta vantajosa questão ambiental, agrícola e econômica reduzindo e evitando o desperdício (MENEZES FILHO et al., 2019; PEREIRA et al., 2010; GUIMARÃES et al., 2010).

A partir da farinha também se podem extrair compostos como a pectina que pertence à família de oligossacarídeos e polissacarídeos, sendo hidrolisáveis em meio ácido. Este produto é extraído dos tecidos vegetais *in natura*, desidratados ou de farinhas de frutas, hortaliças, sementes, cascas e polpas sendo utilizado na indústria de alimentos (ZHANG et al., 2020).

A pectina são polissacarídeos ricos em monômeros de ácido galacturônico ligados em α (1-4), com grau variável de grupamentos carboxilas metil esterificados (CANTERI et al., 2012). O homogalacturonano (HG) e ramnogalacturonano I (RG-I) são as estruturas principais da pectina, sendo compostos principalmente de ácido D-galacturônico, L-ramnose e açúcares neutros (JIANG et al., 2020). Elas são encontradas nas paredes celulares de todos os vegetais, variando conforme a fonte de extração. As pectinas nos vegetais possuem função adesiva entre as células, enrijecimento, textura e contra choque mecânico nos frutos.

Os grupos carboxílicos ácidos encontram-se ligados a átomos de cálcio, formando o pectato de cálcio, sendo designado ainda no vegetal por protopectina e participam do processo de amadurecimento das frutas (ANTUNES et al., 2006). São compostos amplamente utilizados na indústria de alimentos com excepcional agente gelificante, espessante e estabilizador (CAFFAL; MOHNEN, 2009; WILLATS et al., 2001), entretanto, pela grande variedade de matérias-primas, existem também diferenças no poder geleificante. A pectina comercial é classificada como de alto grau de metoxilação (AGM) ou baixo grau de metoxilação (BGM), podendo apresentar percentual de grau de esterificação (GE) inferior ou superior a 50%. Deve-se salientar

que as pectinas de alto grau de metoxilação hoje no comércio são produzidas a partir do bagaço de frutas cítricas e da maçã. A maioria das pectinas produzidas a partir dos resíduos vegetais alternativos apresenta variação entre o grau de metoxilação (JIANG et al., 2020; METHACANON et al., 2014; MESBAHI et al., 2005).

As pectinas além de estarem envolvidas nos diversos processos tecnológicos alimentares como aditivos alimentares (ZHANG et al., 2016), apresentam também importância na função fisiológica nos níveis séricos de colesterol e triglicerídeos avaliados em ratos (FIETZ; SALGADO, 1999), produção de filmes biodegradáveis (BRITO et al., 2019; BATISTA et al., 2005), como reguladores do metabolismo de lipídeos, na microbiota intestinal (LI et al., 2018), e como agentes antioxidantes (ENCALADA et al., 2019)..

As farinhas também são importantes fontes de compostos bioativos como os agentes antioxidantes por possuírem classes de fitoquímicos que agem no sequestro de radicais livres no organismo humano e animal. Nosso próprio organismo produz constantemente radicais livres que reagem com o material genético de DNA, RNA, proteínas e lipídeos desencadeando processos deletérios nas células provocando o envelhecimento precoce e a proliferação de células que desencadearão tumores (cânceres) (MELO et al., 2006), Ramarathnam et al. (1995) discuti sobre a auto-oxidação dos ácidos graxos insaturados que induz o processo oxidativo frequentemente no organismo humano.

A definição mais aceita de antioxidante é “qualquer substância que, presente em baixas concentrações quando comparada ao do substrato oxidável, inibe ou diminui as ações de oxidação do substrato de modo eficaz” (SIES; STAHL, 1995). As classes fitoquímicas mais comuns são os fenóis, flavonas, cumarinas e polifenóis (XIAN et al., 2019). Algumas espécies de radicais livres como o $^1\text{O}_2$ (oxigênio singlete), O_2^- (radical superóxido), OH^- (radical hidroxila), NO^- (óxido nítrico), ONOO^- (peroxinitrito) e Q^- (radical semiquinona) (BIANCHI; ANTUNES, 1999), e outras espécies capazes de formar radicais livres no organismo humano e animal, tais como O_3 , Fe e Cu (DE OLIVEIRA et al., 2009).

Os alimentos que apresentam compostos biologicamente ativos exercem papel protetor no organismo por causa dos agentes antioxidantes, destacando os compostos fenólicos, β -caroteno, vitamina C e vitamina E (DE OLIVEIRA et al., 2006; RICE et al., 1996; WANG et al., 1996). Estes compostos protegem o organismo contra as doenças cardiovasculares, doenças degenerativas e vários tipos de cânceres causados

por agentes oxidativos (XU et al., 2019; ŚWIECA et al., 2014). Os agentes antioxidantes naturais extraídos dos vegetais são amplamente aplicados nas indústrias de alimentos, cervejaria, produtos de higiene pessoal e nas indústrias farmacêuticas (cosméticos) com o objetivo de evitar a deterioração lipídica e a oxidação ocasionada nos produtos (MIRANDA et al., 2016).

Outro uso das farinhas é também empregado na pesquisa e desenvolvimento de embalagens biodegradáveis. Atualmente, o uso de embalagens plásticas tradicionalmente de polietileno (PE) desenvolvidas a partir do beneficiamento do petróleo é amplamente empregado nos mais variados usos. Na alimentação, transporte de cargas, equipamentos, reagentes, nos domicílios e também em algumas culturas agrícolas, a embalagem plástica está presente. Entretanto, o uso desse material traz a longo prazo sérios impactos negativos, principalmente para o meio ambiente, em razão do longo tempo de degradação. Estudos vêm desenvolvendo a partir de polímeros naturais extraídos de vegetais novas embalagens biodegradáveis como alternativa sustentável na substituição do plástico sintético (COSTA et al., 2017).

Várias são as fontes de matéria-prima na produção de filmes biodegradáveis, sendo os mais usuais os compostos amilolíticos, quitosana, lignocelulósicos, proteicos, soro de leite, lipídeos e pécticos (COSTA et al., 2016; FERNANDES et al., 2015). As matrizes poliméricas naturais são atóxicas e têm sido utilizadas para preparar soluções filmogênicas inteligentes simples ou com aditivos, como substâncias antioxidantes no revestimento de frutas e na proteção de alimentos *in natura*, com ou sem conservantes (PACHEKOSKI et al., 2014; MATTEI et al., 2013; KIM et al., 2008).

As embalagens biodegradáveis agem como uma barreira a elementos externos, materiais estranhos, sujidades, gases, vapores, umidade e compostos aromáticos, além de ser veículo para aditivos que possuem função de aumentar a vida de prateleira do produto (FERNANDES et al., 2015). Os filmes biodegradáveis podem ou não apresentar coloração. De acordo com Menezes Filho et al. (2019), Rocha et al. (2014) e Tang et al. (2003), as matrizes poliméricas naturais apresentam efetiva importância na barreira aos gases (CO_2 e O_2), na elasticidade e resistência à tração; sendo estas características importantes para uma embalagem que visa evitar choques mecânicos durante o transporte e liberação de vapores durante o armazenamento.

Entretanto, essas matrizes naturais apresentam alta permeabilidade ao vapor de água em função do seu caráter hidrofílico, limitando assim sua aplicação. Em contrapartida, o uso de substâncias plastificantes como o glicerol, potencializa as

propriedades destes biomateriais garantindo baixa troca de vapores de água, bem como o aumento da flexibilidade e a diminuição do efeito quebradiço.

Os resíduos de produção agrícola, bem como agroindustrial tornam-se excelentes fontes econômicas e ambientais para o desenvolvimento de produtos alimentícios alternativos com importantes características nutricionais favorecendo a prevenção de doenças, mantendo uma dieta equilibrada rica em compostos essenciais para a manutenção do organismo, bem como evitando a produção de novas embalagens sintéticas que agridem o meio ambiente.

Referências bibliográficas

AMARAL, U.; DOS SANTOS, V. M.; OLIVEIRA, A. D.; DE CARVALHO, S. L.; SILVA, I. B. Influência da cobertura morta em mini melancia ‘Sugar baby’ no início da frutificação. *Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável*, v. 11, p. 164-170, 2016.

ANTUNES, L. E. C.; GONÇALVES, E. D.; TREVISAN, R. Alterações de compostos fenólicos e pectina em pós-colheita de frutos de amora-preta. *Current Agricultural Science and Technology*, v. 12, p. 57-61, 2006.

ASCOM – Acesoaria de comunicação do município de Rio Verde, Goiás, Brasil. 2019.
ASSUNÇÃO, P. E. V.; WANDER, A. E.; CARDOSO, J. S. Viabilidade econômica do sistema de produção de melancia no Sul de Goiás. *Conjuntura Econômica Goiana*, p. 36-46, 2014.

BATISTA, J. A.; TANADA-PALMU, P. S.; GROSSO, C. R. F. Efeito da adição de ácidos graxos em filmes à base de pectina. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 25, p. 781-788, 2005.

BARROS, M. M.; ARAÚJO, W. F.; NEVES, L. T. B. C.; CAMPOS, A. J.; TOSIN, J. M. Produção e qualidade da melancia submetida a adubação nitrogenada. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, v. 16, p. 1078-1084, 2012.

BIANCHI, M. L.; ANTUNES, L. M. G. Radicais livres e os principais antioxidantes da dieta. *Revista Nutrição*, v. 12, p. 123-130, 1999.

BRITO, T. B.; CARRAJOLA, J. F.; GONÇALVES, E. C. B. A.; MARTELLI-TOSI, M.; FERREIRA, M. S. L. Fruit and vegetable residues flours with different granulometry range as raw material for pectin-enriched biodegradable film preparation. *Food Research International*, v. 121, p. 412-421, 2019.

- CAFFALL, K. H.; MOHNEN, D. The structure, function, and biosynthesis of plant cell wall pectic polysaccharides. *Carbohydrate Research*, v. 344, p. 1879-1900, 2009.
- CANTERI, M. H. G.; MORENO, L.; WOSIACKI, G.; SCHEER, A. P. Pectina: da matéria-prima ao produto final. *Polímeros*, v. 22, p. 149-157, 2012.
- CASTILHO, F.; FONTANARI, G. G.; BATISTUTI, J. P. Avaliação de algumas propriedades funcionais das farinhas de tremçoço doce (*Lupinus albus*) e feijão guandu (*Cajanus cajan* (L.) Millsp.) e sua utilização na produção de fiambre. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 30, p. 68-75, 2010.
- CHITARRA, M. I.; CHITARRA, A. Pós-colheita de frutos e hortaliças: fisiologia e manuseio. 2ª Ed., Lavras: UFLA. 785 pp.
- COSTA, R.; SARAIVA, A.; SILVA, E.; NETO, P. F.; FORTES, N.; DUARTE, E. A utilização de filmes de cobertura biodegradáveis na produção hortofrutícola novos desafios no mercado Luso-Brasileiro. *In: I Congresso Luso-Brasileiro de Horticultura*, 1ª Ed., pp. 596-602, 2017.
- COSTA, S. S.; SILVA, R. P. D.; ALVES, A. R. C.; GUARIEIRO, L. L. N.; MACHADO, B. A. S. Estudo prospectivo sobre a obtenção e incorporação de nanocristais de celulose em filmes biodegradáveis. *Revista Virtual de Química*, v. 8, p. 1104-1114, 2016.
- DE OLIVEIRA, M. M. T.; ALVES, R. E.; DA SILVA, L. R.; DE ARAGÃO, F. A. S. Qualidade de frutos de híbridos de melancia com sementes. *Revista de la Facultad de Agronomía, La Plata*, v. 118, p. 77-83, 2019.
- DE OLIVEIRA, J. B.; GRANJEIRO, L. C.; SOBRINHO, J. E.; DE MOURA, M. S. B.; CARVALHO, C. A. C. Rendimento e qualidade de frutos de melancia em diferentes épocas de plantio. *Revista Caatinga*, v. 28, p. 19-25, 2015.
- DE OLIVEIRA, A. C.; VALENTIM, I. B.; GOULART, M. O. F.; SILVA, C. A.; BECHARA, E. J. H. Fontes vegetais naturais de antioxidantes. *Química Nova*, v. 32, p. 689-702, 2009.
- DIAS, W. E. S.; GOLYNSKI, A.; CAVALCANTE, J. R.; OLIVEIRA, J. O.; FERREIRA, P. R. N.; SILVA, R. P. *In: IV Congresso Estadual de Iniciação Científica do IF Goiano*, 21 a 24 de set de 2015. pp1-5.
- ENCALADA, A. M. I.; PÉREZ, C. D.; FLORES, S. K.; ROSSETTI, L.; FISSORE, E. N.; ROJAS, A. M. Antioxidant pectin enriched fractions obtained from discarded carrots (*Dacus carota* L.) by ultrasound-enzyme assisted extraction. *Food Chemistry*, v. 289, p. 453-460, 2019.

FAO. Faostat. 2011. Disponível em <http://faostat.fao.org/site/339/default.aspx>. Acesso em 12 de dezembro 2019.

FERNANDES, A. P. S.; COSTA, J. B.; SOARES, D. S. B.; DE MOURA, C. J.; DE SOUZA, A. R. M. Aplicação de filmes biodegradáveis produzidos a partir de concentrado proteico de soro de leite irradiado. *Revista Pesquisa Agropecuária Tropical*, v. 45, p. 192-199, 2015.

FIETZ, V. R.; SALGADO, J. M. Efeito da pectina e da celulose nos níveis séricos de colesterol e triglicerídeos em ratos hiperlipidêmicos. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 19, p. 318-321, 1999.

GOMES, F. S. Carotenoides: uma possível proteção contra o desenvolvimento de câncer. *Revista de Nutrição*, v. 20, p. 537-548, 2007.

GUIMARÃES, R. R.; FREITAS, M. C. J.; SILVA, V. L. M. Bolos simples elaborados com farinha da entrecasca de melancia (*Citrullus vulgaris*, Sobral): avaliação química, física e sensorial. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 30, p. 354-363, 2010.

JIANG, W-X.; QI, J-R.; HIANG, Y-X.; ZHANG, Y.; YANG, X-Q. Emulsifying properties of high methoxyl pectins in binary systems of water-ethanol. *Carbohydrate Polymers*, v. 229, 2020.

JIANG, Y.; XU, Y.; LI, F.; LI, D.; HUANG, Q. Pectin extracted from persimmon peel: a physicochemical characterization and emulsifying properties evaluation. *Food Hydrocolloids*, v. 101, 2020.

KIM, J. H.; KIM, Y. S.; PARK, K.; KANG, E.; LEE, S.; NAM, H. Y.; KIM, K.; PARK, J. H.; CHI, D. Y.; PARK, R. W.; KIM, I. S.; CHOI, K.; CHAN KWON, I. Self-assembled glycol chitosan nanoparticles for the sustained and prolonged delivery of antiangiogenic small peptide drugs in câncer therapy. *Biomaterials*, v. 29, p. 1920-1930, 2008.

LI, W.; ZHANG, K.; YANG, H. Pectin alleviate hight fat (lard) diet-induced nonalcoholic fatty liver disease in mice: possible role of short-chain fatty acids and gut microbiota regulate by pectin. *Journal of Agricultural & Food Chemistry*, v. 66, p. 8015-8025, 2018.

LIMA, J. P.; PORTELA, J. V. F.; MARQUES, LO-R.; ALCÂNTARA, M. A.; EL-AOUAR, Â. A. Farinha de entrecasca de melancia em biscoitos sem glúten. *Ciência Rural*, v. 45, p. 1688-1694, 2015.

MATTEI, D.; GUIMARÃES, L. F.; FERREIRA, F. B. P.; DOS SANTOS, S. R. S. R.; MARTIN, A. A.; GAZIM, Z. C.; DRAGUNSKI, D. C. Análises das propriedades

físicas e antimicrobianas de filmes à base de amido contendo óleo essencial de *Tetradenia riparia* (Hochst.) Codd e *Rosmarinus officinalis* L. – Lamiaceae. Arquivos de Ciências Veterinárias e Zoologia da Unipar, v. 16, p. 129-136, 2013.

MESBAHI, G.; JAMALIAN, J.; FARAHNAKY, A. A comparative study on functional properties of beet and citrus pectins in food systems. Food Hydrocolloids, v. 19, p. 731-738, 2005.

METHACANON, P.; KRONGSIN, J.; GAMONPILAS, C. Pomelo (*Citrus maxima*) pectin: Effects of extraction parameters and its properties. Food Hydrocolloids, v. 35, p. 383-391, 2014.

MELO, E. A.; MACIEL, M. I. S.; LIMA, V. L. A. G.; LEAL, F. L. L.; CAETANO, A. C. S.; NASCIMENTO, R. J. Capacidade antioxidante de hortaliças usualmente consumidas. Ciência e Tecnologia de Alimentos, v. 26, p. 639-644, 2006.

MENEZES FILHO, A. C. P.; DE SOUZA, J. C. P.; CASTRO, C. F. S. Avaliação dos parâmetros físico-químicos e tecnológicos da farinha produzida a partir dos resíduos da agroindústria de laranja e melancia. Revista Agrarian, v. 12, p. 399-410, 2019.

MIRANDA, C. A. S. F.; CARDOSO, M. G.; BATISTA, L. R.; RODRIGUES, L. M. A.; FIGUEIREDO, A. C. S. Óleos essenciais de folhas de diversas espécies: propriedades antioxidantes e antibacterianas no crescimento espécies patogênicas. Revista Ciência Agronômica, v. 47, p. 213-220, 2016.

PACHEKOSKI, W. N.; DALMOLIN, C.; AGNELLI, J. A. M. Blendas poliméricas biodegradáveis de PHB e PLA para fabricação de filmes. Polímeros, v. 24, p. 501-507, 2014.

PEREIRA, A. S.; MIGUEL, D. P.; CARVALHO, E. E. N. Caracterização de farinha da entrecasca de melancia (*Citrullus lanatus*) produzida na região Sul do Tocantins. Cadernos de Pós-Graduação da FAZU, v. 1, 2010.

PETKOWICZ, C. L. O.; VRIESMANN, P. A.; WILLIAMS, P. A. Pectins from food waste extraction, characterization and properties of watermelon rind pectin. Food Hydrocolloids, v. 65, p. 57-67, 2017.

RAMARATHNAM, N.; OSAWA, T.; OCHI, H.; KAWAKISHI, S. The contribution of plant food antioxidant to human health. Trends Food Science and Technology, v. 6, p. 75-82, 1995.

RAICE-EVANS, C. A.; MILLER, N. J.; PAGANGA, G. Structure antioxidant activity relationships of flavonoids and phenolic acid. Free Radical Biology & Medicine, v. 20, p. 933-956, 1996.

ROCHA, G. O.; FARIAS, M. G.; CARVALHO, C. W. P. de.; ASCHERI, J. L. R.; GALDEANO, M. C. Filmes compostos biodegradáveis a base de amido de mandioca e proteína de soja. *Polímeros*, v. 24, p. 587-595, 2014.

SANTANA, G. S.; OLIVEIRA FILHO, J. G.; EGEA, M. B. Características tecnológicas de farinhas vegetais comerciais. *Revista de Agricultura Neotropical*, v. 4, p. 88-95, 2017.

SERBAI, D.; SANTOS, K. A.; DOS SANTOS, E. F.; CANDIDO, C. J.; NOVELLO, D. Adição de farinha de entrecasca de melancia em “Cookies”: Análise físico-química e sensorial entre crianças. *Revista UNIABEU*, v. 8, p. 223-237, 2015.

SIES, H.; STAHL, W. Vitamins E and C, β -carotene, and other carotenoids as antioxidants. *American Journal of Clinical Nutrition*, v. 62, p. 1315-1321, 1995.

ŚWIECA, M.; SĘCZYK, Ł.; GAWLIK-DZIKI, U.; DZIKI, D. Bread enriched with quinoa leaves – The influence of protein–phenolics interactions on the nutritional and antioxidant quality. *Food Chemistry*, v. 162, p. 54–62, 2014.

Tang, R.; Du, Y.; Zheng, H.; Fan, L. Preparation and characterization of soy protein isolate-carboxymethylated konjac glucomannan blend films. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 88, p. 1095-1099, 2003.

ZHANG, C.; ZHU, X.; ZHANG, F.; YANG, X.; NI, L.; ZHANG, W.; LIU, Z.; ZHANG, Y. Improving viscosity and gelling properties of leaf pectin comparing five pectin extraction methods using green tea leaf as a model material. *Food Hydrocolloids*, v. 98, 2020.

ZHANG, C.; BOZILEVA, E.; VAN DE KLIS, F.; DONG, Y.; SANDERS, J. P. M.; BRUINS, M. E. Integration of galacturonic acid extraction with alkaline protein extraction from green tea leaf residue. *Industrial Crops and Products*, v. 89, p. 95-102, 2016.

WANG, H.; CAO, G.; PRIOR, R. L. Total antioxidant capacity of fruits. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 44, p. 701-705, 1996.

WILLATS, W. G. T.; McCARTNEY, L.; MACKIE, W.; KNOX, J. P. Pectins: cell biology and prospects for functional analysis. *Plant Molecular Biology*, v. 47, p. 9-27, 2001.

XIAN, C.; GU, Z.; LIU, G.; WU, J. Whole wheat flour coating with antioxidant property accelerates tissues remodeling for enhanced wound healing. *Chinese Chemical Letters*, 2019.

XU, X.; LUO, Z.; YANG, Q.; XIAO, Z.; LU, X. Effect of quinoa flour on baking performance, antioxidant properties and digestibility of wheat bread. *Food Chemistry*, v. 294, p. 87-95, 2019.

2. OBJETIVOS

Objetivos gerais:

Aproveitar os resíduos agrícolas (casca e entrecasca) de melancia, *Citrullus lanatus var. Crimson Sweet Extra* na caracterização dos compostos físico-químicos, estruturais, funcionais tecnológicos, pécticos e embalagens biodegradáveis das farinhas.

Objetivos específicos:

Capítulo I

Obter as farinhas da casca e entrecasca a partir dos resíduos agrícolas de melancia.

Caracterizar a composição físico-química e estrutural por microscopia eletrônica de varredura das farinhas dos resíduos da casca e entrecasca de melancia.

Determinar a granulometria das farinhas dos resíduos de melancia.

Quantificar os compostos bioativos (fenólicos totais, β -caroteno, licopeno, antocianinas, flavonoides e cumarinas) e a capacidade antioxidante (DPPH, ABTS⁺ e FRAP) das farinhas a partir dos resíduos agrícolas de melancia.

Capítulo II

Otimizar a extração de pectina a partir da farinha da entrecasca do resíduo agrícola de melancia por experimento Box-Behnken.

Quantificar e determinar o rendimento de pectina da entrecasca do resíduo agrícola de melancia por experimento Box-Behnken.

Caracterizar a pectina produzida por titulometria para (AUA%, MeO%, FN%, FA% e GE%).

Capítulo III

Produzir as farinhas a partir dos resíduos agrícolas e da agroindústria de melancia e laranja.

Avaliar as características físico-químicas e funcionais tecnológicas das farinhas dos resíduos de melancia e laranja.

Capítulo IV

Produzir uma embalagem biodegradável a partir do material polimérico da farinha da entrecasca do resíduo agrícola de melancia.

Caracterizar a composição físico-química e colorimétrica (L^* , a^* , b^*), C^* e h° da embalagem biodegradável.

Determinar a biodegradabilidade da embalagem biodegradável de melancia.

Verificar as estruturas da embalagem biodegradável por microscopia óptica, eletrônica de varredura e modelagem matemática em 3D.

Avaliar as características mecânicas (tensão de ruptura, alongamento, módulo de elasticidade, força de ruptura) e a permeabilidade ao vapor de água.

Capítulo V

Produzir embalagens biodegradáveis de dupla camada e incorporados com amido de *Sinningia elatior*.

Avaliar as características físico-químicas das embalagens biodegradáveis de melancia e incorporados com amido de *Sinningia elatior*.

Determinar os teores de fenólicos totais e dos agentes bioativos (DPPH e FRAP).

Caracterizar a colorimetria das embalagens biodegradáveis de dupla camada, incorporado com amido de *Sinningia elatior* e convencional.

Verificar as características estruturais, por microscopia óptica e eletrônica por varredura.

Analisar as micrografias ópticas das embalagens biodegradáveis por modelagem matemática da área superficial em 3D.

3. CAPÍTULO I

(Normas de acordo com a revista Brazilian Journal of Food Technology)

Obtenção e caracterização físico-química e bioativa das farinhas da casca e entrecasca de melancia cv. *Crimson Sweet Extra*

RESUMO

O trabalho objetivou a obtenção e caracterização físico-química, bioativa e antifúngica das farinhas de melancia, cultivar *Crimson Sweet Extra*. As análises seguiram protocolos oficiais e técnicas modificadas para umidade, cinzas, proteínas, lipídeos, carboidratos, fibra alimentar, pH, acidez total, °Brix, amido, vitaminas B2 e C, valor calórico, granulometria, minerais, perfil químico do óleo fixo, atividades antioxidantes na redução do DPPH, ABTS⁺ e FRAP, conteúdo de fenólicos totais, β-caroteno, licopeno, antocianinas, flavonoides, cumarinas e MEV. Os resultados apresentaram importantes características tanto físico-químicas e bioativas para as farinhas de melancia var. *Crimson Sweet Extra*. Podendo ser atribuídas a novos produtos alimentares.

Palavras-chave: Antioxidantes; *Citrullus lanatus*; resíduos agrícolas; nutracêuticos; compostos biológicos reativos; granulometria farinácea

ABSTRACT

The objective of this work was to obtain and characterize the physicochemical, bioactive and antifungal characteristics of watermelon flour, cultivar *Crimson Sweet Extra*. The analyzes followed official protocols and modified techniques for moisture, ash, protein, lipids, carbohydrates, dietary fiber, pH, total acidity, °Brix, starch, B2 and C, vitamins, caloric value, granulometry, minerals, chemical profile of the fixed oil, antioxidant activities in reducing DPPH, ABTS⁺ and FRAP, total phenolic content, β-carotene, lycopene, anthocyanins, flavonoids, coumarins and SEM. The results showed important physicochemical and bioactive characteristics for watermelon *var. Crimson Sweet Extra*. So it can be attributed to new food products.

Keywords: Antioxidants, *Citrullus lanatus*, agriculture waste, nutraceuticals, reactive biological compounds, granulometry farinaceous

3.1 Introdução

A melancia é originária da Índia, e é classificada entre os botânicos na família Cucurbitaceae, estando inserida no gênero *Citrullus*. As primeiras sementes desembarcaram através dos navios negreiros durante a colonização do Brasil por Portugal. Daí em diante a cultura se espalhou por todo o país se adaptando bem aos climas em todas as regiões brasileiras (Santana & Oliveira, 2005).

O Brasil é o quarto maior produtor de melancia do mundo, com rendimento médio de 22 t ha⁻¹ ao ano, sendo uma das frutas com melhor adaptação em diferentes regiões brasileiras, entretanto, a região Nordeste apresenta a menor parcela de produção nacional, isso falta de informações sobre a nutrição mineral adequada aos cultivares (Menezes Filho et al., 2019a; Nascimento et al., 2017). De acordo com Albuquerque et al. (2017) e Oliveira et al. (2012) o plantio de melancia no Brasil geram importantes valores econômicos (renda e empregos) para manutenção do homem no campo, pela facilidade nos mais de 48 cultivares cultivados, manuseio e colheita, bem como baixo custo de produção. Visto que, esta grande diversificação de produção, geram também volumosas quantidades de resíduos ainda na colheita, transporte, distribuição e nos domicílios (Menezes Filho et al., 2019a).

Os resíduos de produção agrícola, bem como industrial no Brasil, ainda são pouco valorizados quanto ao aproveitamento, visto que, estes resíduos apresentam importantes frações nutricionais (proteínas, fibras, valor calórico, carboidratos, vitaminas B1, B2, C e minerais como sódio, potássio e cálcio) que auxiliam na dieta alimentar e também como importantes agentes biologicamente ativos (atividade antioxidante) que combatem os radicais livres como o oxigênio singlete, prevenindo assim, doenças como vários tipos de cânceres (Menezes Filho et al., 2019a). Os resíduos podem ter destino na produção de farinhas alternativas, podendo ser incorporadas as farinhas tradicionais de milho e trigo na produção de barras nutracêuticas, confeitaria e panificação agregando valor ao produto final.

Este estudo visou avaliar a obtenção e caracterização da composição química, bioativa e atividade antifúngica das farinhas do resíduo agrícola da casca e entrecasca de melancia *Citrullus lanatus var. Crimson Sweet Extra*.

3.2 Material e Métodos

3.2.1 Coleta dos resíduos agrícolas

Os resíduos agrícolas de melancia foram coletados em unidades rurais produtoras no distrito da Lagoa do Bauzinho, município de Rio Verde – GO, entre as safras de 2017 e 2018. Os resíduos foram coletados no início do dia durante a colheita manual compreendido entre as 7 e 9 horas da manhã. O material foi coletado em sacos plásticos de cor preta e armazenado em caixas de isopor com placas de gelo, e levadas imediatamente para o laboratório para sanitização.

3.2.2 Produção das farinhas

As farinhas foram produzidas conforme proposto por Menezes Filho et al. (2019a). O pó foi chamado para farinha casca melancia (FCM) e farinha entrecasca melancia (FEM).

3.2.3 Análises Físico-químicas

As análises de umidade, cinzas, proteínas, carboidratos, pH e acidez total seguiram a metodologia descrita pelo Instituto Adolfo Lutz (2008). A determinação de fibra alimentar seguiu conforme Van de Kamer & Ginkel (1952). Os sólidos solúveis totais foram realizados conforme descrito por Uchoa et al. (2008). Amido por hidrólise ácida conforme técnica da AOAC (1990). A vitamina C foi determinada conforme Borges et al. (2009). O valor calórico foi calculado, utilizando os fatores clássicos de conversão de Atwater: 9 kcal g⁻¹ de lipídios, 4 kcal g⁻¹ de proteínas e 4 kcal g⁻¹ de carboidratos, a vitamina B2 (riboflavina) foi determinada por espectrometria de fluorescência (λ de excitação = 440 nm e λ de emissão = 530 nm) conforme descrito por Vallilo et al. (2008). A granulometria farinácea foi realizada em aparelho agitador de peneiras, com as peneiras 30, 35, 70 e 100 “mesh Tyler” e suas respectivas aberturas 0,600; 0,500; 0,212 e 0,150 mm por 15 min. de agitação conforme descrito por Fernandes et al. (2008) modificado.

A composição mineral para macrominerais (P, Ca, Mg e S) e microminerais (B, Cu, Mn, Zn e Fe) por espectrofotometria de absorção atômica com chama de acetileno, o (K) foi determinado por fotometria de chama, conforme Sarruge & Haag (1974) e Malavolta et al. (1989). O Dietary Reference Intakes (DRI) seguiu conforme descrito por Padovani et al. (2006). O perfil químico dos óleos foi identificado por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG/EM) conforme descrito por Vallilo et al. (2008) adaptado. A identificação dos compostos do óleo foi baseada na comparação

entre os índices de retenção, espectro de massas e biblioteca Nist 11 (National Institute of Standards and Technology).

3.2.4 Caracterização bioativa

A atividade antioxidante na redução do DPPH e fenólicos totais foram realizados conforme Menezes Filho et al. (2019b). A determinação da atividade antioxidante por ABTS⁺ foi determinado conforme descrito por Sena et al. (2014). Para determinação por FRAP foi utilizado metodologia descrita por Benzie e Strain et al. (1999). Para β -caroteno, licopeno, antocianinas e Flavonoides conforme descrito por Rocha et al. (2013). A classe fitoquímica das cumarinas foi determinada qualitativamente conforme descrito por Menezes Filho & Castro (2019c).

3.2.5 Microscopia eletrônica por varredura

As duas amostras de farinhas de melancia foram metalizadas com ouro e observadas no microscópio eletrônico de varredura Jeol (Mod. JSM – 6610).

3.2.6 Análise estatística

Os resultados das análises foram realizados em triplicata, e expressos em média \pm desvio padrão. O conjunto de dados foi submetido à Análise de Variância (ANOVA) e ao Teste de Student com 5% de probabilidade ($p < 0,05$), pelo software PAST3.

3.3 Resultados e Discussão

3.3.1 Análises físico-químicas

Considerando os resultados obtidos das análises de composição centesimal das farinhas casca e entrecasca de melancia *var. Crimson Sweet Extra* (Tabela 1), existem diferenças significativas entre as frações para todos os constituintes analisados, exceto para acidez total da farinha da entrecasca.

Tabela 1. Características físico-químicas das farinhas da casca e entrecasca de melancia *var. Crimson Sweet Extra*, expressas em 100 g de cada amostra, em matéria seca.

Características físico-químicas	Farinha casca melancia*	Farinha entrecasca melancia**
Umidade (%)	13,20 ± 0,09 ^a	6,70 ± 0,04 ^b
Cinzas (%)	5,31 ± 0,01 ^b	8,47 ± 0,09 ^a
Proteínas (%)	9,91 ± 0,10 ^a	4,50 ± 0,20 ^b
Lipídeos (%)	0,94 ± 0,02 ^a	0,67 ± 0,11 ^b
Carboidratos (%) ¹	29,08 ± 0,46 ^b	49,83 ± 0,53 ^a
Fibra alimentar (%)	41,52 ± 0,42 ^a	29,47 ± 0,30 ^b
pH	5,03 ± 0,06 ^a	4,40 ± 0,00 ^b
Acidez (%)	2,54 ± 0,01 ^a	2,19 ± 0,01 ^{ba}
Sólidos solúveis totais ²	0,8 ± 0,05 ^b	1,8 ± 0,00 ^a
Amido (%)	nd***	nd***
Vitamina C ³	0,63 ± 0,03 ^b	1,74 ± 0,04 ^a
Vitamina B2 ⁴	nd*	0,01 ± 0,00
Valor calórico ⁵	164,61 ± 2,03 ^b	223,24 ± 0,94 ^a

¹Os resultados de carboidratos foram obtidos pelo método da diferença. ²Sólidos solúveis totais em (°Brix). ³Determinado em mg 100 g⁻¹. ⁴Vitamina B2 (Riboflavina) em mg 100 g⁻¹. ⁵Determinado em kcal 100g⁻¹. *Farinha Casca Melancia (FCM). **Farinha Entrecasca Melancia (FEM). ***nd = não detectado. Os resultados estão apresentados como média e desvio padrão de análises em triplicatas. Médias com letras iguais na mesma linha não diferem entre si pelo teste de *Student* (5%).

As farinhas FCM e FEM apresentaram 13,20 e 6,70% de umidade respectivamente. A legislação permite teor máximo de 15% de umidade (Brasil, 2005). Lima et al. (2009) encontraram teor de umidade superior ao deste estudo para farinha da entrecasca de melancia igual a 9,55%. O teor de cinzas foi de 5,31 e 8,47% para FCM e FEM respectivamente. Os altos teores de cinzas demonstram serem farinhas ricas em minerais, do ponto de vista nutricional quando comparado ao recomendado pela Dietary Reference Intakes (DRIs) (DRI, 2011). Dos Santos et al. (2018) encontraram resultado de cinzas de 7,82% para uma variedade de melancia africana (*var. citroides*). Já Al-Sayed & Ahmed (2013) encontraram teor de 13,09% de cinzas em pó da casca de melancia.

O teor proteico foi significativo em ambas amostras de farinhas com 9,91 e 4,50% para FCM e FEM respectivamente. Valores médios podem variar entre a mesma cultura ou entre outras culturas de melancia, podendo ser justificado pelas condições de plantio, época de colheita, solo, clima e nutrientes no solo. Al-Sayed & Ahmed (2013) obtiveram teor de proteínas de 11,17% para o pó da casca de melancia. Lima et al. (2009) encontraram para farinha da entrecasca de melancia proteína de 11,16% superior ao deste estudo.

A fração lipídica apresentou baixo conteúdo de 0,94 e 0,67% para FCM e FEM respectivamente, estando abaixo de todos os valores em outros trabalhos citados para melancia. Al-Sayed & Ahmed (2013) encontraram teor superior para o pó da casca de melancia de 2,44%. Valores superiores de lipídios também foram observados quando comparados em outras bases farináceas de frutíferas como observado por Oliveria et al. (2019) para as farinhas da casca e entrecasca de laranja sanguínea com médias de 8,0 e 7,2% respectivamente. Os carboidratos determinados por diferença foram de 29,08 e 49,83%. Al-Sayed & Ahmed (2013) encontrou teor de carboidratos superior ao deste estudo, igual a 56,02% para farinha de melancia. Subandriyo & Setianingsih (20016) encontraram teores de carboidratos de 72,22% para a farinha do fruto de *B. gummorrhiza*. O teor de fibra alimentar foi de 41,52 e 29,47% para FCM e FEM respectivamente. Teor superior de fibra alimentar foi encontrado por Lima et al. (2015) de 44,1% para farinha da entrecasca de melancia. Oliveira et al. (2019) analisaram as farinhas da casca e entrecasca de laranja sanguínea e encontraram médias de 21,0 e 26,9% de fibra alimentar. De acordo com Hassan et al. (2011) altos teores de fibra alimentar influencia positivamente como preventivo do câncer de colón e em doenças cardiovasculares.

O pH foi de 5,03 e 4,40 para FCM e FEM respectivamente. Em relação ao pH, FCM e FEM podem ser classificadas como pouco ácidas ($\text{pH} > 4,5$) conforme Vasconcelos e Melo Filho (2010). Dos Santos et al. (2018) encontraram pH de 5,20 para uma variedade de melancia africana (*C. lanatus*). A acidez total foi de 2,54 e 2,19% para FCM e FEM respectivamente, não apresentando diferença estatística em ambas as amostras. Dos Santos et al. (2018) encontraram acidez total de 1,17% para a variedade africana de melancia. Conforme Gava et al. (2009) o baixo pH e alta acidez são fatores que em conjunto limitam determinados tipos de micro-organismos deterioradores em alimentos. Em relação ao teor de açúcares solúveis em °Brix foram de 0,8 e 1,8 para FCM e FEM respectivamente, e indicaram diferença estatística em ambas as amostras. Storck et al. (2015) encontraram para as farinhas de acerola, laranja, maçã e uva médias de 1,68; 5,38; 6,83 e 1,36 respectivamente.

Não foram detectados teores de amido para as farinhas FCM e FEM. Os teores de vitamina C foram de 0,63 e 1,74 $\text{mg } 100 \text{ g}^{-1}$, estando abaixo do preconizado para ingestão diária, já para vitamina B2 foi observada apenas na FEM com 0,01 mg. Ambas as concentrações necessitam ser adicionadas com tais vitaminas no desenvolvimento, por exemplo, de barras nutritivas e ou incorporadas em produtos de confeitaria. De

acordo com Padovani et al. (2006), o índice de referência diário preconiza para homens e mulheres consumo de 39 mg de vitamina C e de 0,8 mg de vitamina B2 na dieta. Valores superiores foram reportados por Dos Santos et al. (2018) avaliando a farinha da casca da var. africana de melancia obtiveram teor de ácido ascórbico de 18,52 mg 100 g⁻¹, e Soares et al. (2017) de 45,06 mg 100 g⁻¹ para farinha do resíduo de goiaba.

O valor calórico foi de 164,61 e 223,24 kcal 100 g⁻¹ para FCM e FEM, respectivamente. Fioravante et al. (2016) obtiveram para a farinha de caraguatá (*B. balansae*) valor calórico total de 215,68 kcal 100 g⁻¹. E para Kooper et al. (2009) de 381,08 kcal 100 g⁻¹ para a farinha do fruto de bocaiuva.

Na Figura 1 abaixo, estão apresentados os resultados da análise granulométrica das farinhas FCM e FEM.

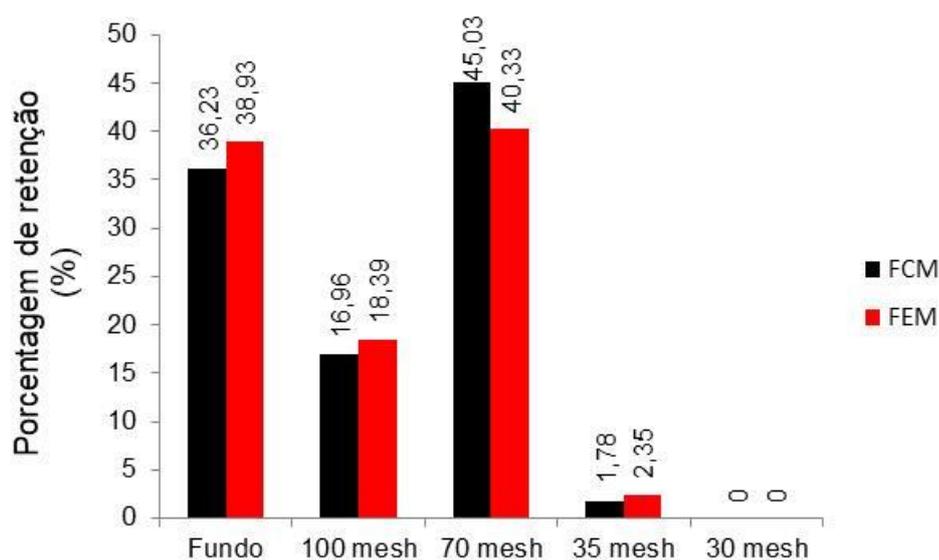


Figura 1. Distribuição granulométrica das farinhas. Farinha casca melancia (FCM) e Farinha entrecasca melancia (FEM) var. *Crimson Sweet Extra*.

De acordo com a análise granulométrica, a maior porcentagem de retenção foi observada na peneira de 70 mesh (0,212 mm) com retenção de 45,03 e 40,33% para FCM e FEM respectivamente. Storck et al. (2015) também obtiveram maior porcentagem de retenção granulométrica em peneira de 0,250 mm para farinhas dos resíduos de acerola, laranja, maçã e uva. Conforme Borges et al. (2003), o tamanho do particulado farináceo influencia diretamente a capacidade de absorção de água, óleo, no tempo de mistura e nas características sensoriais (aparência, sabor e textura).

Na tabela 2 estão apresentados os teores de macro e micronutrientes nas farinhas da casca e entrecasca de melancia, bem como o índice de referência diária na dieta alimentar.

Tabela 2. Valores médios de minerais e índice de referência diário das farinhas casca e entrecasca de melancia var. *Crimson Sweet Extra*.

Classificação	Farinha	Farinha	DRIs
	casca melancia	entrecasca melancia	
<i>Macronutrientes</i> ¹			
P	2,53 ± 0,02 ^a	2,24 ± 0,02 ^a	700 mg dia
Ca	22,83 ± 0,02 ^a	12,64 ± 0,01 ^b	1000 mg dia
Mg	13,13 ± 0,02 ^a	5,22 ± 0,01 ^b	400 mg dia
S	0,75 ± 0,04 ^b	2,28 ± 0,02 ^a	-
K	12,01 ± 0,01 ^{ba}	13,34 ± 0,02 ^a	-
<i>Micronutrientes</i> ²			
B	0,63 ± 0,02 ^a	0,14 ± 0,00 ^{ba}	-
Cu	14,55 ± 0,02 ^a	14,45 ± 0,03 ^a	900 µg dia
Mn	52,54 ± 0,02 ^a	20,45 ± 0,03 ^b	2,3 mg dia
Zn	4,86 ± 0,02 ^a	3,48 ± 0,10 ^b	11 mg dia
Fe	34,93 ± 0,02 ^a	10,14 ± 0,02 ^b	18 mg dia

¹Determinado em g kg⁻¹. ²Determinado em mg Kg⁻¹. (-) Não há valor determinado. Médias com desvio padrão seguidas de mesma letra na linha não diferem pelo teste de *Student* (5%).

Teores expressivos de macronutrientes como Ca com 22,83 e 12,64, Mg com 13,13 e 5,22 e para K de 12,01 e 13,34 g kg⁻¹ foram observados em ambas as amostras de FCM e FEM neste estudo, respectivamente. Já para os micronutrientes, as farinhas FCM e FEM apresentaram altos teores de Cu com 14,55 e 14,45, Mn de 52,54 e 20,45 e de Fe com 34,93 e 10,14 mg kg⁻¹. Todas as concentrações de macro e micronutrientes estão acima dos teores preconizados para DRIs. Sendo as farinhas de melancia neste estudo, excelentes fontes minerais, podendo ser empregadas em barras nutracêuticas e na panificação, principalmente em países onde há carência de minerais na dieta humana.

Sabino et al. (2017) avaliaram farinhas das cascas de frutas tropicais de abacaxi, banana, mamão, melão e manga e obtiveram teores de K, apresentando valores entre 159,10 a 523,20, Ca entre 26,20 a 104,17, Mg entre 24,70 a 29,60 g kg⁻¹; e para Zn entre 2,74 a 28,20, Cu entre 0,14 a 0,36, Mn entre 22,80 a 29,60 e Fe entre 1,08 a 6,62 mg kg⁻¹. Özcan et al. (2007) encontraram teores de microminerais (Fe, Cu, Mn e Zn) para a farinha dos frutos de alfarrobeira iguais a 58,39; 2,64; 1,16 e 1,88 mg kg⁻¹, respectivamente.

Na Tabela 3 estão apresentados os perfis químicos dos óleos fixos das farinhas da casca e entrecasca de melancia var. *Crimson Sweet Extra*.

Tabela 3. Perfil químico dos óleos das farinhas da casca e entrecasca de melancia var. *Crimson Sweet Extra* por (CG/EM).

Ácidos graxos	Farinha casca melancia*	Farinha entrecasca melancia*
Palmítico	6,08	10,00
Palmitoleico	5,96	1,39
Esteárico	2,34	4,18
Oléico	32,68	28,01
Linoleico	0,68	0,90
Linolênico	48,64	55,18
Araquídico	0,71	-
Behênico	2,91	0,34
Saturados	14,38	15,57
Insaturados	85,62	84,43
Total identificados	100	100

*Determinado em porcentagem de área do pico (%). (-) não detectado. Área do pico.

As análises dos perfis químicos dos óleos fixos de FCM e FEM apresentaram em suas frações lipídica, 6,08 e 10,0% de ácido palmítico, de 32,68 e 28,01% de ácido oleico e de 48,64 e 55,18% de ácido linolênico respectivamente. Os teores de ácidos graxos saturados foram de 14,38 e 15,57%, e para ácidos insaturados de 85,62 e 84,43%. Ambas as farinhas do resíduo de melancia são ricas em ácidos graxos insaturados. Hiane et al. (2003) descrevem para a farinha de bacuri consideráveis teores de ácidos láurico com 10,41%, palmítico com 22,77%, oleico com 36,51% e linoleico com 12,59%. Hiane et al. (1990) avaliaram a farinha de bocaiuva e encontraram altos teores de ácido palmítico 18,09% e de ácido oleico de 70,12%.

Na Tabela 4 estão apresentados os compostos bioativos e antioxidantes das farinhas da casca e entrecasca de melancia.

Tabela 4. Compostos bioativos das farinhas da casca e entrecasca de melancia *var. Crimson Sweet Extra*.

Parâmetro	Farinha	Farinha
	casca melancia	entrecasca melancia
DPPH ¹	68,23 ± 1,67 ^a	63,34 ± 2,07 ^b
ABTS ⁺ ²	10,85 ± 0,42 ^a	424,64 ± 0,30 ^b
FRAP ³	32,72 ± 0,39 ^a	23,13 ± 0,08 ^b
Fenólicos totais ⁴	7,92 ± 0,21 ^a	8,13 ± 0,33 ^a
β-caroteno ⁵	670,00 ± 0,02	tr*
Licopeno ⁵	1.690,00 ± 0,01 ^a	30,00 ± 0,00 ^b
Antocianinas ⁵	0,08 ± 0,00 ^a	0,06 ± 0,00 ^{ba}
Flavonoides ⁵	560,0 ± 0,00 ^a	520,0 ± 0,00 ^{ba}
Cumarinas	++	+

¹Determinado em % de redução. ²Determinado em µg de equivalente de Trolox 100 g⁻¹. ³Determinado em µmol sulfato ferroso 100 g⁻¹ de amostra. ⁴Determinado em mg equivalentes de ácido gálico EAG 100 g⁻¹ de massa seca. ⁵Determinado em µg 100 g⁻¹. Tr* = traços. (+) fraco positivo e (++) moderado positivo. Letras diferentes na mesma linha representam diferença estatística pelo teste de *Student* (5%).

Os extratos farináceos de FCM e FEM apresentaram alta eficiência na redução do radical DPPH de 68,23 e 63,34%, respectivamente. Rybka et al. (2018) encontraram porcentagens de redução de DPPH para diferentes farinhas de cascas de manga entre 89,29 a 91,43%. Al-Sayed & Ahmed (2013) encontraram resultado de 39,7% de redução do DPPH para o pó da casca de melancia. As farinhas de melancia apresentaram atividade antioxidante por ABTS⁺ de 10,85 e 424,64 µg 100 g⁻¹ estatisticamente diferentes para FCM e FEM, respectivamente. Para FEM a atividade antioxidante apresentou alta eficiência quando comparada a FCM. Sena et al. (2014) avaliaram a atividade antioxidante por ABTS⁺ em farinhas de goiaba vermelha, goiaba branca, cajá, caju e manga e obtiveram atividade de 53,28; 29,82; 32,48; 36,85 e 38,75 µg 100 g⁻¹. Kuskoski et al. (2006) também em estudo com atividade antioxidante em farinhas de maçã, uva branca e uva vermelha, e obtiveram atividade antioxidante com resultados de 24,4; 52,8 µg 100 g⁻¹ e resultado superior de 332,6 µg 100 g⁻¹ respectivamente.

De acordo com Freitas et al. (2017), quanto maior o valor de ABTS⁺, maior será o potencial antioxidante. Trabalhos realizados por Freitas et al. (2017) e Floegel et al. (2011), discutem sobre a eficiência entre os métodos de DPPH e de ABTS⁺, sendo este último com maior eficiência. Essa afirmação é justificada para compostos com maior teor de pigmentação e aos antioxidantes hidrofílicos principalmente em alimentos.

A atividade antioxidante por FRAP apresentou resultados estatisticamente diferentes, de 32,72 e 23,13 µmol 100 g⁻¹ para FCM e FEM respectivamente,

apresentando maior atividade antioxidante no extrato farináceo de FCM. Cazarin et al. (2014) encontraram para os extratos farináceos da casca do maracujá (*P. edulis*) (aquoso, metanólico/acetona e etanólico) atividades de 36,56; 38,65 e 34,95 $\mu\text{mol } 100 \text{ g}^{-1}$.

As farinhas de melancia apresentaram teor de compostos fenólicos totais de 7,92 e 8,13 mg EAG 100 g^{-1} para FCM e FEM, os teores deste estudo são considerados baixos, entretanto, ainda são importantes em uma dieta diária. Os compostos fenólicos presentes nas amostras de farinhas deste estudo, podem agir como agentes antimicrobianos naturais conforme Storck et al. (2015). Zopellaro et al. (2019) avaliaram a farinha de uva e obtiveram teor de fenólicos totais de 8,13 mg EAG 100 g^{-1} . Hassan et al. (2011) encontraram teor de fenólicos totais de 98,3 mg EAG 100 g^{-1} do pó da casca dos frutos de *M. pajang*. O teor de β -caroteno 670,00 $\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$ para FCM e traços para FEM. Hiane et al. (2003) encontraram para farinha de bacuri teor de β -caroteno de 23,51 $\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$. O conteúdo de licopeno foi de 1.690,0 e 30,0 $\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$. Menezes Filho et al. (2019b) avaliaram as farinhas do fruto do jatobá-do-cerrado onde obtiveram teores de licopeno de 31,0; 53,32 e 130,29 $\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$ para casca, arilo e semente, respectivamente.

O conteúdo de licopeno foi de 1.690,0 e de 30,0 $\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$. De acordo com Oberoi & Sogi (2015) o licopeno demonstrou em estudos, proteção de biomoléculas como os lipídios, lipoproteínas de baixa densidade e na molécula de DNA contra danos oxidativo e na prevenção de tipos de cânceres. As farinhas de melancia apresentaram teores de antocianinas de 0,08 e 0,06 mg 100 g^{-1} para FCM e FEM respectivamente. Bennemann et al. (2018) encontraram teores superiores para farinhas dos bagaços de uva entre 15,78 e 114,67 mg 100 g^{-1} .

Neste estudo, os teores de flavonoides foram de 560,0 e 520,0 $\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$ para FCM e FEM, respectivamente. Já Menezes Filho et al. (2019b) encontraram teores de 210,0; 230,0 e 270,0 $\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$ para as farinhas da casca, arilo e semente de jatobá-do-cerrado, respectivamente. Os carotenoides possuem ação antioxidante sendo utilizados na alimentação como agente antioxidante e para uso tópico como protetores da radiação UV emitida pelo sol e lâmpadas, que podem causar cânceres (Menezes Filho et al., 2019b). As cumarinas foram avaliadas qualitativamente e ambas as amostras dos extratos farináceos apresentaram resultados positivos, em especial para FCM. De acordo com Kloss et al. (2016) as cumarinas possuem diversas ações, como

antioxidante, farmacológica e bioquímica. Na Figura 2 estão apresentadas micrografias eletrônicas de varredura dos particulados farináceos de FCM e FEM.

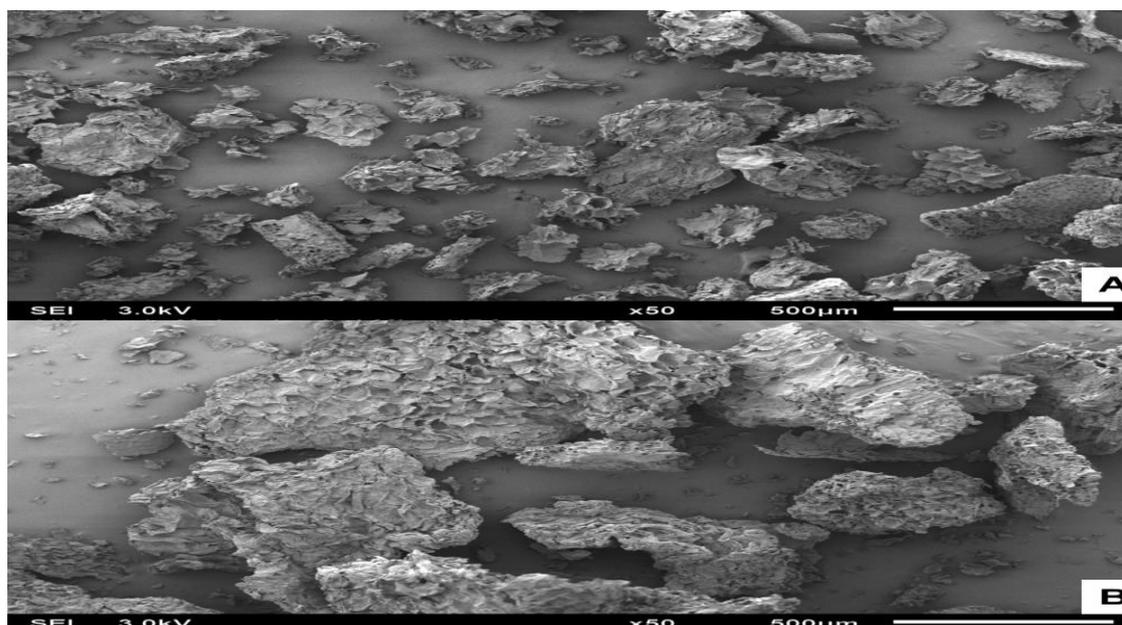


Figura 2. Micrografias eletrônicas por varredura das farinhas da casca (FCM) em (A) e entrecasca (FEM) em (B) de melancia *var. Crimson Sweet Extra*.

O conteúdo farináceo observado por MEV apresentou diferentes diâmetros corroborando com a análise granulométrica, e exclusivo conteúdo de fibras para ambas as farinhas de melancia neste estudo (Figura 2). Não foi observado nenhum tipo de material estranho, bem como grânulos ou particulados de amido como observado na característica físico-química para amido que não houve detecção de compostos amiláceos (Tabela 1).

3.4 Conclusão

As farinhas da casca e entrecasca de melancia *Citrullus lanatus* variedade *Crimson Sweet Extra*, apresentaram importantes resultados físico-químicos, bons conteúdos de minerais para uma dieta rica em macro e micronutrientes, rica em ácidos graxos insaturados, bem como em compostos biologicamente ativos com eficiência capacidade antioxidantes.

3.5 Agradecimentos

Ao Instituto Federal Goiano, Campus Rio Verde e de Iporá; a Universidade Federal de São Carlos; a Universidade Estadual Júlio de Mesquita Filho, Araraquara;

aos Laboratórios de Química Tecnológica, Nutrição Animal, Pós-colheita, Fisiologia Vegetal, Bioensaios e Biomoléculas, Produtos Naturais; ao Laboratório de Análises Solotech; a Central Analítica Multiusuário; aos colegas de mestrado Fernando, Wendel e Josemar pelas análises gentilmente fornecidas; aos órgãos de fomento em pesquisa CAPES, FINEP, CNPq e FAPEG, esta última pela bolsa de mestrado em Agroquímica para o primeiro autor.

3.6 Referências bibliográficas

Albuquerque, J.A.A., Santos, T.S., Castro, T.S., Evangelista, M.O., Alves, J.M.A., Soares, M.B., Menezes, P.H.S. (2017). Estudo florístico de plantas daninhas em cultivos de melancia na Savana de Roraima, Brasil. *Scientia Agropecuaria*, 8(2), 91-98.

Al-Sayed, H.M.A., Ahmed, A.R. (2013). Utilization of watermelon rinds and sharlyn melon peels as a natural source of dietary fiber and antioxidants in cake. *Annals of Agricultural Science*, 58(1), 83-95.

AOAC – Official Method of Analysis Association of Official Analytical Chemists. (1990). 15th Edition, AOAC International Publisher, Washington DC, v 2.

Bennemann, G.D., Botelho, R.V., Torres, Y.R., Camargo, L.A., Khalil, N.M., Oldani, T.L.C., Da Silva, D.H. (2018). Compostos bioativos e atividade antirradicalar em farinhas de bagaço de uvas de diferentes cultivares desidratadas em liofilizador e em estufa. *Brazilian Journal of Food Technology*, 21, 1-10.

Benzie, I.F., Strain, J.J. (1999). Ferric reducing/antioxidant power assay: direct measure of total antioxidant activity of biological fluids and modified version for simultaneous measurement of total antioxidant power and ascorbic acid concentration. *Methods in Enzymology*, 299, 15-27.

Borges, A.M., Pereira, J., Lucena, E.M.P. (2009). Caracterização da farinha de banana verde. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 29(2), 333-339.

Brasil. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Regulamento técnico para produtos de cereais, amidos, farinhas e farelos. Resolução RDC nº 263. Diário Oficial da União; Poder Executivo, 2005. 6 p.

Cazarin, C.B.B., Da Silva, J.K., Colomeu, T.C., Zollner, R.L., Júnior, M.R.M. (2014). Capacidade antioxidante e composição química da casca de maracujá (*Passiflora edulis*). *Ciência Rural*, 44(9), 1699-1704.

Dos Santos, F.S., Leite, D.D.F., Câmara, G.B., Queiroz, A.J.M., Figueirêdo, R.M.F. (2018). Obtenção e caracterização físico-química da farinha da casca de melancia cv. *africana*. In: Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia. Maceió, AL, 21-24 de agosto de 2018.

DRI (Dietary Reference Intakes). Estimated average requirements. Beltsville. Food and Nutrition, Institute of Medicine, National Academies, 2011. 8p.

Fernandes, A.F., Pereira, J., Germani, R., Oiano-Neto, J. (2008). Efeito da substituição parcial da farinha de trigo por farinha de casca de batata (*Solanum tuberosum* Lineu). *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 28(Supl.), 56-65.

Fioravante, M.B., Hiane, P.A., Campos, R.P., Candido, C.J. (2016). Qualidade nutricional e funcional de biscoito de farinha de caraguatá (*Bromelia balansae* Mez). *Revista Uniabeu*, 9(22), 221-235.

Floegel, A., Kim, D.O., Chung, S.J., Koo, S.I., Chun, O.K. (2011). Comparison of ABTS/DPPH assays to measure antioxidant capacity in popular antioxidant-rich US foods. *Journal of Food Composition and Analysis*, 24, 1043-1048.

Freitas, E.C., Barros, H.E.A., Santos, I.A., Miranda, A.S., Santana, R.F., Silva, M.V. (2017). Constituintes fenólicos e *Screening* da capacidade antioxidante de coprodutos desidratados de *Theobroma grandiflorum*. *Revista Virtual de Química*, 9(6), 2193-2203.

- Gava, A.J., Silva, C.A.B., Frias, J.R.G. Tecnologia de alimentos: princípios e aplicações. São Paulo: Nobel, 2009. 301 p.
- Guimarães, R.R., Freitas, M.C.J., Silva, V.L.M. (2010). Bolos simples elaborados com farinha da entrecasca de melancia (*Citrullus vulgaris*, sobral): avaliação química, física e sensorial. *Ciência e tecnologia de Alimentos*, 30(2), 354-363.
- Hassan, F.A., Ismail, A., Hamid, A.A., Azlan, A., Al-Sheraji, S.H. (2011). Characterization of fibre-rich powder and antioxidant capacity of *Mangifera pajang* K. fruit peels. *Food Chemistry*, 126(1), 283-288.
- Hiane, P.A., Bogo, D., Ramos, M.I.L., Ramos Filho, M.M. (2003). Carotenóides pró-vitamínicos A e composição em ácidos graxos do fruto e da farinha do bacuri (*Scheelea phalerata* Mart.). *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 23(2), 206-209.
- Hiane, P.A., Penteado, M.V.C., Badolato, E. (1990). Teores de ácidos graxos e composição centesimal do fruto e da farinha de bocaiúva (*Acrocomia mokayayba* Barb. Rodr.). *Revista Alimentos e Nutrição*, 2(1), 21-26.
- Instituto Adolfo Lutz – IAL. (2008). *Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análises de alimentos 4ª*, Ed., 1020 p. Rio de Janeiro: IAL.
- Kloss, L.C., Albino, A.M., Souza, R.G. (2016). Identificação de classes de metabólitos secundários do extrato etanólico de *Piper umbellatum* L. (Piperaceae). *South American Journal of Basic Education, Technical and Technological*, 3(2), 118-128.
- Kopper, A.C., Saraiva, A.P.K., Ribani, R.H., Lorenzi, G.M.A.C. (2009). Utilização tecnológica da farinha de bocaiúva na elaboração de biscoitos tipo *cookie*. *Revista Alimentos e Nutrição*, 20(3), 463-469.

Kuskoski, E.M., Asuero, A.G., Orales, M.T., Fett, R. (2006). Frutas tropicais silvestres e polpas congeladas: atividade antioxidante, polifenóis e antocianinas. *Ciência Rural*, 36(4), 1283-1287.

Lima, J.P., Portela, J.V.F., Marques, Lo-R., Alcântara, M.A., El-Auouar, Â.A. (2015). Farinha de entrecasca de melancia em biscoitos sem glúten. *Ciência Rural*, 45(9), 1688-1694.

Malavolta, E., Vitti, G.C., Oliveira, S.A. (1989). Avaliação de estado nutricional de plantas. Piracicaba: Potafos, 201 p.

Menezes Filho, A.C.P., Castro, C.F.S. (2019c). Identificação das classes de metabólitos secundários em extratos etanólicos foliares de *Campomanesia adamantium*, *Dimorphandra mollis*, *Hymenaea stigonocarpa*, *Kielmeyera lathrophytum* e *Solanum lycocarpum*. *Estação Científica*, 9(1), 89-101.

Menezes Filho, A.C.P., De Souza, J.C.P., Castro, C.F.S. (2019a). Avaliação dos parâmetros físico-químicos e tecnológicos da farinha produzida a partir dos resíduos da agroindústria de laranja e melancia. *Agrarian*, 12(45), 399-410.

Menezes Filho, A.C.P., Da Silva, M.A., Pereira, A.V., Oliveira Filho, J.G., Castro, C.F.S. (2019b). Parâmetros físico-químicos, tecnológicos, atividade antioxidante, conteúdo de fenólicos totais e carotenóides das farinhas dos frutos do jatobá-do-cerrado (*Hymenaea stigonocarpa* Mart. ex Hayne). *Multi-Science Journal*, 2(1), 93-100.

Nascimento, J.A.M., Souto, J.S., Cavalcante, L.F., Medeiros, S.A.S., Pereira, W.E. (2017). Produção de melancia em solo adubado com esterco bovino e potássio. *Agrária – Revista Brasileira de Ciências Agrárias*, 12(2), 122-127.

Oberoi, D.P.S., Sogi, D.S. (2015). Effect of drying methods and maltodextrin concentration on pigment content of watermelon juice powder. *Journal of Food Engineering*, 165, 172-178.

Oliveira, N.A.S., Winkelmann, D.O.V., Tobal, T.M. (2019). Farinhas e subprodutos da laranja sanguínea-de-mombuca: caracterização química e aplicação em sorvete. *Brazilian Journal of Food Technology*, 22, 1-8.

Oliveira, P.G.F., Moreira, O.C., Branco, L.M.C., Costa, R.N.T., Dias, C.N. (2012). Eficiência de uso dos fatores de produção água e potássio na cultura de melancia irrigada com água de reuso. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, 16, 153-158.

Özcan, M.M., Arslan, D., Gökçalik, H. (2007). Some compositional properties and mineral contents of carob (*Ceratonia siliqua*) fruit, flour and syrup. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 58(8), 652-658.

Menezes Filho, A.C.P., Castro, C.F.S. (2018). Análise fitoquímica dos frutos do jatobá-do-cerrado (*Hymenaea stigonocarpa* Mart. ex Hayne) e murici-bravo (*Byrsonima coccolobifolia* Kunth.). *Global Science and Technology*, 11(2), 241-255.

Padovani, R.M., Amaya-Farfán, J., Colugnati, F.A.B., Domene, S.M.Á. (2006). Dietary reference intakes: aplicabilidade das tabelas em estudos nutricionais. *Revista de Nutrição*, 19(6), 741-760.

Rocha, M.S., Figueiredo, R.W., Araújo, M.A.M., Moreira-Araújo, R.S.R. (2013). Caracterização físico-química e atividade antioxidante (*in vitro*) de frutos do cerrado Piauiense. *Revista Brasileira de Fruticultura*, 35(4), 933-941.

Rybka, A.C.P., Lima, A.S., Nassur, R.C.M.R. (2018). Caracterização da farinha da casca de diferentes cultivares de manga. *Enciclopédia Biosfera*, 15(27), 12-21.

Sabino, L.B.S., Lima, A.C.S., Soares, D.J., Silva, L.M.R.; Oliveira, L.S., Figueiredo, R.W., Sousa, P.H.M. (2017). Composição mineral de farinhas obtidas a partir de cascas de frutos tropicais baseado na ingestão diária recomendada. *Brazilian Journal of Food Research*, 8(3), 102-111.

Santana, A.F., Oliveira, L.F. (2005). Aproveitamento da casca de melancia (*Curcubita citrullus*, Shrad.) na produção artesanal de doces alternativos. *Alimentos e Nutrição*, 16(4), 363-368.

Sarruge, J.R.R., Hagg, H.P. (1974). Análise química em plantas. Piracicaba: ESALQ/USP, 56 p.

Sena, D.N., Oliveira, A.F.R., Sousa, M.M.A., Almeida, M.M.B., Sousa, P.H.M. Farinha de resíduos de processamento de frutas tropicais: Determinação dos seus potenciais antioxidantes. (2014). In: XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química, 19-22 de outubro, Florianópolis-SC.

Soares, D.J., Guimarães, A.M., Moura Neto, D.L.G., Costa, Z.R.T., Alves, V.R., Alves, V.R., Santos, M.G. (2017). Utilização de farinha de resíduos de goiaba na elaboração de pães. *Revista CIENTEC*, 9(1), 97-103.

Storck, C.R., Basso, C., Favarin, F.R., Rodrigues, A.C. (2015). Qualidade microbiológica e composição de farinhas de resíduos da produção de suco de frutas em diferentes granulometrias. *Brazilian Journal of Food Technology*, 18(4), 227-284.

Subandriyo, Setianingsih, N.I. (2016). Extraction process for reducing tannin of Mangrove fruit [*Bruguiera gumnorrhiza* (Lamarck, 1798)] as a raw material for food flour. *Aquatic Procedia*, 7, 231-235.

Uchoa, A.M.A., Costa, J.M.C., Maia, G.A., Silva, E.M.C., Carvalho, A.F.F.U., Meira, T.R. (2008). Parâmetros físico-químicos, teor de fibra bruta e alimentar de pós alimentícios obtidos de resíduos de frutas tropicais. *Revista Segurança Alimentar*, 15(2), 58-65.

Vallilo, M.I., Moreno, P.R.H., Oliveira, E., Lamardo, L.C.A., Garbelotti, M.L. (2008). Composição química dos frutos de *Campomanesia xanthocarpa* Berg-Myrtaceae. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 28(Supl.), 231-237.

Van de Kamer, J.H., Van Ginkel, L. (1952). Rapid determination of crude fiber in cereais. *Cereal Chemistry*, 29(4).

Vasconcelos, M.A.S., Melo Filho, A.B. Conservação de alimentos. Recife: EDUFRPE, 2010. 130 p.

Zopellaro, S.R., Da Silva, S.Z., Lovato, F.R. (2019). Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante da farinha do resíduo da uva. *FAG Journal of Health*, 1(2), 154-163.

4. CAPÍTULO II

(Normas de acordo com a Revista Agrária Acadêmica)

Produção, Rendimento e Caracterização Físico-Química de Pectina a Partir da Entrecasca de Melancia (*Citrullus Lanatus*): Otimização por Experimento Box-Behnken

RESUMO

Diariamente volumosas quantidades de resíduos de melancia são produzidas ainda na colheita. Este estudo objetivou avaliar a produção, o rendimento e as características físico-químicas da pectina de (*Citrullus lanatus*) cultivar *Crimson Sweet Extra* através da otimização por experimento Box-Behnken. O planejamento composto central rotacional com quatro pontos axiais e três repetições no ponto central com as variáveis concentrações ácida, tempo e temperatura. A extração da pectina foi realizada com 5 g da farinha da entrecasca para 150 mL de solução de ácido cítrico, a precipitação foi realizada utilizando 150 mL de etanol. As pectinas obtidas apresentaram baixa esterificação, alto teor de ácidos galacturônicos e alta pureza.

Palavras-chave: grau de metoxilação, ácido galacturônico, resíduo agrícola

ABSTRACT

Daily large quantities of watermelon waste are still produced at harvest. The objective of this study was to evaluate the production, yield and physicochemical characteristics of pectin (*Citrullus lanatus*) grow crops *Crimson Sweet Extra* by optimization by Box-Behnken experiment. The central rotational composite design with four axial points and three repetitions at the central point with the acid concentrations, time and temperature variables. The pectin extraction was performed with 5 g of the starch flour to 150 mL of citric acid solution, precipitation was performed using 150 mL of ethanol. The pectins obtained were of low esterification, high galacturonic acids content and high purity.

Keywords: methoxylation degree, galacturonic acid, agricultural waste

4.1 Introdução

A melancia (*Citrullus lanatus* (Thunb. Mansf.)) é uma oleracea pertence à família das Cucurbitaceas, apresentando dois centros de distribuição nos continentes africano e asiático (BHERING et al., 2003). Apresenta bom desenvolvimento em diferentes tipos de solos e climas sendo uma fruta cultivada em quase todas as regiões do mundo (DE OLIVEIRA et al., 2015). Os quatro maiores produtores de melancia são China, Turquia, Irã e o Brasil que ao todo são responsáveis por cerca de 80% da produção total mundial (DE OLIVEIRA et al., 2019).

No Brasil a cultura de melancia se destaca entre as frutas, sendo a quarta com maior importância, por apresentar ampla diversificação e produção durante todo o ano em praticamente todos os estados brasileiros, em especial as regiões Nordeste e Sul que apresentam as maiores percentagens de produção nacional nas estações primavera e verão (CASTRO et al., 2019; DE OLIVEIRA et al., 2015). O mercado nacional e internacional apresenta o total de 48 cultivares de melancia, sendo classificado pela cor tanto interna e externa, peso total do fruto, tolerância a fitopatógenos e na produção ou não de sementes (VILLA, 2001).

Há duas produções, a primeira para o comércio nacional e a segunda para exportação. Os frutos para exportação apresentam tamanho pequeno sendo produzidas a partir de híbridos de alta produtividade, as características de qualidade internacional devem apresentar uniformidade no tamanho, teores de açúcares, frutos com ou sem sementes, e polpa crocante para o consumidor exigente. Os frutos são utilizados *in natura* e na forma de sucos, a entrecasca pode ser utilizada para a fabricação de farinhas, doces alternativos cristalizados ou em calda e as sementes em algumas regiões brasileiras são tostadas e inseridas na dieta humana (PEREIRA et al., 2011; SANTANA; OLIVEIRA, 2005).

Entretanto, a cultura brasileira não tem o hábito de utilizar os resíduos (entrecasca), gerando volumosas quantidades de resíduos que infelizmente são descartados em aterros sanitários ou lixões que poderiam ser utilizados. Conforme Santana e Oliveira (2005) a sociedade não pode mais sustentar o uso irracional dos recursos renováveis, é preciso conscientização para o uso de matérias-primas que possuem alto potencial alimentício ou como base na constituição de um formulado alimentício, visto que os frutos da melancieira apresentam inúmeros compostos biológicos, bem como vitaminas e sais minerais importantes para a dieta, sendo o uso

promissor na produção de barras nutracêuticas para a alimentação de crianças em países pobres.

De acordo com Vidigal et al. (2015) os frutos da melancia variedade *Crimson Sweet Extra* apresentam expressivos teores de nutrientes como nitrogênio, fósforo, potássio, enxofre, cálcio, magnésio manganês, boro, cobre, zinco e ferro, bem como fibras, proteínas, vitaminas do complexo B (B_1 e B_6) e C, licopeno, antocianinas, flavonoides, carotenoides e açúcares (DE OLIVEIRA, et al., 2019; MENEZES FILHO; CASTRO, 2018; PEREIRA et al., 2011).

A pectina refere-se a uma família de oligossacarídeos e polissacarídeos, sendo monômeros de ácido galacturônico ligados em $\alpha(1,4)$ com grau variável de grupos carboxilas metil esterificados, sendo encontradas quase que praticamente em todos os vegetais (CANTERI et al., 2012; VORAGEN et al., 2009). Em alguns trechos, a L-ramnose alterna-se com resíduos de ácido D-galacturônico em ligações $\alpha(1,2)$. Outros açúcares neutros, como galactose e arabinose podem ser observados em cadeias laterais (FERNANDES et al., 2014). Vários são os usos da pectina, nos frutos os polímeros de pectina são os responsáveis por manter a firmeza dos frutos verde e maduros (SPILLER et al., 2018; ABREU et al., 2012), e nos processos industriais como por exemplo, pode ser utilizada na produção de minibaterias, na fabricação de gomas e balas de mascar, geleias, biofilmes e espessantes para sucos (LIMA et al., 2017; DA SILVA et al., 2014).

Modelos matemáticos como Box-Behnken podem ser utilizados como ferramenta otimizadora na produção de pectina em um experimento de superfície de resposta, e é possível verificar os melhores tempos, concentrações ácidas e temperaturas, visto que, o tempo e temperatura em uma indústria de alimentos apresentam grandes gastos na cogeração de vapor e tempo de produção. Com isso, o uso dos resíduos da entrecasca de melancia para produção de pectina apresenta grande importância, influenciando positivamente no uso do resíduo minimizando o desperdício e gerando um produto de grande relevância como matéria-prima para a indústria alimentícia.

O presente estudo objetivou avaliar a extração, rendimento e caracterização físico-química de pectina a partir da entrecasca de melancia (*Citrullus lanatus var. Crimson Sweet Extra*) por otimização através do experimento por Box-Behnken.

4.2 Material e Métodos

Os resíduos agrícolas dos frutos de melancia foram coletados em uma unidade produtora rural localizada no Distrito da Lagoa do Bauzinho, município de Rio Verde, no período de outubro a novembro de 2018. O material foi transportado em sacos plástico de cor preta até o laboratório de Química Tecnológica no Instituto Federal Goiano. Com auxílio de uma faca, foi retirado o pericarpo e endocarpo com sementes. A entrecasca (mesocarpo) foi mantida em uma solução a 1% de hipoclorito de sódio por 15 minutos. Em seguida, foram lavados em água corrente e cortados em pequenas tiras. O material foi processado em processador doméstico com 500 mL de água destilada. Logo após, o excesso de água foi retirado com auxílio de um pano de nylon fino.

A massa produzida foi espalhada uniformemente em uma bandeja de polietileno de alta densidade PEAD e levada para secagem em estufa com circulação de ar forçada a 50 °C por 36 horas. Após secagem, a massa foi moída em moinho de facas tipo ciclone com peneira 32 mesh interna. O pó produzido foi armazenado em saco plástico para alimentos e mantido em refrigeração a -8 °C até análises. A pectina foi extraída em meio ácido, com ácido cítrico P.A (Synth). Alíquotas de 5 g do pós da entrecasca foram dissolvidas em 150 mL da solução aquosa de ácido cítrico nas concentrações avaliadas. As extrações foram realizadas em banho ultratermostático (Solab, Mod. SLI 52) em diferentes tempos e temperaturas conforme (Tabela 1).

Após a extração ácida, as amostras foram resfriadas a 25 °C, e em seguida filtradas em um pano fino de nylon, o sobrenadante foi descartado. Ao filtrado, foi adicionado 150 mL de álcool etílico 98% P.A - ACS (Dinâmica). A solução ficou em descanso por 60 min. e em seguida, a pectina precipitada foi filtrada. A pectina foi seca com acetona P.A – ACS (Qhemis), e em seguida levada para estufa com circulação de ar forçada (Nova Ética, Mod. 400 ND) a 50 °C até peso constante, conforme descrito por Munhoz et al. (2010).

O rendimento de pectina obtida nos ensaios foi determinado conforme equação a seguir. $\text{Rendimento (\%)} = (\text{Pectina extraída}/\text{Massa farinha}) \cdot 100$. O planejamento experimental para o rendimento de extração de pectina foi determinado seguindo um delineamento composto central rotacional com quatro pontos axiais e três repetições no ponto central, totalizando 15 ensaios através do modelo matemático de Box-Behnken (Tabela 1). Os fatores avaliados para o rendimento de extração de pectina foram concentração ácida Mol L^{-1} , tempo de extração e temperatura, denominadas de variáveis independentes. O rendimento em porcentagem de pectina extraída em cada experimento

foi considerado a variável resposta ou dependente. Os ensaios foram realizados em duplicata.

Tabela 1. Experimento de otimização pelo modelo de Box-Behnken.

Experimento	Conc. Ácida (Mol L ⁻¹)	Tempo (min.)	Temperatura (C°)
1	0,50	10	27,5
2	1,00	10	27,5
3	0,50	90	27,5
4	1,00	90	27,5
5	0,50	50	15,0
6	1,00	50	15,0
7	0,50	50	40,0
8	1,00	50	40,0
9	0,75	10	15,0
10	0,75	90	15,0
11	0,75	10	40,0
12	0,75	90	40,0
13	0,75	50	27,5
14	0,75	50	27,5
15	0,75	50	27,5

O pH foi determinado a partir de uma alíquota de 5 g de pectina em 100 mL de água ultrapura. A aferição do pH foi realizado em pHmetro de bancada (Lucadena, Mod. 210) a 25 °C.

A fração proteica bruta foi determinada e expressa em porcentagem de nitrogênio total a partir da pectina de *Citrullus lanatus*, segundo o método de Kjeldahl descrito por Borges et al. (2009). Uma alíquota de 0,25 g de pectina foi digerida em bloco digestor (Bunker, Mod. NT352) a 370 °C. O fim da digestão ocorreu com a mudança de cor da solução. Logo em seguida, as amostras digeridas foram levadas para o destilador de nitrogênio (Tecnal, Mod. TE-0364) e tituladas. O fator de correção aplicado foi de 6,25 sob o nitrogênio total. A pureza foi determinada conforme equação, Pureza % = 100 – teor de proteínas (Borges et al., 2009).

As amostras de pectina comercial e obtida da entrecasca de *C. lanatus* nas condições experimentais ótimas foram quantificadas por titulometria (FERNANDES et al., 2014; WANG et al., 2002). Aproximadamente 250 mg de pectina foi umedecida com 3 mL de álcool etílico 95% P.A. e solubilizada em 25 mL de água ultrapura sob agitação constante em mesa agitadora a 170 rpm por 30 min., sendo em seguida determinado o pH da solução. As carboxilas livres dos ácidos anidrogacturônicos foram neutralizadas com solução aquosa de NaOH 0,1 N P.A – ACS (Alphatec). As carboxilas esterificadas após saponificação com 10 mL de solução aquosa de NaOH na

concentração 0,25N por 60 min. sob agitação constante. Após este tempo, a solução foi neutralizada com 10 mL de uma solução aquosa de HCl 0,25N P.A – ACS (Neon) e novamente neutralizadas com solução aquosa de NaOH 0,1N, obtendo os valores de mEq de NaOH referentes as duas carboxilas (livres e esterificadas), respectivamente. Sendo representadas por mEq' e mEq''.

A partir destes dados, foram calculados a quantidade de massa por mEq conforme equação $Z = (\text{Massa pectina}/\text{mEq totais})$. O teor de resíduos galacturônicos pela equação $\text{AUA}\% = (17600/Z)$. Para o teor de metoxilas conforme equação $\text{MeO}\% = (\text{mEq}'' \times 31 \times 100/\text{massa pectina})$. Para o percentual de ácidos poligalacturônicos de acordo com a equação $\text{Fração ácida} = (\text{AUA}\% + \text{MeO}\%)$. Percentual de açúcares neutros conforme equação $\text{Fração neutra} = 100 - \text{Fração ácida}$. E para o grau de esterificação $\text{DE}\% = (176/31) \times (\text{MeO}/\text{AUA})$. Para efeito de comparação, também foi realizada a caracterização titulométrica da pectina cítrica comercial P.A – ACS (Êxodo Científica).

Para os experimentos de pH, proteínas, pureza, (Z), (AUA%), (MeO%), (FA%), (FN%) e (GE%) foram realizados em triplicata com (\pm) desvio padrão, apresentado pelas médias obtidas pelo software PAST 3 (versão 3.26). Os dados de rendimento de pectina obtidos foram submetidos a análise de variância por meio do software Minitab (Versão 19).

4.3 Resultados

Na Figura 1 está apresentado o diagrama de Pareto dos efeitos padronizados para o experimento de otimização da extração e rendimento de pectina de *Citrullus lanatus* var. *Crimson Sweet Extra*.

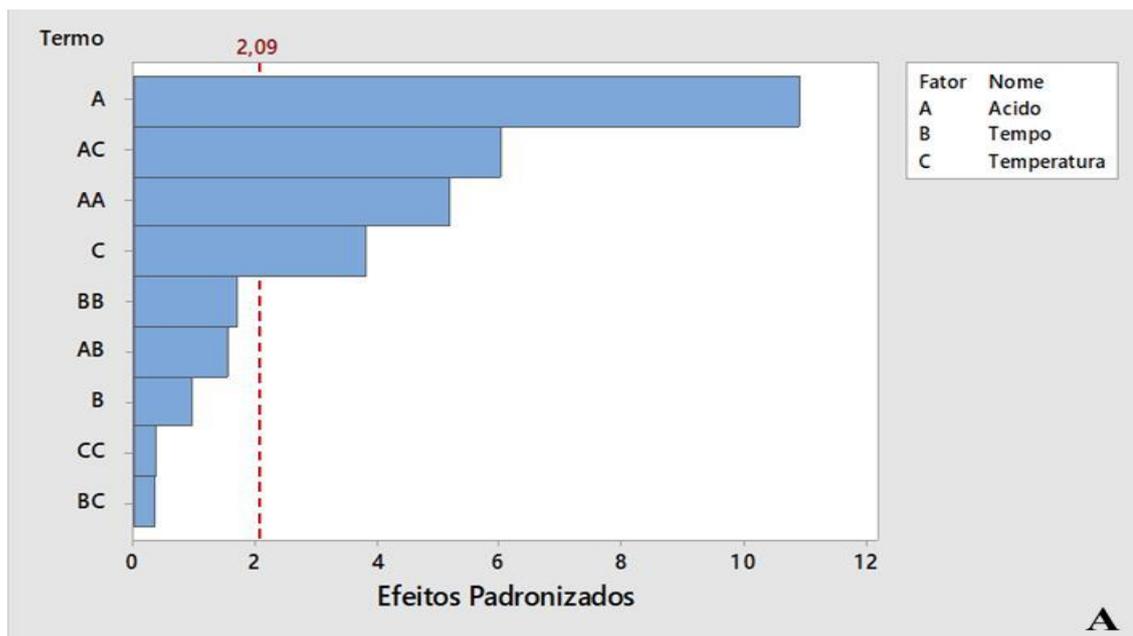


Figura 1. Diagrama de Pareto dos efeitos padronizados. A resposta é rendimento com efeitos de valores acima da linha tracejada (2,09) ($P = 0,05$) foram significativos. Linear (L) (ácido, tempo e temperatura), Quadrático (Q) (ácido*ácido, tempo*tempo e temperatura*temperatura), e interação com dois fatores (ácido*tempo, ácido*temperatura e tempo*temperatura). Fonte: Autores.

Na Figura 2 estão apresentados os gráficos dos experimentos das superfícies de respostas para tempo, concentração ácida e temperatura na extração e rendimento de pectina de *Citrullus lanatus* var. *Crimson Sweet Extra*.

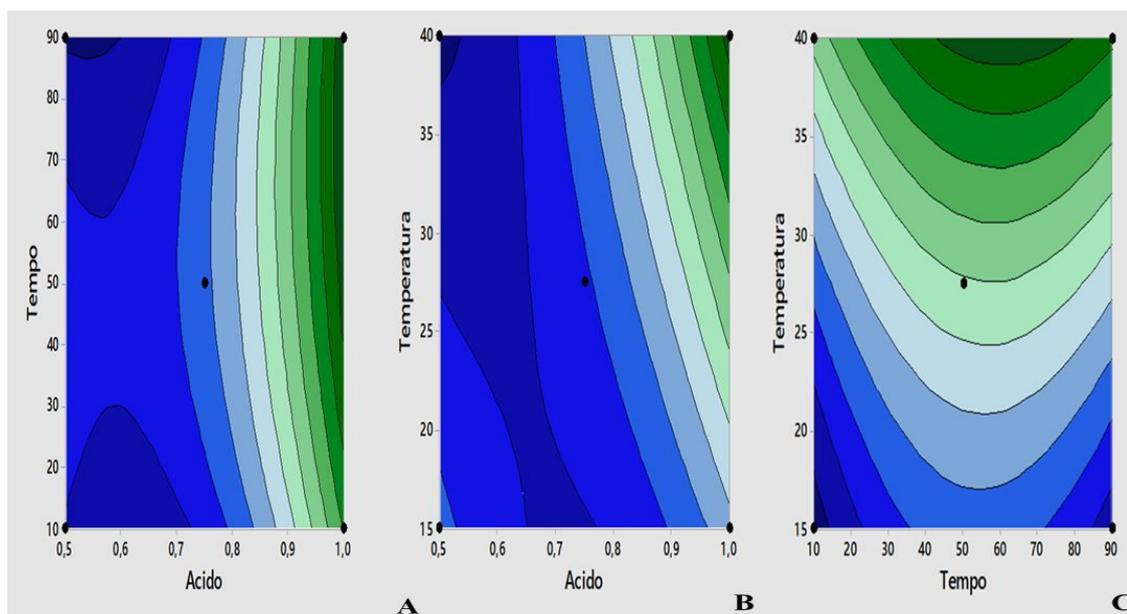


Figura 2. Gráficos de contornos dos rendimentos de extração de pectina de *Citrullus lanatus* var. *Crimson Sweet Extra*. Em (A) rendimento versus tempo; ácido. Em (B) rendimento versus temperatura; ácido e em (C) rendimento versus temperatura; tempo. Fonte: Autores.

Na Figura 3 estão apresentadas as superfícies dos rendimentos de interação com dois fatores, ácido*tempo, ácido*temperatura e tempo*temperatura da extração de pectina de *Citrullus lanatus* var. *Crimson Sweet Extra*.

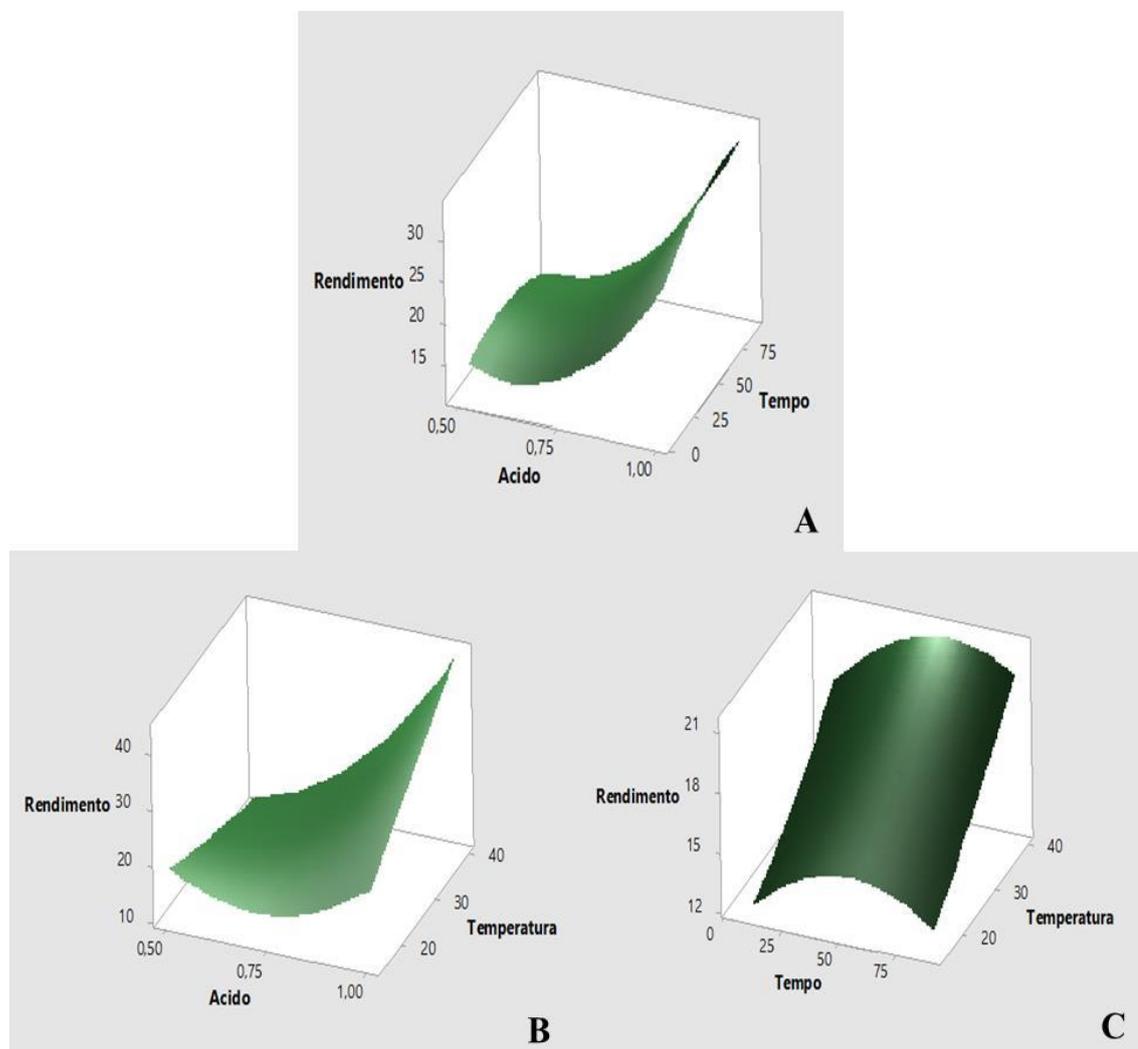


Figura 3. Superfícies de respostas dos rendimentos de pectina de *Citrullus lanatus* var. *Crimson Sweet Extra*. Em (A) ácido*tempo, em (B) ácido*temperatura e em (C) tempo*temperatura. Fonte: Autores.

4.4 Discussão

O modelo de regressão representou significativamente a relação entre as variáveis independentes e a resposta de rendimento, com $R^2 = 91,08\%$, R^2 ajustado = $87,06\%$ e R^2 predito = $78,42\%$. As variáveis, concentração ácida e temperatura apresentaram efeito positivo no rendimento da extração de pectina. Já a variável tempo não apresentou efeito positivo para a porcentagem do rendimento pectico de *C. lanatus* var. *Crimson Sweet Extra*. O tempo pode ser um fator negativo como descrito por

Kalapathy e Proctor (2001), que favorece a degradação do polímero de pectina quando associado com alta concentração ácida. Siqueira et al. (2012) analisaram o rendimento de pectina do pequi, e os efeitos lineares das variáveis temperatura e concentração do ácido cítrico e a interação entre o tempo de extração e a temperatura foram significativos.

Neste estudo, o rendimento aumentou com a elevação da concentração do ácido cítrico. O modelo que expressa o rendimento mássico de pectina (%) pode ser observado na equação (1).

$$\text{Rendimento\%} = 91,9 - 185,1 \text{ Ácido} - 0,006 \text{ Tempo} - 1,617 \text{ Temperatura} + 100,4 \text{ Ácido} * \text{Ácido} - 0,001290 \text{ Tempo} * \text{Tempo} + 0,00277 \text{ Temperatura} * \text{Temperatura} + 0,177 \text{ Ácido} * \text{Tempo} + 2,236 \text{ Ácido} * \text{Temperatura} + 0,00076 \text{ Tempo} * \text{Temperatura}$$

Eq. (1)

Na Figura 1 (A) observa-se no diagrama de Pareto o efeito padronizado linear (L) e quadrático (Q) das variáveis: concentração ácida, tempo e temperatura e suas interações sobre o rendimento de extração de pectina da farinha da entrecasca de *C. lanatus var. Crimson Sweet Extra*. Os efeitos com valores acima de 2,09 (P = 0,05) a direita da linha tracejada, foram estatisticamente significativos. Observa-se que as variáveis ácido e temperatura, e suas interações com dois fatores ácido*temperatura e ácido*ácido foram significativos para a resposta do rendimento de pectina de *C. lanatus var. Crimson Sweet Extra*. Enquanto a variável tempo, e interações tempo*tempo, ácido*tempo, temperatura*temperatura e tempo*temperatura não apresentaram influência significativa no rendimento.

Isso infere que, qualquer aumento nas variáveis positivas dentro das faixas avaliadas, acarreta aumento no rendimento de pectina. Percebe-se que a influência da concentração ácida foi superior à influência do efeito da temperatura de extração. De maneira análoga, em estudo proposto por Munhoz et al. (2010) os pesquisadores apresentam no diagrama de Pareto as variáveis concentração de ácido cítrico e tempo e as suas interações sobre o rendimento de pectina da farinha de polpa de goiaba cv. *Pedro Sato*. Os pesquisadores observaram que os efeitos maiores que 2,01 (P = 0,05) foram significativos, sendo que as variáveis, ácido e tempo com efeito positivo no rendimento da extração de pectina de goiaba. Entretanto, os pesquisadores discutem que a variável tempo (Q) tem influência negativa, e que o aumento desta variável influencia negativamente no rendimento. O mesmo foi observado para o efeito das variáveis,

concentração de ácido cítrico e tempo e suas interações no rendimento de extração de pectina a partir da farinha de polpa com casca de goiaba.

Na Figura 2 (A) está apresentado o gráfico de contorno de rendimento versus tempo e a concentração do ácido cítrico. No gráfico estão apresentados 5 pontos, sendo um central. Os dois pontos extremos à esquerda apresentam o menor rendimento de extração $\leq 12\%$ e os dois pontos extremos à direita apresentam o maior rendimento com $> 32\%$ de extração com valor fixo de temperatura de $27,5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Observa-se que, o aumento do tempo não foi significativo para extração, ao contrário da concentração ácida que conforme foi aumentando concentração, a proporção do rendimento aumentou.

Na Figura 2 (B) observa-se o gráfico de rendimento versus temperatura e concentração ácida. Na menor temperatura e menor concentração ácida os dois pontos extremos à esquerda apresentaram os menores rendimentos de extração com taxas de $< 12\%$, conforme aumenta a temperatura e a concentração ácida, aumenta o rendimento de extração, o ponto central apresentou rendimento médio de 18 a 21% com concentração ácida de $0,8\text{ Mol L}^{-1}$ e temperatura aproximadamente de $30\text{ }^{\circ}\text{C}$. Já os dois pontos na extrema direita apresentaram os melhores rendimentos com concentração ácida de $1,0\text{ Mol L}^{-1}$ e temperatura de $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ com taxa de extração superior a $> 42\%$, o tempo fixado foi de 50 minutos conforme o modelo estatístico de Box-Behnken.

Ainda na Figura 2 (C) o gráfico de contorno de rendimento apresenta a variável temperatura versus tempo. Pode-se inferir que o tempo não é uma variável significativa para o rendimento de extração de pectina, ao contrário da temperatura que conforme foi aumentando gradativamente sendo proporcional ao rendimento pectico, os dois pontos na extrema esquerda apresentam as temperaturas entre 15 a $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ a menor taxa de rendimento foi observada na temperatura $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ com resultado de rendimento de $< 12,8\%$ e o maior rendimento na temperatura de $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ com taxa superior a $> 20,8\%$ de rendimento pectico. As variáveis temperatura e concentração ácida estão interligadas por sinergismo, sendo estas duas variáveis as promotoras de rendimento pectico. A temperatura e a concentração ácida influenciam na maleabilidade da estrutura vegetal em que estão os açúcares possibilitando que sejam liberados na solução.

Na Figura 3 em (A, B e C) estão apresentadas as área de superfícies dos rendimentos com interações com dois fatores (ácido*tempo), em (B) (ácido*temperatura) e em (C) (tempo*temperatura). Em (A) a concentração crescente do ácido cítrico apresenta maior resultado de rendimento de pectina em *C. lanatus var.*

Crimson Sweet Extra. Em (B) as interações com as variáveis ácido*temperatura apresenta forte interação e o aumento destas duas variáveis responde positivamente no aumento do rendimento pécico. Já em (C) a variável tempo não apresentou significativa importância no rendimento, ao contrário da temperatura que demonstrou aumento substancial de rendimento.

O processo de otimização apresentou duas possíveis soluções. A 1ª solução indica que o ácido cítrico na concentração de 1 M L^{-1} , com tempo de 78,6 min. e temperatura de $40 \text{ }^{\circ}\text{C}$ apresentou percentagem de rendimento de 44,3%. A 2ª solução indica as mesmas concentração do ácido cítrico e temperatura, com o tempo um pouco mais longo de 89,8 min. Apresentou percentagem de rendimento de 44,2%. Com isso, a variação da porcentagem de rendimento entre as duas opções, determina que para indústrias de alimentos que requerem menor tempo de produção e gasto energético, a melhor opção é a 1ª que obtêm satisfatório rendimento em menor tempo para pectina de *C. lanatus var. Crimson Sweet Extra*. O processo de extração se torna otimizado apresentando bom rendimento através do modelo matemático avaliado, garantindo a indústria de alimentos, boa eficiência de produção com tempo inferior e baixo gasto energético para caldeiras que promovem as linhas de vapor para aquecer a matéria-prima, bem como a economia com gasto de ácido cítrico para a extração pécica.

Conforme Novaes et al. (2017) o planejamento Box-Behnken é altamente eficiente para selecionar pontos de um planejamento fatorial de três níveis permitindo estimativa eficiente e econômica dos coeficientes de primeira e segunda ordem. O modelo se adapta bem ao experimento de extração e rendimento de pectinas a partir do resíduo de melancia avaliado neste estudo.

Fernandes et al. (2014) encontraram rendimentos de pectinas entre 1,95 a 14,73% para a farinha de cenoura, sendo o tempo máximo de 180 min. Os autores ainda obtiveram rendimento de 21,10% para pectina de maracujá e de 19,68% para pectina de laranja nas mesmas condições para o experimento com farinha de cenoura. Siqueira et al. (2012) avaliaram a farinha do pequi e obtiveram rendimento pécico entre 14,89 a 55,86%. Munhoz et al. (2010) avaliaram a pectina das farinhas de polpa e da polpa com casca de goiaba, e obtiveram rendimentos de 7,83 a 13,66% para a farinha da polpa, e de 5,91 a 12,85% para a farinha da polpa com casca de goiaba. Já Santos et al. (2009) obtiveram 31% de rendimento de pectina a partir dos frutos de gabioba. Todos exceto o trabalho de Siqueira et al. (2012), apresentaram rendimentos inferiores aos obtidos neste estudo para a farinha da entrecasca de melancia.

A pectina de *C. lanatus* var. *Crimson Sweet Extra* obtida a partir do experimento de superfície de resposta por Box-Behnken apresentou (Z) de 412,92; (AUA%) de 42,6%; (MeO%) 0,3%; (FA%) de 42,9%; (FN%) 57,1%; grau de esterificação (GE%) de 3,76%. Comparou-se a pectina obtida de *C. lanatus* com a pectina comercial cítrica que apresentou pH entre 2,9 a 3,6; (Z) de 2672,83; (AUA%) de 6,6%; (MeO%) de 0,7%; (FA%) de 7,3%; (FN%) 92,7% e grau de esterificação (GE%) de 59,46%. O pH da pectina obtida de *C. lanatus* foi de 2,53, a proteína igual a 2,33% e o grau de pureza de 97,67%. Ainda segundo o estudo desenvolvido, os pesquisadores obtiveram o maior teor de pectina extraída de maçã assistida por ultrassom com o pH de 2,18 relativamente próximo ao obtido neste estudo, para pectina de melancia. Pectinas obtidas de *C. lanatus* com estas características podem ser utilizadas como fibra dietética solúvel na forma de sucos, pois não afetam a viscosidade do mesmo.

Shivamathi et al. (2019) obtiveram (AUA%) de 70,24% e (GE%) entre 70,0 a 92,3% a partir da pectina extraída da polpa de maçã. Talma et al. (2015) avaliaram as pectinas extraídas com ácido nítrico a partir das farinhas do flavedo, albedo e endocarpo do maracujá-amarelo, diferentes graus de esterificação para frutos verde claro e frutos maduros de 59,5 e 49,9%; 49,8 e 76,3%; e de 49,0 e 69,5%, respectivamente. Maran et al. (2014) encontraram (AUA%) de 64,32% e (GE%) de 50,14% para pectina obtida a partir do bagaço de maçã. Fernandes et al. (2014) avaliaram a pectina extraída da farinha de cenoura e obtiveram resultados superiores para (AUA%) de 45,63%, (MeO) igual a 3,49%, (FA%) de 81,47%, (FN%) de 18,52% e (GE%) de 24,44% quando comparados aos resultados obtidos neste experimento, para pectina de melancia. Munhoz et al. (2010) encontraram para as pectinas da farinha de polpa e de polpa com casca (AUA%) de 64,88% e 68,84%, (MeO%) de 4,45 e 4,95%, (FA%) de 69,33 e 73,81%, (FN%) de 30,67 e 26,19% e para (GE%) igual a 38,94 e 40,99%. Santos et al. (2009) encontraram para pectina de gabioba (FN%) entre 54 a 59,3%.

De acordo com Blanco et al. (2019) o grau de esterificação está intimamente ligado a formação do tipo de gel. Quanto maior o grau maior serão as interações hidrofóbicas pelo gel apresentando maior força de interação. Conforme Yapo et al. (2007) e Sharma et al. (1998) as pectinas de baixo grau de esterificação possibilitam a formação de géis estáveis na ausência de açúcares e na presença de íons metálicos. Já as pectinas de alto grau de esterificação, são menos propícias as alterações de pH, formando géis entre pH de 2,6 a 6,0 podendo ser utilizadas como espessante e estabilizante de emulsões para a indústria alimentícia.

Fernandes et al. (2014) obtiveram no maior rendimento de pectina pH de 1,5. De acordo com Shivamathi et al. (2019) os pesquisadores discutem sobre o pH sendo um fator de grande importância na extração de pectina.

4.5 Conclusão

O experimento de superfície de resposta para o rendimento de pectina de *Citrullus lanatus* var. *Crimson Sweet Extra*, apresentou duas soluções com variação do tempo de extração, sendo a primeira opção a mais indicada para indústrias de alimentos e para extração de bancada laboratorial ambas com taxas de porcentagens de rendimento satisfatórias. As variáveis lineares (L) com efeito positivo foram para concentração ácida e temperatura. As pectinas obtidas nas melhores condições de extração apresentaram porcentagem de grau de esterificação abaixo de 50%, sendo consideradas de baixo grau de esterificação. No entanto o teor de ácido galacturônico da pectina da melancia foi maior que a pectina comercial e em especial o alto grau de pureza obtido neste estudo. Pectinas obtidas de *C. lanatus* com as características apresentadas neste estudo podem ser utilizada como fibra dietética solúvel na forma de sucos.

4.6 Agradecimentos

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, Campus Rio Verde; aos Laboratórios de Química Tecnológica e de Nutrição Animal, este último coordenado pela professora Kátia Cylene Guimarães; aos órgãos de fomento em pesquisa, CAPES, CNPq, FINEP e FAPEG, esta última pela bolsa de mestrado em agroquímica para o primeiro autor Antonio.

4.7 Referências bibliográficas

- ABREU, J.R.; SANTOS, C.D.; ABREU, C.M.P.; CASTRO, E.M. Histochemistry and morphoanatomy study on guava fruit during ripening. **Food Science and Technology**, v. 32, n. 1, p. 179-186, 2012.
- BHERING, M.C.; DIAS, D.C.F.S.; BARROS, D.I.; DIAS, L.A.dos.S.; TOKUHISA, D. Avaliação do vigor de sementes de melancia (*Citrullus lanatus* Schrad.) pelo teste de envelhecimento acelerado. **Revista Brasileira de Sementes**, v. 25, n. 2, p. 1-6, 2003.

- BLANCO, J.C.; CAICEDO, M.L.; CARO, M.P.; CENTENO, J.M.; RODRÍGUEZ, M.H. Elaboración de una película plástica biodegradable a partir del almidón de yuca y pectina. **Revista CLIC**, v. 1, n. 1, p. 1-3, 2019.
- BORGES, A.de.M.; PEREIRA, J.; LUCENA, E.M.P.de. Caracterização da farinha de banana verde. **Revista Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, n. 2, p. 333-339, 2009.
- CANTERI, M.H.G.; GILVAN WOSIACKI, L.M.; SCHEER, A.de.O. Pectina: da matéria-prima ao produto final. **Polímeros**, v. 22, n. 2, p. 149-157, 2012.
- CASTRO, C.F.de.S.; MENEZES FILHO, A.C.P.de.; DE ANDRADE, M.S.B.de.; DE SOUZA, J.C.P. Pectin optimization extraction from watermelon waste. In: 5th Latin American Congress on Biorefineries. Janeiro, 7-9, Concepción, Chile, pp. 85-86, 2019.
- DA SILVA, G.D.; LOCATELLI, G.O.; FINKLER, L.; FINKLER, C.L.L. Produção e caracterização de filmes comestíveis à base de alginato e pectina. In: XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química, Florianópolis, 19-22 de outubro de 2014.
- DE OLIVEIRA, J.B.; GRANGEIRO, L.C.; SOBRINHO, J.S.; DE MOURA, M.S.B.; CARVALHO, C.A.C. Rendimento e qualidade de frutos de melancia em diferentes épocas de plantio. **Revista Caatinga**, v. 28, n. 2, p. 19-25, 2015.
- DE OLIVEIRA, M.M.T.; ALVES, R.E.; DA SILVA, L.R.; DE ARAGÃO, F.A.S. Qualidade de frutos de híbridos de melancia com sementes. **Revista de la Facultad de Agronomía, La Plata**, v. 118, n. 1, p. 71-77, 2019.
- FERNANDES, R.V.de.B.; MENDES, F.Q.; BOTREL, D.A.; DA CUNHA, M.C. Otimização do processo de extração e caracterização química de pectina de cenoura. **Magistra**, v. 26, n. 2, p. 115-123, 2014.
- KALAPATHY, U.; PROCTOR, A. Effect of acid extraction and alcohol precipitation conditions on the yield and purity of soy hull pectin. **Food Chemistry**, v. 73, n. 4, p. 393-396, 2001.
- LIMA, C.M.G.; SANTOS, J.J.; MIRANDA, R.F.; VIANA, R.B.B.; SANTOS, M.S.; BARBOSA, E.A. Aceitabilidade de geleia de pimenta dedo-de-moça com pectina da casca do pequi. **The Journal of Engineering and Exact Sciences**, v. 03, n. 06, p. 0786-0791, 2017.
- MARAN, J.P.; PRIYA, B.; MANIKANDAN, S.; Modeling and optimization of supercritical fluid extraction of anthocyanins and phenolic compounds from *Syzygium cumini* fruit pulp. **Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 9, p. 1938-1946, 2014.

- MENEZES FILHO, A.C.P.de.; CASTRO, C.F.de.S. Aproveitamento dos resíduos de melancia na produção de condimento para uso em alimentos. **Informe Goiano – Circular de Pesquisa Aplicada**, v. 4, n. 03, p. 1-4, 2018.
- MUNHOZ, C.L.; SANJINEZ-ARGANDOÑA, E.J.; SOARES-JÚNIOR, M.S. Extração de pectina de goiaba desidratada. **Revista Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 30, n. 1, p. 119-125, 2010.
- NOVAES, C.G.; YAMAKI, R.T.; DE PAULA, V.F.; DO NASCIMENTO JÚNIOR, B.B.; BARRETO, J.A.; VALASQUES, G.S.; BEZERRA, M.A. Otimização de métodos analíticos usando metodologia de superfícies de resposta – Parte I: Variáveis de processo. **Revista Virtual de Química**, v. 9, n. 3, 2017.
- PEREIRA, A.S.; MIGUEL, D.P.; CARVALHO, E.E.N. Caracterização de farinha da entrecasca de melancia (*Citrullus lanatus*) produzida na região Sul do Tocantins. **Cadernos de Pós-Graduação da FAZU**, v. 1, 2010.
- PETKOWICZ, C.L.O.; VRIESMANN, L.C.; WILLIAMS, P.A. Pectins from food waste: Extraction, characterization and properties of watermelon rind pectin. **Food Hydrocolloids**, v. 65, p. 57-67, 2017.
- SANTANA, A.F.L.; OLIVEIRA, L.F. Aproveitamento da casca de melancia (*Curcubita Citrullus*, Shrad.) na produção artesanal de doces alternativos. **Revista Alimentos e Nutrição**, v. 16, n. 4, p. 363-368, 2005.
- SANTOS, M.da.S.; CARNEIRO, P.I.B.; WOSIACKI, G.; PETKOWICZ, C.L.de.O.; CARNEIRO, E.B.B. Caracterização físico-química, extração e análise de pectinas de frutos de *Campomanesia xanthocarpa* B. (gabirola). **Semina: Ciências Agrárias**, v. 30, n. 1, p. 101-106, 2009.
- SHARMA, S.K.; LIPTAY, A.; LE MARGUER, M. Molecular characterization, physico-chemical and functional properties tomato fruit pectin. **Food Research International**, v. 30, n. 7, p. 543-547, 1998.
- SHIVAMATHI, C.S.; GANESH MOORTHY, I.; VINOTH KUMAR, R.; RAHUL SOOSAI, M.; PRAKASH MARAN, J.; SHYAM KUMAR, R.; VARALAKSHMI, P. Optimization of ultrasound assisted extraction of pectin from custard apple peel: Potential and new source. **Carbohydrate Polymers**, v. 225, p. 115240, 2019.
- SIQUEIRA, B.S.; ALVES, L.D.; VASCONCELOS, P.N.; DAMIANI, C.; SOARES JÚNIOR, M.S. Pectina extraída de casca de pequi e aplicação em geleia *light* de manga. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 34, n. 2, p. 560-567, 2012.

SPILLER, S.H.; MARQUES, T.R.; SIMÃO, A.A.; BRAGA, M.A.; BOTELHO, L.N.S.; MACHADO, G.H.A.; FRÁGUAS, R.M.; DOS SANTOS, C.D. Modifications in the methods to extract pectin from cv. “Pedro Sato” guavas during ripening. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 21, e2017032, p. 1-7, 2018.

TALMA, S.V.; REGIS, S.A.; FERREIRA, P.R.; SILVA, C.M.; DE RESENDE, E.D. Grau de esterificação da pectina da casca do maracujá-amarelo em diferentes estádios de maturação. *In: Semana Nacional de Ciência e Tecnologia; Mostra de Pós-Graduação da UENF*, 15, Campos de Goytacazes. Universidade Estadual Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2015.

VIDIGAL, S.M.; PACHECO, D.D.; COSTA, É.L.da.; FACION, C.E. Crescimento e acúmulo de macro e micronutrientes pela melancia em solo arenoso. **Revista Ceres**, v. 56, n. 1, p. 112-118, 2009.

VILLA, W. Cultura da melancia. Boletim Técnico da Coordenadoria de Assistência Técnica Integral, n. 243, 2001. pp. 52.

VORAGEN, A.G.J.; COENEN, G-J.; VERHOEF, R.P.; SCHOLS, H.A. Pectin, a versatile polysaccharide present in plant cell walls. **Structural Chemistry**, v. 20, p. 263-275, 2009.

WANG, Q.; PAGAN, J.; SHI, J. Pectins from fruits. *In: SHI, J.; MAZZA, G.; MAGUER, M.L. (Ed.). Functional foods, biochemical and processing aspects*. CRC Press: New York, 2002, pp. 263-309.

YAPO, B.M.; ROBERT, C.; ETIENNE, I.; WATHELET, B.; PAQUOT, M.; Effect of extration conditions on the yield, purity and surface properties of sugar beet pulp pectin extracts. **Food Chemistry**, v. 100, n. 4, p. 1356-1354, 2007.

5. CAPÍTULO III

(Normas de acordo com a Revista Agrarian)

Avaliação dos Parâmetros Físico-Químicos e Tecnológicos da Farinha Produzida a Partir dos Resíduos da Agroindústria de Laranja e Melancia

RESUMO

As indústrias processadoras de frutas que movem o setor agroindustrial geram diariamente volumosos conteúdos de resíduos após processo de beneficiamento dos frutos. Tanto os frutos da laranja e da melancia são descartados em aterros sem nenhum processo de beneficiamento destes resíduos, que podem gerar lucros anuais sobre estes coprodutos. Este trabalho teve como objetivo o aproveitamento dos resíduos (cascas e albedos) de laranjas e melancias para a produção de farinhas, sob este contexto avaliar alguns parâmetros físico-químicos e tecnológicos destas farinhas. Os resíduos foram coletados em indústrias processadoras de sucos no município de Rio Verde – GO, as farinhas foram preparadas por convecção térmica e analisadas para os seguintes parâmetros: pH, molhabilidade (min.), atividade de água (aw), higroscopicidade (g H₂O g MS), colorimetria L*, a*, b*, chroma C*, hue-angle h° , índice de absorção de água e óleo (IAA/IAO), solubilidade em água (SA), volume de inchamento (VI) (m³ kg⁻¹), formação de espuma e gel, e por espectroscopia no infravermelho. Os resultados obtidos foram: pH, 4,07; 5,03/3,31; 4,40, molhabilidade 75,31; 84,89/8,18; 10,31 (min.), aw 0,505; 0,489/0,490; 0,453, Higroscopicidade 0,16; 0,13/0,17; 0,20 g H₂O g⁻¹ MS, Cor L* 68,93; 72,86/84,92; 79,07, a* 4,52; -3,63/1,49; 3,50, b* 32,91; 24,62/18,75; 18,00, C* 18,81; 24,89/33,22; 18,34, h° 85,46; 98,40/82,18; 79,00, IAA 8,68; 11,29/17,41; 14,75%, IAO 184,16; 321,19/244,99; 212,81%, AS 13,14; 8,15/4,89; 23,00%, VI 5,6; 6,9/14,33 13,13 m³ kg⁻¹ respectivamente, para as farinhas das cascas e albedos de laranja e melancia. Não houve formação de espuma nos tempos (30 e 60 min.), formação de gel em todas as amostras na concentração mínima de 10% e FT-IR apresentou espectros homogêneos com harmônicas entre as farinhas. As farinhas apresentaram boas características tanto físico-químicas quanto tecnológicas podendo ser empregadas em processos alimentícios.

Palavras-chave: FT-IR, atividade de água, higroscopicidade, colorimetria

ABSTRACT

The fruit processing industries that move the agroindustrial sector, daily generate massive contents of residues after fruit processing. Both the orange and watermelon fruits are discarded in landfills without any waste processing which can generate annual profits on these by-products. The objective of this work was the residues use (shells and albedos) of orange and watermelon for the flours production, as well as to evaluate some physicochemical and technological parameters of these flours. The residues were collected in juice processing industries in the municipality of Rio Verde – GO, the flours were prepared by thermal convection and analyzed for the following parameters: pH, wettability (min.), water activity (aw), hygroscopicity (g H₂O g⁻¹ MS), L*, a*, b* colorimetry, Chroma C*, hue-angle h°, water and oil absorption index (IAA/CAO), water solubility of swelling (VI) (m³ kg⁻¹), foaming and gel, and by infrared spectroscopy. The results were: pH, 4.07; 5.03/3.31; 4.40, wettability 75.31; 84.89/8.18; 10.31 (min), aw 0.505; 0.489/0.490; 0.453, Hygroscopicity 0.16; 0.13/0.17; 0.20 g H₂O g MS, Color L* 68.93; 72.86/84.92; 79.07, a* 4.52; -3.63/1.49; 3.50, b* 32.91; 24.62/18.75; 18.00, C* 18.81; 24.89/33.22; 18.34, h°, 85.46; 98.40/82.18; 79.00, IAA 8.68; 11.29/17.41; 14.75%, CAO 184.16; 321.19/244.99; 212.81%, WS 13.14; 8.15/4.89; 23.00%, VI 5.6; 6,9/14,33 13,13 m³ kg⁻¹ respectively, for orange and watermelon hulls and albedos meals. There was no foaming formation on times (30 and 60 min), gel formation in all samples at the minimum concentration of 10% and FT-IR showed homogeneous spectra with harmonics between the flours. Flours have good physicochemical and technological characteristics that can be used in food processes.

Keywords: FT-IR, water activity, hygroscopicity, colorimetry

5.1 Introdução

O uso de subprodutos obtidos a partir do processamento industrial gera grandes volumes de material orgânico que diariamente são descartados em aterros sanitários e lixões, sem qualquer tipo de uso como o reaproveitamento ou mesmo beneficiamento na geração de coprodutos como as farinhas. Ainda neste contexto, alguns autores ressaltam a utilização destes resíduos como forma econômica gerando lucros e a implementação de planos agroecológicos de manejo sustentável (Clemente et al., 2012; Alexandrino et al., 2007, Santana, 2005).

A utilização dos subprodutos é facilmente viável pela grande produção industrial com nível constante de produção para o abastecimento do mercado nacional e internacional do beneficiamento das frutas, para produção de sucos concentrados, na extração de ácido cítrico e como sobremesas. O Brasil é o quarto maior produtor de melancia do mundo, com rendimento médio de 22 t ha⁻¹ ao ano avaliado para todos os estados brasileiros, entretanto, a região Nordeste apresenta os menores índices de rendimento médio de produção (Nascimento et al., 2017; Nascimento et al., 2015; IBGE, 2015; Monção et al., 2012).

Na produção de laranjas, o Brasil está entre os três maiores produtores mundiais, e em 2016 a produção nacional foi de 17.251.291 t, com média de 26,180 t ha⁻¹ (Coelho et al., 2019; IBGE, 2018). O estado de São Paulo é o primeiro maior produtor de laranja com média de 12.847.146 t, e o estado da Bahia o segundo maior produtor apresentando média anual de 1.129.785 t (Coelho et al., 2019; IBGE, 2018). Dados para a região noroeste do Estado do Paraná para o ano de 2010 obtiveram média de produção de 489 mil toneladas de laranjas, correspondendo a 25 toneladas por hectare de frutos colhidos, e a cerca de 96% da produção nacional de laranjas são direcionadas para o beneficiamento de suco. Esta grande produção, gera também grandes quantidades de resíduos que equivalem a 50% do peso bruto da fruta (Seab, 2013; Corazza et al., 2001).

Os resíduos gerados são pouco aproveitados, devendo ganhar a atenção quanto aos valores nutricionais presentes nos rejeitos das frutas. Estudos já comprovaram significativos conteúdos de fibras, complexos vitamínicos como A e C, proteínas, alto conteúdo de minerais, sódio, potássio e cálcio, bem como substâncias com características antioxidantes importantes que auxiliam na manutenção da saúde e combate os radicais livres como o oxigênio singlet (Menezes e Souza, 2018; Pereira et al., 2010; Clemente et al., 2007; Matsuura, 2005).

A laranja e melancia são frutos tipicamente apreciados pelo consumidor, ora na forma de sucos, frutas cristalizadas e geleias, estes frutos apresentam conteúdos fibrosos consideráveis conforme descrito por Clemente et al. (2012), os autores ainda complementam e apresentam índices a cerca de 80 milhões de toneladas ao ano na produção de laranjas. Além do uso das partes comestíveis destes frutos, a cultura brasileira ainda não aproveita os resíduos gerados nos próprios domicílios, podem ser desenvolvidos deliciosos doces com as cascas e o albedo dos frutos.

Os resíduos agroindustriais do processamento de laranja e melancia são as cascas (flavedo), bagaços (albedo), vesículas, sementes e aparas. Estas sobras podem ainda complementar a sua reutilização devido a ricas quantidades de componentes pécnicos, celulose e alguns tipos de carboidratos hemicelulósicos (Clemente et al., 2012).

Como exemplo no desenvolvimento tecnológico da cadeia de produção alimentícia, tem-se a produção de farinhas para incorporação parcial ou total em alimentos como, pães, bolos, cookies, biscoitos, bolachas, mingaus e sopas (Farias Silva et al., 2016; Bender et al., 2016; Piovesana et al., 2013), iogurtes suplementados com farinhas (Curti et al., 2017), na texturização e como aditivo de fermentação de bebidas (GRAF et al., 2015), e *in natura* como condimentos alimentícios (Menezes e Souza, 2018).

O trabalho teve como objetivo o aproveitamento dos resíduos agroindustriais de laranja (*Citrus sinensis* L. Osbek, var. Pera-rio) e melancia (*Citrullus lanatus* Thumb. Mansf., var. *Crimson Sweet Extra*) após processo de extração do suco e da parte comestível das frutas, produzindo e avaliando os parâmetros físico-químicos e funcionais tecnológicos das farinhas produzidas por convecção térmica.

5.2 Material e Métodos

Os resíduos brutos agroindustriais foram sanitizados em solução clorada (1%) por 15 minutos e lavados em água corrente. Logo em seguida, foram separados flavedo (casca) e albedo (parte branca) dos bagaços de laranja e melancia, descartando as sementes. Cada resíduo foi processado em liquidificador doméstico com 100 mL de água destilada. A massa foi filtrada em pano de nylon e distribuída em uma camada fina em formas de polietileno de alta densidade-PEAD, e foram levadas para secagem em estufa a 50 °C por 36 horas.

As farinhas foram produzidas utilizando moinho de facas tipo ciclone com peneira granulométrica interna com faixa 32 mesh. O “pó fino” produzido foi identificado por farinha flavedo laranja/melancia (FFL/FFM) e farinha albedo laranja/melancia (FAL/FAM), e foram armazenadas em embalagens plásticas de polietileno para alimentos a $-8 \pm 1,0$ °C até serem analisadas.

O pH foi avaliado conforme método descrito por IAL (1985) modificado, e foi pesado 10 g de farinha em béquer de 150 mL, logo após foi acrescentado 100 mL de água destilada e deionizada. Esperou-se 15 minutos e leu-se utilizando pHmetro digital de bancada.

A molhabilidade foi determinada conforme descrito por Duarte et al. (2017), e foi pesado 1 g de farinha e submetida a uma queda em frasco béquer 250 mL contendo 100 mL de água destilada e deionizada a $25 \pm 1,0$ °C, sem agitação e em bancada plana. Foi utilizado um cronômetro para determinar o tempo (em minutos (min.)) necessários para completa imersão (100%).

Para atividade da água (aw) das farinhas armazenadas a temperatura ambiente, foi avaliada conforme descrito por Silva et al (2013), e Ferreira Neto et al. (2005) modificado, utilizando analisador de água HygroPalm, Modelo aw 1, acoplado a uma BOD com termostato controlado na temperatura de $25 \pm 1,0$ °C.

A higroscopicidade foi determinada conforme descrito por Silva et al. (2013), Tonon et al. (2009) modificado. Cerca de 1 g de farinha foi pesada em células de boro silicato, previamente seco a $105 \pm 2,0$ °C por 3 horas em estufa com circulação e renovação de ar forçada. Logo após foram resfriados em dessecadora com sílica gel até temperatura ambiente de $25 \pm 1,0$ °C. As células foram levadas para um dessecador contendo atmosfera com 75% de umidade relativa, mantida por uma solução de cloreto de sódio PA., 40%. As células permaneceram por 7 dias e a massa final foi pesada e a porcentagem de higroscopicidade determinada conforme Equação 1. Os resultados foram expressos em $\text{g H}_2\text{O g}^{-1}$ MS.

$$\text{Higroscopicidade (\%)} = (f + H)/(i - H) \times 100 \quad (1)$$

Em que: f, água adicionada; i massa inicial da amostra em (g); H, massa de água contida na amostra inicial em (g).

A cor foi avaliada utilizando colorímetro portátil. Os resultados foram expressos em L^* , a^* , b^* , em que L^* (luminosidade ou brilho) variando de (0) preto ou (100)

branco, croma a^* (-60) verde e (+60) vermelho e para croma b^* (-60) azul ao (+60) amarelo, conforme descrito por Dias e Leonel (2006). O Chroma (C^*) foi determinado pela relação entre a^* e b^* conforme equação: $C^* = [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2}$, e o Hue-Angle (h°) $h^\circ = \arctg b^*/a^*$, sendo o ângulo formado entre a^* e b^* , pela equação, $h^\circ = \tan^{-1}(b^*/a^*)$ indicando a saturação, descrito por Quelal-Vásquez et al. (2018) modificado.

O índice de absorção de água (IAA) foi determinado conforme descrito por Santana et al. (2017). Cerca de 0,5 g de farinha foi adicionada em 25 mL de água destilada, agitando-se manualmente por 1 minuto. Logo após, foi centrifugada a 3000 rpm por 25 minutos. O líquido sobrenadante, foi utilizado para determinação da solubilidade em água (SA), foi escorrido e o material (farinha úmida) foi pesado. O líquido sobrenadante foi transferido para placa de Petri seca e levada para evaporar em estufa a 105 °C com circulação e renovação de ar forçada.

A capacidade de absorção de em óleo (CAO) seguiu conforme metodologia descrita anteriormente, utilizando óleo de soja no lugar da água. O índice de absorção de água (IAA), Capacidade de absorção de óleo (CAO) e Solubilidade em água (SA) foram expressos conforme equações 2, 3 e 4.

$$\text{IAA} = \frac{\text{água absorvida pela amostra (g)}}{\text{peso da amostra (g)}} \quad (2)$$

$$\text{CAO} = \frac{\text{óleo absorvido pela amostra (g)}}{\text{amostra (g)}} \quad (3)$$

$$\text{SA} = \frac{\text{resíduo de evaporação (g)}}{\text{peso da amostra (g)}} \times 100 \quad (4)$$

O volume de inchamento foi determinado conforme descrita por Coffmann e Garcia (1977). Cerca de 1,0 g de farinha acrescida com 50 mL de água destilada foi agitada por 5 minutos em agitador magnético, logo em seguida, o volume foi transferido para uma proveta de 100 mL e calculado seu aumento percentual com base nos volumes inicial de acordo com a equação 5. A estabilidade da espuma foi avaliada ao deixar a proveta em repouso em temperatura ambiente 25 °C, as aferições foram realizadas nos intervalos de 30 e 60 minutos. O volume de inchamento (VI) foi expresso conforme equação 5.

$$m^3 \text{ kg}^{-1} \text{ VI} = (v_f - v_i) \times 100 \quad (5)$$

Em que: volume final (v_f) e volume inicial (v_i).

A capacidade de formação de gel da farinha foi determinada conforme descrito Santana et al. (2017). Para análise por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier, foi utilizado equipamento com módulo ATR acoplado ao espectrômetro por infravermelho, e a amostra da farinha foi comprimida sobre um cristal. Foram realizadas 5 varreduras em cada amostra, gerando os interferogramas.

Todas as análises foram realizadas em triplicata, exceto para colorimetria que foi realizada em quintuplicata. Os resultados foram submetidos à análise de variância e as médias seguidas de \pm desvio padrão, foram avaliadas pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Para análise estatística foi utilizado software Past3 (PAleontological Statistics, License: Freeware, 3.14).

5.3 Resultados e Discussão

Na Tabela 1, estão representados os resultados físico-químicos de pH, tempo de molhabilidade, atividade de água e higroscopicidade das farinhas dos flavedos de laranja e melancia, e albedos de laranja e melancia.

Tabela 1. pH, molhabilidade (min.), atividade de água (aw) e higroscopicidade % ($\text{g H}_2\text{O g}^{-1} \text{MS}$), nas farinhas do flavedo de laranja/melancia e albedo de laranja/melancia.

Amostras	pH	Molhabilidade (min.)	Atividade de água (aw)	Higroscopicidade ($\text{g H}_2\text{O g}^{-1} \text{MS}$)
FFL	$4,07 \pm 0,01^c$	$75,31 \pm 2,00^b$	$0,505 \pm 0,00^a$	$0,16 \pm 0,10^c$
FFM	$5,03 \pm 0,10^a$	$84,89 \pm 1,40^a$	$0,489 \pm 0,00^c$	$0,13 \pm 0,41^d$
FAL	$3,31 \pm 0,10^d$	$8,18 \pm 0,14^d$	$0,490 \pm 0,00^b$	$0,17 \pm 0,10^b$
FAM	$4,40 \pm 0,00^b$	$10,31 \pm 0,00^c$	$0,453 \pm 0,00^d$	$0,20 \pm 0,12^a$

pH = realizado por potenciometria, Molhabilidade em minutos (min.) para molhar 100% da amostra, Atividade de água (aw) e Higroscopicidade taxa de absorção de água em atmosfera controlada. MS = massa seca. Médias seguidas de \pm desvio padrão não diferem significativamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

O pH mede a acidez, neutralidade ou alcalinidade em uma solução. As farinhas do flavedo apresentam pH entre 4,07 e 5,03 para laranja e melancia respectivamente. E entre as farinhas do albedo apresentando pH iguais a 3,31 e 4,40 para laranja e melancia respectivamente. Castro et. al. (2017) encontraram pHs entre 6,0 a 6,36 na farinha em três temperaturas e *in natura* de taro. Munhoz et al. (2010) avaliaram as farinhas da

polpa e polpa com casca de goiabas desidratadas e obtiveram pH de 4,28 e 4,29 respectivamente. Gomes et al. (2006) encontraram para farinha de feijão cru pH de 6,37.

De acordo com Dzudie e Hardy (1996) o pH em suspensões de farinhas são importantes, já que algumas propriedades funcionais e tecnológicas são afetadas por alterações de pH.

A molhabilidade neste estudo foi avaliada e, 100% dos grânulos por minuto estariam completamente úmidos. A farinha do albedo de laranja apresentou menor tempo de 8,18 minutos e o maior tempo para a farinha do flavedo de melancia com 84,89 minutos. Duarte et al. (2017) avaliaram os pós dos frutos de marolo e cagaita e obtiveram tempos de molhabilidade de 13,56 (0,23 min.) e 52,93 (0,88 min.). Lannes e Medeiros (2003) avaliaram como bom tempo aproximadamente 5 minutos para que 90% das partículas de cupuaçu em pó após *spray-dryer* se molharem em água. Todas as farinhas deste estudo apresentam tempo em min. superiores ao preconizado por Lannes e Medeiros (2003), embora este tempo máximo seja uma escolha arbitrária.

A molhabilidade é um parâmetro de tempo variável, aplicado a pós-alimentícios aos quais se deseja determinar o completo desaparecimento na superfície de um líquido, geralmente a água. Este parâmetro envolve propriedades físicas como tamanho da partícula e química envolvendo os teores de ácidos graxos conforme descrito por Duarte et al. (2017). Possivelmente a farinha da casca de melancia apresentou teores de ácidos graxos relativamente altos, dificultando que as partículas se molhem com facilidade pela ação hidrofílica entre a água e as complexas cadeias carbônicas dos lipídeos.

A atividade de água (a_w) nos fornece dados importantes sobre a umidade, observando que quanto mais baixo a atividade, mais lentas serão as reações bioquímicas e com isso menor mobilidade de atividade enzimática. A a_w pode sofrer alterações conforme a umidade aumenta e quando ao tempo de secagem estabelecido, a A_w aumenta com a diminuição da temperatura e quando a temperatura é fixada, a a_w diminui com o aumento de tempo para secagem (Silveira et al., 2016).

Neste estudo, a farinha do flavedo de melancia apresentou menor atividade de água com 0,489 a_w e a maior atividade em farinha albedo laranja igual a 0,490 a_w . Em estudo realizado por Capella (2008) que avaliou e comparou as farinhas de pinhão-do-paraná em diferentes tratamentos, cru *in natura*, cru congelado, cozido *in natura* e cozido congelado obteve valores entre 0,351 a 0,819 a_w respectivamente.

Duarte et al. (2017) avaliaram a a_w nos frutos despulpados do marolo e cagaita *in natura* e liofilizados e obtiveram médias de 0,250 e 0,300 a_w respectivamente.

Silveira et al. (2016) avaliaram o aproveitamento das sementes de goiaba para produção de farinha e encontraram resultado de 0,110 aw. Lima et al. (2015), obtiveram para a entrecasca *in natura* e farinha de melancia aw iguais a 0,99 e 0,221 aw. Quando comparado ao deste estudo, a farinha do albedo de melancia apresentou atividade de água maior que o encontrado por Lima et al. (2015).

A higroscopicidade em alimentos desidratados principalmente farinhas, é um fator importante para a preservação e aumento de tempo de prateleira. Vieira Figueirêdo e Queiroz (2007) discutiram sobre a influência do conteúdo de água sobre as variáveis, paladar, digestão estrutura física (formação de grumos) e manuseio (aumento de peso).

O conteúdo de água pode ser influenciado pelo tamanho da partícula, e quanto maior a área superficial, maior será o contato com a água. Neste estudo a higroscopicidade variou entre 0,13 a 0,20 g H₂O g⁻¹ MS, para as farinhas da casca melancia e albedo de melancia. Silva et al. (2013) encontraram para as farinhas de tapioca Santarém 0,58 e Santa Izabel 0,17 g H₂O g⁻¹ MS.

Conforme Silva et al. (2013) valores altos de higroscopicidade, podem ser atribuídos a sua maior área superficial, indicando tratar de farinhas que requerem maiores cuidados no acondicionamento e armazenamento, estando mais susceptível ao ataque enzimático e por microrganismos, diminuindo a vida útil de prateleira do produto.

Na Tabela 2 estão apresentados os parâmetros de cor L*, a*, b*, C* e h° das farinhas dos resíduos de laranja e melancia.

Tabela 2. Parâmetros colorimétricos, L* luminosidade (0) preto ao (100) branco, croma a* (-60) verde ao (+60) vermelho, croma b* (-60) azul ou (+60) amarelo, Chroma C* e Hue-Angle h° das farinhas do flavedo de laranja/melancia e albedo de laranja/melancia.

	Cor			C*	h°
	L*	a*	b*		
FFL	68,93 ± 0,00 ^d	4,52 ± 0,01 ^a	32,91 ± 0,01 ^a	18,81 ± 0,01 ^c	85,46 ± 0,03 ^b
FFM	72,86 ± 0,00 ^c	-3,63 ± 0,01 ^d	24,62 ± 0,01 ^b	24,89 ± 0,01 ^b	98,40 ± 0,04 ^a
FAL	84,92 ± 0,01 ^a	1,49 ± 0,01 ^c	18,75 ± 0,01 ^c	33,22 ± 0,01 ^a	82,18 ± 0,01 ^c
FAM	79,07 ± 0,00 ^b	3,50 ± 0,00 ^b	18,00 ± 0,01 ^c	18,34 ± 0,01 ^c	79,00 ± 0,02 ^d

FFL = farinha flavedo laranja, FFM = farinha flavedo melancia, FAL = farinha albedo melancia e FAM = farinha albedo melancia. Médias seguidas de ± desvio padrão com mesma letra na coluna não diferem significativamente pelo teste de Tukey (p ≤ 0,05).

As farinhas apresentaram diferença significativa (p ≤ 0,05) entre elas, para L* variando entre 68,93 a 84,92, o mesmo foi observado para croma a* entre -3,63 a 4,52 e para croma b* 24,62 e 32,91, exceto para as farinhas dos albedos de laranja e melancia

que não apresentaram diferença estatística, entre b^* 18,75 e 18,00. A farinha do mesocarpo do pequi avaliado por Costa et al. (2017) apresentou L^* de 73,70, croma a^* de 14,53 e croma b^* 61,90. As farinhas deste estudo possuem boa luminosidade, a farinha do flavedo de melancia possui a^* tendendo para o verde e as demais amostras ao vermelho, a farinha do flavedo de laranja apresentou maior índice b^* para cor amarela.

De acordo com Pathare et al. (2013) o componente chroma (C^*) demonstra a intensidade da cor, e quanto maior o resultado, maior será a intensidade da cor. O Hue Angle (h°) é representado por ângulos entre 0° a 360° . Duarte et al. (2017) em seu estudo afirma que entre 0° a 90° a cor predominante é em tons de vermelho, laranja e amarelo, entre 90° a 180° tons de amarelo, amarelo esverdeado a verde, entre 180° a 270° tons de verde, azul esverdeado ao azul e entre 270° a 360° predominam tons do azul, púrpura, cores magentas e vermelhos.

Neste estudo pode-se observar a variação de C^* entre 18,34 a 33,22, estatisticamente as farinhas do flavedo de laranja e albedo de melancia apresentaram diferença significativa ($p \leq 0,05$) e para h° de 79,00 a 98,40 houve significância a ($p < 0,05$) entre as farinhas dos flavedos e albedos de laranja e melancia.

Estudo realizado por Duarte et al. (2017) avaliando os frutos despolidos do marolo e cagaita *in natura* e liofilizados obtiveram h° de 86,63 e 84,84 e 89,50 e 88,72 respectivamente. Costa et al. (2017) encontraram para a farinha do mesocarpo do pequi C^* de 61,95 e h° de 47,80.

Na Tabela 3 estão apresentadas as análises funcionais tecnológicas das farinhas dos resíduos de laranja e melancia.

Tabela 3. Análise dos índices de absorção de água, capacidade de absorção em óleo, solubilidade em água, volume de inchamento, formação de espuma e formação de gel farináceo nas farinhas do flavedo de laranja/melancia e albedo de laranja/melancia.

Análises	FFL	FFM	FAL	FAM			
IAA (%)	8,68 ± 0,51 ^d	11,29 ± 0,52 ^c	17,41 ± 0,45 ^a	14,75 ± 0,73 ^b			
CAO (%)	184,16 ± 10,82 ^d	321,19 ± 16,02 ^a	244,99 ± 7,99 ^b	212,81 ± 3,62 ^b			
AS (%)	13,14 ± 0,57 ^b	8,15 ± 0,03 ^c	4,89 ± 0,70 ^d	23,00 ± 0,90 ^a			
VI (m³ kg⁻¹)	5,6 ± 0,16 ^d	6,9 ± 0,08 ^c	14,33 ± 0,31 ^b	13,13 ± 0,30 ^a			
Formação de Espuma							
Tempo (min.)	FFL	FFM	FAL	FAM			
30	-	-	-	-			
60	-	-	-	-			
Formação de Gel Farináceo							
Amostras	2%	6%	10%	14%	18%	22%	26%
FFL	-	±	±	+	+	+	+
FFM	-	-	+	+	+	+	+
FAL	-	±	+	+	+	+	+
FAM	±	±	+	+	+	+	+

IAA % = índice de absorção de água, CAO % = capacidade de absorção de óleo vegetal, AS % = resíduo de evaporação, VI m³ kg⁻¹ = volume de inchamento. (-)/(+) formação de espuma. (-) sem formação de gel, (±) gel frágil e (+) gel resistente. Médias seguidas de ± desvio padrão com mesma letra na mesma linha não diferem significativamente pelo teste de *Tukey* ($p \leq 0,05$).

Costa et al. (2017) encontraram para a farinha do mesocarpo do pequi capacidade de absorção de 450,00%. Neto (2012) também encontrou valor superior ao deste estudo para capacidade de absorção de água e avaliou a farinha do mesocarpo de babaçu com taxa de absorção de água de 237,36%. Borges et al. (2006) encontraram para farinha de trigo e três farinhas mistas (15, 30 e 45% de aveia) valores de 53,3; 58,3; 64,6 e 72,0% de absorção de água. Estes valores são superiores aos observados neste estudo. De acordo com Neves et al. (2008), a hidratação do particulado revela diferenças estruturais de cada resíduo, afetando ou não a fibra no processo de absorção de água.

As farinhas das cascas e albedos de laranja e melancia apresentaram bom índice de absorção de óleo, com resultados de 184,16; 321,19, e 244,99 e 212,81%, sendo consideradas farinhas com boa qualidade para produtos viscosos como sopas e massas (Costa et al., 2017). Costa et al. (2017) demonstraram através de análise da capacidade de absorção de óleo utilizando a farinha do mesocarpo de pequi taxa de absorção igual a 173,33%, valor próximo ao encontrado também por Neto (2012) para a farinha do mesocarpo do babaçu de 220,40%.

A solubilidade em água (AS) entre as farinhas das cascas e albedos apresentaram diferença estatística ($p < 0,05$) entre elas, 13,14; 8,15; 4,89 e 23,00% respectivamente

para laranja e melancia. Santana et al. (2017) encontraram valores de 15,33% para SA na farinha de linhaça dourada, 10,00% para farinha de feijão branco e 10,00% para farinha de maracujá. Rios et al. (2018) encontraram médias para SA entre 17,86 a 22,40% para cinco farinhas integrais de cultivares comerciais de feijão variedade caupi. Conforme Leonel et al. (2009), farinhas que apresentam altos índices de solubilidade em água podem ser empregadas em misturas que necessitam de baixo aquecimento, também sendo utilizadas para sopas e molhos que necessitam de quantidades altas de água.

Quanto ao volume de inchamento (VI), neste estudo apresentou resultados para cascas de laranja e melancia e albedos laranja e melancia iguais a 5,6; 6,9 e 14,33 e 13,13 m³ kg⁻¹ respectivamente. Resultados próximos foram obtidos por Garcia et al. (2017) que avaliaram as farinhas das cascas e sementes do mamão, melão e goiaba, e obtiveram volume de inchamento iguais a 3,93; 8,67 e 1,60, e 3,00; 4,20 e 1,20 m³ kg⁻¹ respectivamente. As farinhas dos albedos de laranja e melancia possuem alto poder de hidratação, sendo uma característica interessante para a indústria na produção de alimentos com consistência pastosa como mingaus (Garcia et al., 2017).

O VI é definido como o volume ocupado por uma amostra (farinha) conhecida, e a capacidade de retenção de água pelas fibras (Robertson et al., 2000). Os autores ainda complementam, que volumes até 20 m³ kg⁻¹ são considerados como típicos para pós-fibrosos.

Neste estudo, as farinhas das cascas e albedos de laranja e melancia não apresentaram formação de espuma. O mesmo foi observado por Santana et al. (2017) para as farinhas de aveia A e B, linhaça dourada e marrom e de uva. De acordo com os autores, e Porte et al. (2011), farinhas que não apresentam estas qualidades tecnológicas não podem ser utilizadas na elaboração de alimentos que requerem esta propriedade como no uso para fabricação de sorvetes e mousses.

A capacidade de formação de gel é utilizada como análise para avaliar a concentração mínima de farinha utilizada capaz de formar gel consistente em um determinado volume de água (Santana et al., 2017; Batista et al., 2010). A farinha do albedo de melancia em especial já apresentou gel frágil na menor concentração 2% seguida da farinha do albedo de laranja na concentração de 6%. Quanto às farinhas dos flavedos, em especial a farinha do flavedo de laranja apresentou formação de gel frágil na concentração 6%. A farinha do flavedo de melancia não apresentou formação de gel frágil, e sim, formação de gel resistente a partir da concentração de 10%.

No trabalho realizado por Santana et al. (2017) utilizando farinhas comerciais de aveia A e B e trigo branca, os autores encontraram na concentração mínima de 2%, formação de gel frágil como observado neste estudo para farinha do albedo de melancia. O mesmo não foi observado pelos autores na farinha de soja que não apresentou formação de gel em nenhuma das concentrações avaliadas.

Para Oro et al. (2013) e Jane et al. (1999) os produtos farináceos de origem vegetal podem conter entre 20 a 30% de amilose e de 70 a 80% de amilopectina, valores relativos entre os mais diversificados produtos, coprodutos e resíduos. Amidos com altas concentrações de amilopectina podem apresentar temperaturas de gelatinização mais altas outro fator importante é a viscosidade máxima que está relacionada ao comportamento dos grânulos de amido sobre a capacidade de absorção de água promovendo o inchamento durante ou não o processo térmico.

A Figura 1 abaixo apresenta os espectros por infravermelho com transformada de Fourier para as quatro farinhas dos albedos e cascas (flavedos) de laranja e melancia.

A espectroscopia de absorção na região média do infravermelho foi utilizada para caracterizar as farinhas dos albedos e flavedos (cascas) dos frutos de melancia e laranja. Todas as amostras das farinhas analisadas apresentaram homogeneidade nas bandas dos espectros de FT-IR como demonstradas na Figura 1, e entre os comprimentos 3500 a 3000 cm^{-1} são características do alongamento simétrico e assimétrico das ligações O-H. Neste estudo as bandas apresentaram em geral comprimentos em 3351,7; 3333,0; 3330,5 e 3294,4 cm^{-1} para as farinhas da casca melancia, albedo laranja, albedo melancia e casca laranja, respectivamente. Mahecha (2009) encontrou para farinhas de biri (*C. indica*) bandas entre 3297 a 3283 cm^{-1} .

O amido nativo neste estudo foi observado nas bandas em 2921,4, 2920,6; 2920,0 e 2917,2 cm^{-1} respectivamente para as farinhas, casca melancia, albedo laranja, albedo melancia e casca laranja, nesta faixa entre 3000 a 2900 cm^{-1} corresponde ao estiramento do grupo C-H. A presença deste alongamento foi reportada por Lima et al. (2012) que observaram bandas próximas ao deste estudo para farinhas de amido de milho, fécula de batata, banana-verde e trigo. Em 1606,8; 1605,8 e 1605,2 cm^{-1} para as farinhas da casca laranja, casca melancia e albedo de laranja, encontra-se a banda de amida I, vibrações de deformação axial de C=O referente ao grupamento amida das proteínas.

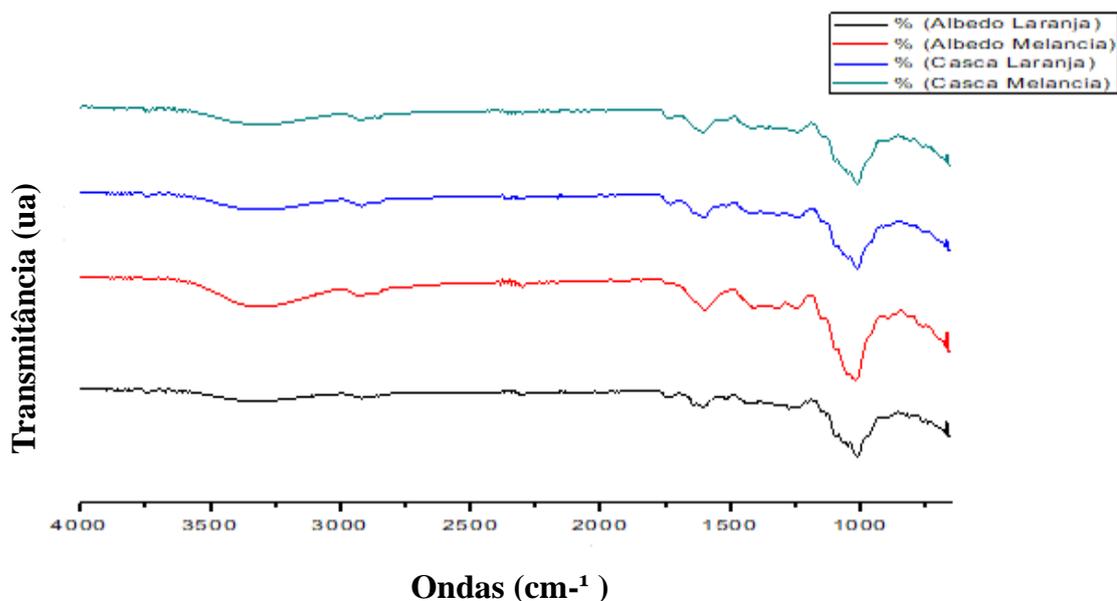


Figura 1. Análise por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR), dos espectros das farinhas do albedo laranja e melancia, e flavedo (casca) laranja e melancia. Transmitância (u.a) e Ondas (cm^{-1}).

Em $1598,1 \text{ cm}^{-1}$ na farinha do albedo de melancia, aparece uma banda importante referente a vibrações de deformação angular de N-H (banda amida II) entre 1620 a 1590 cm^{-1} (Silverstein et al., 2013). A banda em $1413,2 \text{ cm}^{-1}$ na farinha do albedo de melancia, possivelmente está atribuída aos lipídeos (torção tipo tesoura) e proteínas. Dias (2008) encontrou uma banda em 1449 cm^{-1} avaliando farinhas e alguns dos seus componentes. Bandas em $1319,0$; $1299,4$; $1245,6$ e $1242,4 \text{ cm}^{-1}$ nas farinhas albedo melancia, albedo laranja, casca melancia e casca laranja respectivamente, correspondem a vibrações de deformação axial de C-O deformação angular de O-H e alongamento da ligação N-H e da flexão N-H do grupo Amidas das proteínas. Dias (2008) caracterizando estruturalmente farinhas e alguns componentes farináceos encontrou uma banda em 1333 cm^{-1} .

Bandas entre $1243,0$; $1095,5$; $1051,0$ e $1018,9 \text{ cm}^{-1}$ das farinhas albedo melancia, albedo laranja, casca laranja e casca melancia respectivamente, são características do amido e atribuídas a vibrações de deformação axial dos grupos C-O, C-C e a vibrações de deformação axial do sistema O-C-O (Lima et al., 2012; Silverstein et al., 2013). Mahecha (2009) encontrou uma banda em 1016 cm^{-1} , bandas próximas neste estudo sugere a presença de ligações COH ou solvatação, característica de

materiais parcialmente cristalinos. Lima et al. (2012) avaliando quatro farinhas obtiveram bandas entre 1077 a 928 cm^{-1} .

Todos os espectros das quatro farinhas das cascas e albedos de laranja e melancia apresentaram harmônicas entre 2400 a 1900 cm^{-1} . Nesta análise é possível verificar a homogeneidade das amostras e os grupos funcionais característicos observados nas farinhas deste estudo, e quando comparados ao das literaturas analisadas.

5.4 Conclusão

As farinhas dos flavedos e albedos de laranja e melancia apresentam boas características funcionais tecnológicas para serem introduzidas nos mais variados tipos de alimentos funcionais. O uso de resíduos agroindustriais necessita ser amplamente avaliado, dando destino para o aproveitamento deste material que até então, seriam descartados em aterros sanitários ou lixões a céu aberto gerando volumosas quantidades de material orgânico.

5.5 Agradecimentos

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, Campus Rio Verde; aos Laboratórios de Química Tecnológica, Sementes e Pós-Colheita, e de Eletroanalítica; a Central Multiusuário Analítico CEMA; a CAPES, CNPq, FINEP e FAPEG, esta última pela bolsa de mestrado para o primeiro autor Antonio.

5.6 Referências

ALEXANDRINO, A. M.; FARIA, H. G.; SOUZA, C. G. M.; PERALTA, R. M. Aproveitamento do resíduo de laranja para a produção de enzimas lignino-celulósicas por *Pleurotus ostratus* (Jack: Fr.). *Food Science and Technology*, v. 27, n. 2, p. 364-368, 2007.

BENDER, A. B. B.; LUVIELMO, M. de M.; LOUREIRO, B. B.; SPERONI, C. S.; BOLIGON, A. A.; SILVA, L. P da.; PENNA, N. G. Obtenção e caracterização de

farinha de casca de uva e sua utilização em snack extrusado. *Brazilian Journal of Food Technology*, v. 19, n. e2016010, p. 1-9, 2016.

BORGES, J. T. da S.; PIROZI, M. R.; LUCIA, S. M. D.; PEREIRA, P. C.; MORAES, A. R. F.; CASTRO, V. C. Utilização de farinha mista de aveia e trigo na elaboração de bolos. *Boletim CEPPA*, v. 24, n. 1, p. 145-162, 2006.

CAMARGO FILHO, W. P.; MAZZEI, A. R. O mercado de melancia no Mercosul. *Revista Informações Econômicas*, v. 32, n. 2, p. 61-64, 2002.

CASTRO, D. S. de.; OLIVEIRA, T. K. B. de.; LEMOS, D. M.; ROCHA, A. P. T.; ALMEIDA, R. D. Efeito da temperatura sobre a composição físico-química e compostos bioativos de farinha de taro obtida em leite de jorro. *Brazilian Journal of Food Technology*, v. 20, p. 1-5, 2017.

CHABARIBERY, D.; ALVES, H. S. Produção e comercialização de limão, mamão, maracujá e melancia em São Paulo. *Revista Informações Econômicas*, v. 31, n. 8, p. 43-51, 2001.

CLEMENTE, E.; FLORES, A. C.; ROSA, C. I. L. F.; OLIVEIRA, D. M. Características da farinha de resíduos do processamento de laranja. *Revista Ciências Exatas e Naturais*, v. 14, n. 2, p. 257-269, 2012.

COELHO, B. E. S.; DUARTE, V. M.; SILVA, L. F. M. da.; SOUSA, K. dos. S. M. de.; NETO, A. F. Atributos físico-químicos de frutos de laranja 'Pêra' produzidos sob sistemas de cultivo orgânico e convencional. *Revista Brasileira de Meio Ambiente*, v. 5, n. 1, p. 128-137, 2019.

COFFMANN, C. N.; GARCIA, V. V. Functional properties and amino acid content of a protein isolate from mung bean flour. *International Journal of Food Science and Technology*, v. 12, n. 5, p. 473, 1977.

CORAZZA, M.; RODRIGUES, D. G.; NOZAKI, J. Preparação e caracterização do vinho de laranja. *Revista Química Nova*, v. 24, n. 4, p. 449-452, 2001.

COSTA, A. P. F da.; PINTO, E. G.; SOARES, D. S. B. Obtenção de farinha do mesocarpo de pequi. *Revista Agrarian*, v. 10, n. 38, p. 349-354, 2017.

CURTI, C. A.; VIDAL, P. M.; CURTI, R. N.; RAMÓN, A. N. Chemical characterization, texture and consumer acceptability of yorgurts supplemented with quinoa flour. *Food Science and Technology*, v. 37, n. 4, p. 627-631, 2017.

DIAS, A. M. V. Análise estrutural de farinhas e alguns dos seus componentes. 2008. Ano de obtenção 2008. 148 f. Dissertação (Mestrado em Química e qualidade dos alimentos), Universidade de Aveiro, Portugal, 2008.

DIAS, L. T.; LEONEL, M. Caracterização físico-química de farinhas de mandioca de diferentes localidades do Brasil. *Revista Ciência Agrotecnologia*, v. 30, n. 4, p. 692-700, 2006.

DUARTE, E. L.; CARLOS, L. de A.; RODRIGUES, C. G.; ANDRADE, R. M.; OLIVEIRA, K. G de. Influência da liofilização sobre os carotenoides de frutos do cerrado e comportamento hidrocópico dos produtos liofilizados. *Revista Perspectivas Online: Biologia & Saúde*, v. 23, n. 7, p. 22-33, 2017.

DZUDIE, T.; HARDY, J. Physicochemical and functional properties of flours prepared from common beans and green mung beans. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, v. 44, p. 3029-3032, 1996.

FAO (Roma, Italy). Agricultural production, primary Crops. Disponível em <http://www.fao.org>. Acesso em: 29/11/ 2018.

GARCIA, D. M.; ALENCAR, U. R de.; MOTA, B. G.; BORGES, I. R.; SOUZA, P. O. Determinação de características tecnológicas de farinhas produzidas a partir de resíduos de polpas de mamão, melão e goiaba e sua utilização na elaboração de biscoito tipo cookies. *ScientiaTec: Revista de Educação, Ciência e Tecnologia do IFRS*, v. 4, n. 1, p. 29-41, 2017.

GRAF, B. L.; ROJAS-SILVA, P.; ROJO, L. E.; DELATORRE-HERRERA, J.; BALDEÓN, M. E.; RASKIN, I. Innovations in health value and functional food development of Quinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.). *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, v. 14, n. 4, p. 431-445, 2015.

GRANGEIRO, L. C.; CECÍLIO FILHO, A. B. Exportação de nutrientes pelos frutos de melancia em função de épocas de cultivo, fontes e doses de potássio. *Revista de Horticultura Brasileira*, v. 22, n. 4, p. 740-743, 2004.

IBGE (2015) Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística, Levantamento Sistemático da Produção Agrícola – LSPA. Disponível em <http://www.sidra.ibge.gov.br/bda/agric>. Acesso em: 25/09/2019.

IBGE (2018) Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística, Levantamento Sistemático da Produção Agrícola – LSPA. Disponível em <http://www.ibge.gov.br/estatísticas-novoportal/econômicas/agricultura-e-pecuaria>. Acesso em: 25/09/2018.

LANNES, S. C da S.; MEDEIROS, M. L. Processamento de achocolatado de cupuaçu por spray-dryer. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*, v. 39, n. 1, p. 115-123, 2003.

LIMA, B. N. B.; CABRAL, T. B.; NETO, R. P. C.; TAVARES, M. I. B.; PIERUCCI, A. P. T. Estudo do amido de farinhas comerciais comestíveis. *Revista Polímeros*, v.22, n. 5, p. 486-490, 2012.

MAHECHA, M. M. A. Elaboração e caracterização de biofilmes de farinha de biri (*Canna indica* L.). 2009. Ano de obtenção: 2009. 159 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos), Universidade Federal de Campinas, 2009.

MATSUURA, F. C. A. U. Estudo do albedo de maracujá e de seu aproveitamento em barra de cereais. 2005. Ano de obtenção: 2005. 138 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos), Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

MENEZES, A. C. P. de.; SOUZA, C. F. de. C. Aproveitamento dos resíduos de melancia na produção de condimento para uso em alimentos. *Revista Informe Goiano*, v. 03, n. 08, p. 1-4, 2018.

MONÇÃO, O. P.; RIBEIRO, J. J.; MOSCON, E. S.; OLIVEIRA, D. N. S.; NASCIMENTO NETO, J. G. Produtividade da cultura da melancia sob diferentes doses de potássio no município de Santa Rita de Cássia – BA. *Enciclopédia Biosfera*, v. 8, n. 15, p. 1423-1424, 2012.

MUNHOZ, C. L.; SANJINEZ-ARGANDOÑA, E. J.; SOARES-JÚNIOR, M. S. Extração de pectin de goiaba desidratada. *Revista Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 30, n. 1, p. 119-125, 2010.

NASCIMENTO, J. A. M.; SOUTO, J. S.; CAVALCANTE, L. F.; OLIVEIRA, F. T.; MENDONÇA, V.; ALBUQUERQUE JÚNIOR, A. M.; MEDEIROS, S. A. S. Macronutrientes na cultura da melancia cultivada em Neossolo com esterco bovino. *Revista Brasileira de Ciências Agrárias*, v. 10, n. 2, p. 224-229, 2015.

NASCIMENTO, J. A. M. do.; SOUTO, J. S.; CAVALCANTE, L. F.; MEDEIROS, S. A. da. S.; PEREIRA, W. E. Produção de melancia em solo adubado com esterco bovino e potássio. *Agrária – Revista Brasileira de Ciências Agrárias*, v. 12, n. 2, p. 122-127, 2017.

NETO, A. A. C. Desenvolvimento de massa alimentícia mista de farinhas de trigo e mesocarpo de babaçu (*Orbignya sp.*). 2012. Ano de obtenção: 2012. 68 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 2012.

ORO, T.; LIMBERGER, V. M.; MIRANDA, M. Z.; RICHARDS, N. S. P. S.; GUTKOSKIL, L. C.; FRANCISCO, A. Propriedades de pasta de mesclas de farinha integral com farinha refinada usadas na produção de pães. *Revista Ciência Rural*, v. 43, n. 4, p. 754-760, 2013.

PEREIRA, A. S.; MIGUEL, D. P.; CARVALHO, E. E. N. Caracterização de farinha de entrecasca de melancia (*Citrullus lanatus*) produzida na região sul do Tocantins. Cadernos de Pós-Graduação da FAZU, n. 1, p. 1-5, 2010.

PIOVESANA, A.; BUENO, M. M.; KLAIN, V. M. Elaboração e aceitabilidade de biscoitos enriquecidos com aveia e farinha de bagaço de uva. Brazilian Journal of Food Technology, v. 16, n. 1, p. 68-72, 2013.

PORTE, A.; SILVA, E. F.; ALMEIDA, V. D. S.; SILVA, T. X.; PORTE, L. H. M. Propriedades funcionais tecnológicas das farinhas de sementes de mamão (*Carica papaya*) e de abóbora (*Curcubita* sp.). Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais, v. 13, n. 1, p. 91-96, 2011.

RIOS, M. J. B. L.; DAMASCENO-SILVA, K. J.; MOREIRA-ARAÚJO, R. S. dos R.; FIGUEIREDO, E. A. T. de.; ROCHA, M. de M.; HASHIMOTO, J. M. Chemical, granulometric and technological characteristics of whole flours from comercial cultivars of cowpea. Revista Caatinga, v. 31, n. 1, p. 217-224, 2018.

ROBERTSON, J.; MONREDON, F. D.; DYSELER, P.; GUILLON, F.; AMADO, R.; HIBAUT, J. F. Hydration properties of dietary fibre and resistant starch: a European collaborative study. Lebensmittel-Wissenschaft und Technologie, v. 33, p. 72-79, 2000.

SANTANA, G. S.; OLIVEIRA FILHO, J. G. de.; EGEEA, M. B. Características tecnológicas de farinhas vegetais comerciais. Journal of Neotropical Agriculture Neotropical, v. 4, n. 2, p. 88-95, 2017.

SANTANA, M. F. S. Caracterização físico-química de fibra alimentar de laranja e maracujá. 2005. Ano de obtenção: 2005. 168 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos), Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

SEAB. Secretaria da Agricultura e do Abastecimento. DERAL. Departamento de Economia Rural. Produção Agropecuária. 2011. Disponível em <http://www.agricultura.pr.gov.br/modules/conteudo/conteudo.php?conteudo=137>.

Acesso em: 14/07/2018.

FARIAS SILVA, C. E. de.; GAMA, B. M. V. da.; OLIVEIRA, L. M. T. de.; ARAÚJO, L. T. de.; ARAÚJO, M. L. de.; OLIVEIRA JÚNIOR, A. M.; ABUD, A. K. de. S. Uso da laranja lima e seus resíduos no desenvolvimento de novos produtos. *Brazilian Journal of Biosystems Engineering*, v. 10, n. 1, p. 69-96, 2016.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J. Identificação espectrométrica de compostos orgânicos. 7ª Ed., Ed. LTC, 2013, p. 490.

SILVIA, P. A.; CUNHA, R. L.; LOPES, A. S.; PENA, R. da S. Caracterização de farinhas de tapioca produzidas no estado do Pará. *Revista Ciência Rural*, v. 43, n. 1, p. 185-191, 2013.

QUELAL-VÁSCONEZ, M. A.; PÉREZ-ESTEVE, É.; ARNAU-BONACHERA, A.; BARAT, J. M.; TALENS, P. Rapid fraud detection of cocoa powder with carob flour using near infrared spectroscopy. *Food Control*, v. 92, p. 183-189, 2018.

6. CAPÍTULO IV

(Normas de acordo com a Revista Scientia Plena)

Avaliação das Características Poliméricas do Biofilme do Resíduo de Melancia

RESUMO

O trabalho teve por objetivo avaliar as características poliméricas do biofilme a partir do resíduo do fruto de *Citrullus lanatus*. O biopolímero foi produzido a partir de uma suspensão aquosa farinácea do albedo e avaliado quanto às características físico-químicas, antioxidantes, mecânicas e por análises em microscopia óptica e eletrônica por varredura. O biofilme do resíduo de melancia apresentou importantes resultados nos testes físico-químicos, mecânicos e de atividade antioxidante, importante quantitativo de fenóis totais e boa eficiência nas características estruturais. Este novo biopolímero a partir do resíduo de melancia poderá ser aplicado no desenvolvimento de embalagens biodegradáveis, bem como no revestimento de salames defumados na indústria alimentícia.

Palavras-chave: filme biodegradável, *Citrullus lanatus*, propriedades mecânicas

ABSTRACT

The objective of this work was to evaluate the polymeric characteristics of biofilm from *Citrullus lanatus* fruit residue. The biopolymer was produced from an albedo farinaceous aqueous suspension, and evaluated for physicochemical, antioxidant, mechanical characteristics and analysis by optical and scanning electron microscopy. The watermelon residue biofilm showed important results in physicochemical, mechanical and antioxidant activity tests, important quantity of total phenols and good efficiency in structural characteristics. This new biopolymer from watermelon residue could be applied to the biodegradable packaging development, as well as in to the coating of smoked salami coating in food industry.

Keywords: biodegradable film, *Citrullus lanatus*, mechanical property

6.1 Introdução

As embalagens possuem a função de acondicionar, proteger e manter a integridade de um produto. As primeiras embalagens foram criadas a partir de formulações de produtos do petróleo, sendo assim chamadas de embalagens sintéticas. As embalagens estão presentes nos mais variados tipos de produtos, e após seu uso são descartadas, permanecendo no ambiente por longos períodos, causando sérios danos ao meio ambiente, quando descartadas incorretamente contaminando os mais diversos ecossistemas [1].

Com isso, foi criada a linha verde (ou natural) de produtos como necessidade de desenvolver novos materiais a partir de fontes biodegradáveis, como forma de minimizar os danos ao meio ambiente, optando pela utilização de materiais naturais que anteriormente eram tratados como resíduos, sendo descartados de forma incorreta sem o reuso apropriado. Os estudos no desenvolvimento de biofilmes tiveram início a partir de matrizes poliméricas de amido, proteína, lipídios e fibras, que apresentam boa eficiência no arranjo intermolecular formando uma solução polimérica com característica de embalagem biodegradável. Os biopolímeros são abundantes na natureza, sendo facilmente encontradas nas frutas, hortaliças, tubérculos, legumes e em diversos tipos de grãos. Atualmente, vem-se empregando o resíduo agrícola da fruticultura na produção de biofilmes, agregando a perda ocasionada ainda na lavoura durante a colheita, bem como no manejo, transporte e na distribuição nos grandes e pequenos mercados varejistas [1, 2].

De acordo com Rocha et al. (2014) [1] e Tang et al. (2003) [3], as matrizes poliméricas naturais apresentam efetiva importância na barreira aos gases (CO_2 e O_2), na elasticidade e resistência à tração; sendo estas características importantes para uma embalagem que visa evitar choques mecânicos durante o transporte e liberação de vapores durante o armazenamento. Entretanto, essas matrizes naturais apresentam alta permeabilidade ao vapor de água em função do seu caráter hidrofílico, limitando assim sua aplicação. Em contrapartida, o uso de substâncias plastificantes como o glicerol, potencializa as propriedades destes biomateriais garantindo baixa troca de vapores de água, bem como o aumento da flexibilidade e a diminuição do efeito quebradiço.

No Brasil, atualmente são cultivadas a cerca de 48 cultivares de melancia. A melancia é uma fruta pertencente à família das cucurbitáceas, apresentando diferentes tamanhos, formas e cores variadas tanto na casca como na polpa. Dentre estas

variedades a espécie *Citrullus lanatus* Thumb. Mansf. var. *Crimson Sweet Extra* se destaca pelo seu tamanho avantajado e espesso albedo (entrecasca). Dentre os fatores genéticos dos cultivares, pluviosidade, solo e por estar em uma área de clima tropical, o Brasil é o quarto maior produtor de melancia do mundo, com parcela de 80% da produção mundial, estando atrás da China, Turquia e Irã [4].

Devido a esta grande área de produção, há também volumosa perda de frutos ainda na lavoura, gerando grande quantidade de resíduos que não são devidamente aproveitados. Com isso, este estudo objetivou desenvolver e avaliar as características poliméricas de um biofilme a partir do resíduo agrícola de *Citrullus lanatus* Thumb. Mansf. var. *Crisom Sweet Extra*.

6.2 Material e Métodos

O biofilme foi produzido conforme descrito por Souza et al. (2012) [5], com adaptações. Uma alíquota de 25 g de farinha do albedo de melancia foi acrescida com 100 mL de água destilada, a solução foi aquecida a 40 °C em banho-maria por 1 hora. Em seguida, a solução foi filtrada em pano fino de nylon e o sobrenadante coletado. O sobrenadante foi aquecido a 60 °C sob homogeneização em agitador magnético. Durante a agitação, foram acrescidos 0,9 g de glicerol (m/v) e 10 mL de solução aquosa de cloreto de cálcio a 1,5% (m/v). Cerca de 25 mL da solução foi transferida para placa de Petri de polietileno, e em seguida, a placa foi levada para a estufa com circulação de ar forçada a 60 °C por 3 horas. Após esse tempo, uma segunda alíquota de 25 mL foi acrescida sobre a primeira camada na placa, formando uma segunda camada filmogênica. Depois da adição da segunda camada, a placa ficou sob aquecimento a 60 °C por 12 horas na estufa com circulação de ar forçada. Após o período de secagem, o biofilme foi retirado da placa de Petri e armazenado em dessecadora com sílica gel até análises.

A espessura do biofilme foi determinada conforme descrito por Rocha et al. (2014) [1], adaptado. Foi utilizado um micrômetro digital (Mitutoyo, Mod. 203-821), com sensibilidade de ($\pm 0,001$ mm). Cerca de 10 pontos aleatórios no biofilme foram avaliados.

Para determinação dos teores de umidade e cinzas do biofilme, foi utilizada metodologia descrita por IAL (2008) [6] e Abdollahi et al. (2012) [7] com adaptações. Para o teor de umidade (Tu%), 1 g de biofilme teve a massa aferida em cadinho previamente seco em forno mufla a 550 °C por 4 horas. Em seguida, a amostra foi

levada para estufa com circulação de ar forçada a 105 °C por 3 horas. Logo após, o cadinho com amostra foi resfriado e a massa determinada. Para o teor de cinzas (Tcz%). Após a determinação de umidade, o cadinho com amostra foi levado para forno mufla a 550 °C por 3 h. Em seguida, o cadinho foi resfriado e sua massa determinada. A diferença de massa entre as amostras foram determinadas, e os resultados expressos em percentagem.

A opacidade do biofilme foi determinada em espectrofotômetro UV-Vis (Bell Photonics, Mod. UV-M51), conforme descrito por Rocha et al. (2014) [1]. O biofilme foi cortado e aderido à parede externa de uma cubeta de quartzo com campo único. Como branco instrumental, foi utilizada a mesma cubeta de quartzo sem biofilme. O comprimento de ondas utilizado foi 500 nm. A opacidade foi determinada conforme a equação, Abs_{500}/T . E, Abs_{500} é o resultado em 500 nm e T a espessura média do biofilme em mm.

O teste de solubilidade seguiu conforme proposto por Jahed et al. (2017) [8]. O biofilme foi cortado em formato quadrado com $(1,5\text{ cm}^2)$, e seco em estufa a 105 °C por 2 h. Em seguida foi determinada a massa. Logo após, foi transferido para um béquer contendo 50 mL de água ultra pura (Milli-Q, Mod. Advantage A10). O béquer com amostra foi agitado em mesa agitadora orbital (Solab, Mod. SL180/A) sob lenta agitação por 24 h. Após este tempo, a amostra foi removida e seca em estufa a 105 °C por 6 h. A solubilidade em água foi calculada em percentagem conforme equação, $\%MS = (M_i - M_f/M_i) \times 100$. Em que, $\%MS$ é a percentagem de material seco solubilizado; M_i massa inicial e M_f massa final do material seco não solubilizado.

A taxa de inchamento foi determinada conforme descrito por Zhang et al. (2018) [9], com adaptações. Uma amostra de biofilme com 2 x 2 cm, foi cortado e seco em estufa a 105 °C por 2 horas. Em seguida, a amostra teve sua massa aferida (M_i). Logo após, foi imersa em 30 mL de água ultra pura (Milli-Q, Mod. Advantage A10), por 30 min. Depois deste período, a amostra teve sua massa novamente aferida (M_f) e a taxa de inchamento calculada conforme equação, $\%TI = (M_f - M_i/M_i) \times 100$.

O pH foi determinado conforme descrito por Menezes Filho et al. (2019) [10], com adaptações. Uma alíquota de 0,100 g de biofilme foi diluída em 20 mL de água destilada e deixada em descanso por 15 min. Em seguida, foi realizado a leitura em pHmetro digital de bancada (Luca, Mod. 210Z). A atividade de água (a_w) foi determinada em equipamento HygroPalm (HygroPalm Rotronic, Mod. HP23-AW-A),

com uma alíquota de 0,250 g de biofilme, conforme descrito por Menezes Filho et al. (2019) [10] adaptado.

A degradabilidade do biofilme seguiu conforme descrito por Martucci e Ruseckaite (2009) [11], com adaptações. O experimento foi realizado em formas de polietileno de alta densidade – PEAD, contendo solo do tipo eutroférico com a flora microbiana natural. A amostra de biofilme foi cortada em 2 x 3 cm, seguido de secagem em estufa a 60 °C por 24 horas para remoção da umidade. Em seguida foi resfriado e tomado à massa inicial (Mi). A amostra foi adicionada individualmente em um envelope de polietileno confeccionado. Em seguida o envelope contendo o biofilme foi enterrado em profundidade de 6 cm no solo. A umidade relativa foi mantida em 40% e com temperatura de 20 °C. A amostra foi removida nos seguintes dias 5, 7, 11 e 15º dia. Após este período, o filme foi limpo com pincel e seco em estufa a 60 °C até massa constante (Mf). A biodegradabilidade (%Bio) foi calculada conforme equação, %Bio = $(Mf - Mi/Mi) \times 100$.

A eficácia do biofilme como redutor do radical 2,2-dipicril-hidrazil (DPPH) foi determinada conforme descrito por Jahed et al. (2017) [8], modificado. Uma amostra de 25 mg de filme foi dissolvido em 4 mL de água destilada. Em seguida, 2,8 mL da solução foi acrescida com 0,2 mL de uma solução metanólica de DPPH a 0,6 mM. A solução foi agitada e deixada em descanso por 1 h em local escuro. A leitura foi realizada em espectrofotômetro UV-Vis (Bell Photonics, Mod. UV-M51) no comprimento de ondas em 517 nm. A percentagem de inibição radicalar foi determinada conforme equação, %redução = $(Abscontrole - Absamostra/Abscontrole) \times 100$.

Para determinação da atividade antioxidante pela redução do ferro (FRAP), foi realizado conforme metodologia descrita por Infante et al. (2013) [12]. Inicialmente foi preparado um extrato com 2 g de biofilme dissolvidos em 20 mL de uma solução hidroetanólica (80:20) (v/v). A solução foi submetida à radiação por ultrassom na temperatura de 25 °C por 20 minutos em banho de ultrassom (Eco-sonics, Mod. Q3.0/40) com frequência US: 40 kHz. Sendo em seguida, centrifugado a 2500 rpm por 20 minutos. O sobrenadante foi recolhido e utilizado para a análise. Uma alíquota de 100 µL do extrato foi acrescido com 3 mL do reagente de FRAP, e aquecido a 37 °C em banho-maria por 30 min. A leitura foi realizada em espectrofotômetro UV-Vis (Bell Photonics, Mod. UV-M51) a 595 nm. Os resultados foram expressos em µM Fe²⁺/g MS (massa seca).

Os compostos fenólicos totais foram determinados conforme descrito por Menezes Filho et al. (2019) [13], com adaptações. Partindo da solução de extrato realizado no teste para atividade antioxidante por FRAP, uma alíquota de 0,5 mL desta solução, foi acrescida com 8 mL de água destilada e 0,5 mL de uma solução aquosa de Folin-Ciocalteu na proporção (1:9). Em seguida, foi acrescida com solução aquosa de carbonato de sódio anidro a 7,5% (m/v). A reação ocorreu por 60 minutos em local escuro. Em seguida, foi realizada a leitura em espectrofotômetro UV-Vis (PerkinElmer, Mod. UV/VIS/NIR Spectrometer, Lambda 750) no comprimento de ondas a 720 nm. Como branco do instrumento foi utilizado água destilada. A partir de uma curva padrão, foi realizado o cálculo do conteúdo de compostos fenólicos totais, sendo expressos em mg equivalente ao ácido gálico EAG 100 g^{-1} MS (massa seca).

Para determinação da resistência de tração, foi utilizada máquina universal (Instron, Mod. 3360). Foram cortadas tiras de biofilme com 15 x 120 mm conforme descrito por Silva et al. (2019) [14]. O sistema foi ajustado com espaçamento entre ganchos de 100 mm. A resistência de tração foi realizada com velocidade de 0,21 mm/s, em uma célula de carga máxima de 650 N. Os resultados foram obtidos para tensão máxima, tensão de ruptura, alongamento e para módulo de elasticidade.

A avaliação da permeabilidade ao vapor de água foi determinada conforme descrito por Rocha et al. (2014) [1], com adaptações. Uma amostra de biofilme com 35 mm de diâmetro, foi fixado em uma célula de vidro, contendo água ultra pura (Milli-Q, Mod. Advantage A10). A célula foi acondicionada em dessecador contendo sílica gel e o sistema mantido a temperatura de 25 °C. A determinação de massa da célula foi realizada em intervalos de 24 h após o início, e o término após 9 dias de análises. O resultado em massa da célula de permeação foi determinado em função do tempo em segundos (s), e uma reta foi obtida por regressão linear, através desta determinação, foi encontrado o coeficiente angular. E calculou-se a taxa de permeabilidade ao vapor de água (TVA) onde: $TVA = g/T \times A$, sendo g/t , o coeficiente angular da reta e A a área de permeação (m^2). A PVA foi calculada conforme equação, $PVA = (TVA \cdot x)/\Delta P$. Em que x é a espessura média dos filmes (mm) e ΔP é a diferença de pressão de vapor do ambiente (dessecadora) (0 kPa 25 °C) e água ultra pura (3,17 kPa 25 °C).

A análise por colorimetria foi realizada em colorímetro (ColorFlex, Mod. EZ digital) no sistema HunterLab. Os parâmetros de cor avaliados foram L^* , a^* e b^* , conforme descrito por Rocha et al. (2014) [1]. O Chroma (C^*) foi avaliado conforme

equação, $C^* = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2}$ e o Hue-Angle (h°) de acordo com a equação, $\text{Arctang} = \tan^{-1}(b^*/a^*)$, sendo avaliados conforme descrito por Clerici et al. (2011) [15].

As imagens da área superficial do biofilme e filme convencional (PVC) foram realizadas por microscopia óptica de alta resolução (MOAR) em microscópio óptico com câmera acoplada (Nikon, Mod. Eclipse TS2R). A modelagem matemática foi realizada através de software ImageJ (versão livre 1.8.0_172). A análise da superfície de contato do filme biodegradável, foi avaliada também utilizando a microscopia eletrônica de varredura (MEV) em microscópio eletrônico de varredura (Jeol, Mod. JSM – 6610 com EDS), com câmera acoplada (Thermo Scientific, Mod. NSS Spectral Imaging), sendo a superfície do biopolímero revestido com uma fina camada de ouro.

Para análise por espectroscopia no infravermelho, amostras de filme convencional e de biofilme foram submetidas à análise em espectrofotômetro com absorção na região média do infravermelho com transformada de Fourier, equipamento (PerkinElmer, mod. Frontier FT-IR/NIR Spectrometer) no módulo Universal ATR Sampling Accessory, no modo de transmitância (%T), com 8 acúmulos de varreduras e resolução de 2 cm^{-1} . Os espectrogramas foram analisados através do software Spectrum IR.

A análise estatística consistiu na determinação do desvio padrão a partir da média de uma triplica, aplicada em todos os experimentos, seguido de (\pm) desvio padrão. O software utilizado para os dados estatísticos foi o PAST 3 PAlaeontological STatistics (versão 3.25).

6.3 Resultados e Discussão

Na Tabela 1 estão apresentados os resultados da avaliação dos parâmetros morfológicos, físico-químicos, antioxidantes, dos compostos fenólicos totais e das propriedades mecânicas do biopolímero (biofilme) de melancia.

O biofilme de *C. lanatus* apresentou espessura média de 0,145 mm, com aspecto contínuo e sem fraturas. A uniformidade na mensuração das amostras de filmes biodegradáveis implica positivamente nas propriedades mecânicas e de barreira para vapores de gases. De acordo com Silva et al. (2019) [14], biofilmes que apresentam espessura variada em um mesmo lote, pode comprometer o desempenho funcional da embalagem. Estudo realizado por Silva et al. (2019) [14], os pesquisadores obtiveram espessuras de biofilmes mais espessos, para fécula de mandioca incorporados com

cafeína irradiada, e apresentaram resultados entre 0,1783 a 0,2034 mm. Zhang et al. (2018) [9], avaliaram diferentes tratamentos em biofilmes com média de espessura igual a 0,030 mm. Já Henriques et al. (2008) [2], determinaram a espessura média do filme convencional (PVC) que apresentou média de 0,021 mm.

O teor de umidade foi de 8,45%, e cinzas de 0,056% para o biofilme de *C. lanatus* Tabela 1. Costa et al. (2017) [16], encontraram para biofilmes de amido do feijão macassar, teores de umidade entre 14,45 a 26,50%. Já Dantas et al. (2015) [17], avaliaram diferentes formulações de biofilmes, incorporados com polpas de frutas e encontraram teor de umidade entre 10,93 a 19,69%.

Tabela 1. Parâmetros morfológicos, físico-químicos, antioxidantes, fenólicos e propriedades mecânicas do biofilme de melancia.

Parâmetros	Biofilme
Espessura (mm)	0,145 ± 0,03
Umidade (Tu%)	8,45 ± 0,13
Cinzas (Tcz%)	0,056 ± 0,02
Opacidade	3,057
Solubilidade em água (%SA)	81,83 ± 2,78
Taxa de inchamento (%TI)	114,37 ± 9,89
pH	6,1 ± 0,01
Atividade de água (aw)	0,480 ± 0,001
Biodegradabilidade (%Bio) (dia/% Tu)	5-11 dias
	15,91% ± 0,12 – 27,06% ± 0,09
Atividade antioxidante (%DPPH)	75,55 ± 2,91
FRAP (µm g Fe²⁺)	121,60 ± 0,12
Fenólicos totais (mg EAG 100 g⁻¹ MS)	5,64 ± 0,11
Tensão de ruptura (MPa)	1,38 ± 0,32
Alongamento (%)	2,26 ± 0,68
Módulo de elasticidade (MPa)	91,09 ± 33,95
Força de ruptura (N)	3,01 ± 0,05 N
Permeabilidade ao vapor de água (PVA)	0,225 ± 0,004 g mm h ⁻¹ m ⁻² kPa

Milímetros (mm), teor de umidade (Tu%), teor de cinzas (Tcz%), solubilidade em água (%AS), permeabilidade ao vapor de água (PVA), taxa de inchamento (%TI), biodegradabilidade (%Bio), mg de ácido gálico por 100 g⁻¹ matéria seca (mg EAG 100 g⁻¹ MS). Médias em triplicata seguida de (±) desvio padrão.

A opacidade do biofilme de *C. lanatus* foi de 3,057. Sendo considerado um filme biodegradável de baixa opacidade, apresentando altamente translúcido, sendo uma excelente propriedade visual. Este valor foi similar aos observados por Carissimi et al. (2018) [18], e encontraram para diferentes composições filmogênicas incorporadas com extratos de microalgas, resultados de opacidade entre 1,13 a 9,47. E para o estudo proposto por Rocha et al. (2014) [1], e obtiveram opacidade para biofilmes entre 2,16 a

4,88. Os pesquisadores complementam que, quanto mais alto o valor, mais opaco é o biofilme, e com isso, sua aplicabilidade é restrita.

A solubilidade em água foi de 81,83% para o biofilme de melancia. Já Brito et al. (2019) [19], encontraram para biofilmes de resíduos de frutas e legumes, e pectina, resultados entre 49,00 a 96,00%, estando próximos ao deste estudo. O biofilme demonstrou apresentar média atividade hidrofílica. Com esta característica, o biofilme de melancia não pode ser exposto a teores de umidade acima de 83% quando incorporados com glicerol. O mesmo foi observado em biofilmes incorporados com glicerol no estudo desenvolvido por Rocha et al. (2014) [1]. Possivelmente trabalhos futuros poderão avaliar a produção de uma solução polimérica enriquecida com quitosana ou outros biopolímeros em conjunto (blendas), para que se possa diminuir a solubilidade e aumentar a exposição aos teores de umidade superiores a 60%.

De acordo com Brito et al. (2019) [19], os polímeros naturais não podem ficar expostos a umidade acima de 60%, para que não ocorra a perda da estabilidade das funções do biopolímero. A taxa de inchamento do biofilme de *C. lanatus* foi de 114,37%. Já Zhang et al. (2018) [9], avaliando diferentes tratamentos de biofilme à base de quitosana incorporados com óleo essencial, obtiveram variações de inchamento entre 361,42 a 492,09%. Os pesquisadores complementam que a taxa de inchamento é proporcional com a quantidade de água absorvida pela matriz polimérica. E que, biofilmes acrescidos com cloreto de cálcio e amido, possuem maior tendência a absorver grandes quantidades de água, pelas características hidrofílicas, consecutivamente, provocando a desestabilidade da matriz polimérica, ocasionando deformações e perdas da capacidade protetora e mecânica.

O pH do biofilme de *C. lanatus* foi de 6,1. Estudo realizado por Brito et al. (2019) [19], avaliaram biofilmes a partir de resíduos de frutas, legumes e com incorporação de pectina, e obtiveram pHs entre 4,0 a 4,22 mais ácidos que o encontrado neste estudo. A atividade de água foi de 0,480 aw para o biofilme de *C. lanatus*. Dantas et al. (2015) [17], encontraram atividade de água em diferentes biofilmes resultados entre 0,660 a 0,700 aw. Já Santana et al. (2013) [20], avaliaram biofilmes de quitosana com atividade de água entre 0,581 a 0,589 aw. Atividade de água acima de 0,600 aw torna os filmes biodegradáveis propensos ao ataque por micro-organismos deterioradores. Com isso o biofilme de melancia desenvolvido neste estudo possui ótima característica de atividade de água, aumentando o tempo da vida de prateleira.

O tempo de biodegradabilidade apresentou inchamento no 5º dia, com taxa de umidade de 15,91%, e massa final de 62,18%. Sua total degradabilidade foi observada no 11º dia com taxa de umidade de 27,06% e com 98,86% de massa final biodegradada. A formulação do polímero natural de *C. lanatus* acrescido com glicerol absorveu água com eficiência, com isso, a microbiota natural do solo agiu com maior eficácia na biodegradabilidade, diminuindo o tempo de vida do produto no ambiente. Tempo de biodegradabilidade superior, foram observados no estudo desenvolvido por Campagner et al. (2014) [21], que avaliaram biofilmes à base de amido e lignossilfonatos, que apresentaram biodegradação entre 5 a 8 semanas. Já Martucci & Ruseckaite (2009) [11], avaliando biofilmes, observaram inchamento também a partir do 5º dia com taxa de umidade entre 20 a 40% e após o 14º dia, apresentaram difícil análise por causa da deterioração avançada. O tempo de biodegradabilidade é uma importante característica no processo de desenvolvimento de embalagens biodegradáveis, visto que, quanto menor o tempo do produto disponível na sua forma íntegra após uso, menor será a sua influência no volume do conteúdo destinado ao descarte, e com isso menor tempo de biodisponibilidade no ambiente quando comparado a embalagens convencionais sintéticas [1].

O biofilme de *C. lanatus* apresentou importantes atividades antioxidantes avaliadas na redução do radical livre DPPH e para FRAP, com resultados de 75,55% e 121,60 $\mu\text{M g Fe}^{2+}$ MS, respectivamente, Tabela 1. Kim et al. (2018) [22], avaliaram diferentes filmes de *Sargassum fulvellum* incorporados com extrato de Aronia melanocarpa, e obtiveram redução do radical DPPH entre 2,93 a 32,96%. O teor de compostos fenólicos totais no biofilme foi de 5,64 mg EAG 100 g^{-1} MS. O conteúdo total de fenóis está diretamente relacionado com a atividade antioxidante medida pela redução dos radicais livres [23].

A tensão de ruptura foi de 1,38 MPa, com alongamento de 2,26% e módulo de elasticidade de 91,09 MPa para o biofilme de *C. lanatus*. Silva et al. (2019) [14], encontraram para filmes de fécula de mandioca incorporados com cafeína irradiada, tensão de ruptura entre 0,785 a 1,47 MPa, alongamento entre 3,79 a 4,78% e módulo de elasticidade entre 191,31 a 214,24 MPa. Já Brito et al. (2019) [19], obtiveram tensão de ruptura entre 1,2 a 2,9 MPa, com alongamento entre 16 a 51%, e módulo de elasticidade entre 0,03 a 0,16 MPa.

A força de ruptura do biofilme de *C. lanatus* apresentou média de 3,01 N, sendo um bom resultado, visto que, o plastificante incorporado permite melhor adesão e maior

força de rompimento. Entretanto, de acordo com Rocha et al. (2014) [1], os pesquisadores afirmam que altos teores de glicerol podem declinar a força de ruptura. Vale ressaltar que biofilmes incorporados com proteínas podem produzir força de ruptura menor, não sendo boa opção no desenvolvimento de biopolímeros [1]. Silva et al. (2019) [14], obtiveram tensão de ruptura entre 3,5749 a 5,7698 N para biofilmes de fécula de mandioca incorporados. Zhang et al. (2018) [9], avaliaram biofilmes à base de quitosana com óleo essencial de *Perilla frutescens*, onde obtiveram resultados entre 9,365 a 22,344 N. Já Rocha et al. (2014) [1], obtiveram força de ruptura de biofilmes, apresentando variações entre 0,08 a 2,78 N. De acordo com Silva et al. (2019) [14], a resistência do biofilme à perfuração está correlacionada com o estado de compactação estrutural na rede da matriz polimérica, proposta para cada biopolímero.

A PVA do biofilme foi de $0,225 \text{ g mm h}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ kPa}$. De acordo com Rocha et al. (2014) [1], o alto valor de permeabilidade ao vapor de água para o biofilme de *C. lanatus* foi influenciado pelo glicerol, os autores complementam que quanto maior o teor deste plastificante, maior será a PVA. Silva et al. (2019) [14], avaliaram biofilmes a partir de fécula de mandioca com cafeína irradiada e obtiveram PVA entre 0,3934-0,4638 $\text{g mm h}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ kPa}$. Já Zhang et al. (2018) [9], avaliaram biofilmes à base de quitosana incorporados com óleo essencial de *P. frutescens*, e obtiveram resultados médios de vapor de água entre 0,213 a 0,267 $\text{g mm h}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ kPa}$.

Na Tabela 2, estão apresentados os resultados para os parâmetros colorimétricos do filme convencional, e do biofilme de *C. lanatus*. A taxa de brilho L^* foi menor para o biofilme, com L^* de 26,25, e para o filme convencional com L^* de 28,27. Silva et al. (2019) [14], obtiveram taxa de luminosidade com L^* entre 46,78 e 59,65 para biofilmes à base de fécula de mandioca com cafeína irradiada.

Tabela 2: Parâmetros colorimétricos dos filmes, convencional (PVC) e biofilme de melancia.

Parâmetros	Filme (PVC)	Biofilme
L^*	$28,27 \pm 0,41$	$26,25 \pm 0,07$
a^*	$0,02 \pm 0,01$	$1,17 \pm 0,04$
b^*	$-0,81 \pm 0,07$	$8,47 \pm 0,02$
C^*	$0,81 \pm 0,07$	$8,56 \pm 0,03$
h°	$271,43 \pm 0,65$	$82,1 \pm 0,22$

Médias em triplica seguida de (\pm) desvio padrão. L^* luminosidade ou brilho, a^* cromaticidade verde a vermelha, b^* cromaticidade azul a amarelo, C^* croma e h° ângulo de tonalidade.

A cromaticidade a^* foi de 1,17 para o biofilme e de 0,02 para o filme convencional sintético, Tabela 2. Ambos tendendo para cor vermelha. Silva et al. (2019)

[14], obtiveram biofilmes com tonalidade tendendo ao verde entre a^* -0,75 a -0,86, para biofilmes de fécula de mandioca incorporado com cafeína irradiada. Já para a cromaticidade b^* o biofilme apresentou resultado igual a 8,47 tendendo ao amarelo e de -0,81 para o filme convencional apresentando tonalidade para cor azul, Tabela 2. Silva et al. (2019) [14], encontraram cromas b^* tendendo ao amarelo entre -4,25 a -5,19 em biofilmes de fécula de mandioca com cafeína irradiada. O Chroma C^* foi de 8,56 para o biofilme e de 0,81 para o filme convencional, Tabela 2. Já o Hue foi de h° igual a 82,1 para o biofilme e de 271,43 para o filme convencional, Tabela 2. De acordo com Rocha et al. (2014) [1], a cor do biofilme pode influenciar tanto negativamente quanto positivamente na aceitação em aplicações comestíveis como não comestíveis (embalagens).

Na Figura 1, podem ser observados micrografias do filme convencional, e biofilme de *C. lanatus*, bem como, a modelagem matemática da área superficial.

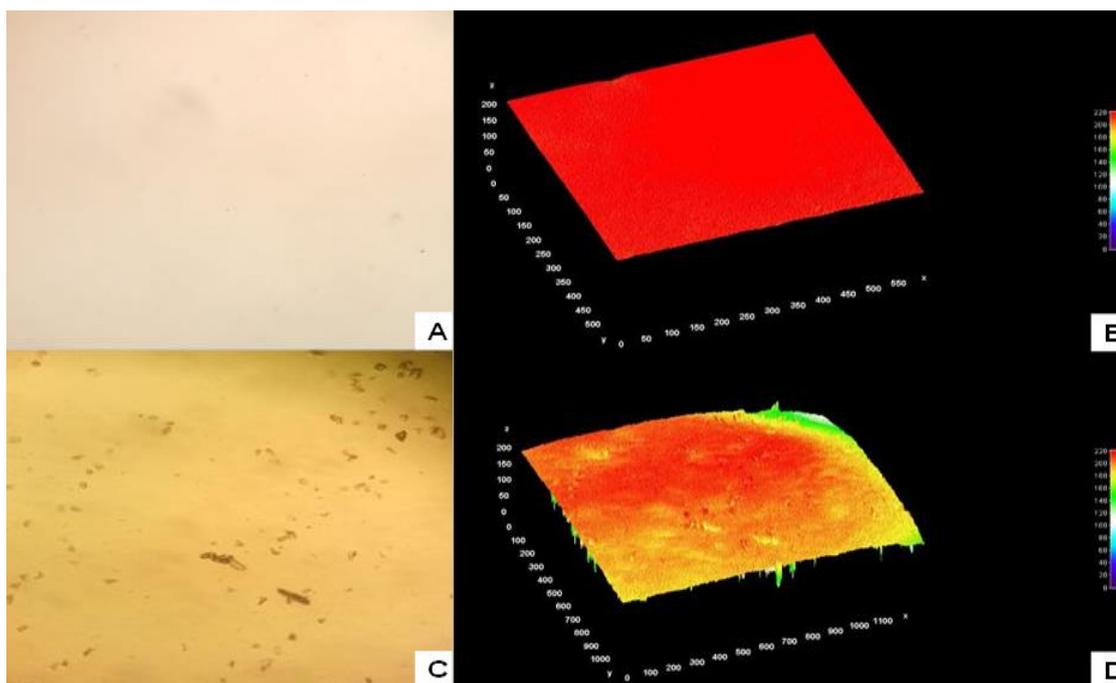


Figura 1. Fotomicrografias ópticas dos filmes convencional (PVC) em (A) e biofilme em (C), e modelagem matemática em 3D da topografia da área superficial de ambos os filmes em (B) e (D), respectivamente. Imagens em 200 μm . Fonte: Autores.

Na Figura 1, pranchas (A e C) estão apresentadas micrografias ópticas do filme convencional e biofilme de melancia. Em (A) pode ser observado homogeneidade da área superficial do filme (PVC), e em (C) pequenos cristais formados durante o

processo de convecção para o biofilme. O biofilme apresentou coloração amarelada, eficiente maleabilidade e aroma do fruto de *C. lanatus*. Brito et al. (2019) [19], avaliaram biofilmes de farinhas e pectina dos resíduos de laranja, maracujá e melancia, e encontraram resultados próximos ao deste estudo, sem rugosidade, com aparência brilhante, eficiente maleabilidade, aroma frutal e coloração amarelada.

No modelo matemático em 3D, pode ser observado a topografia da área superficial em ambos os materiais. Ainda na Figura 1, pranchas (B e D) é possível observar a homogeneidade na interação intermolecular dos compostos que formam os diferentes grupos químicos em ambos os filmes comercial e biodegradável. Na prancha (B) o filme de PVC apresenta uma área plana se imperfeições, e já na prancha (D) são observadas cristais que tornam a área superficial do filme levemente ondulada. O uso de artifícios matemáticos empregados nas modelagens em imagens microscópicas apresentou neste estudo, bons resultados podendo ser empregados em outros estudos em conjunto para análise exploratória e na avaliação da topografia de biofilmes simples e compostos (incorporados ou em blends), bem como compará-los com o filme convencional de PVC.

Na Figura 2, estão apresentadas micrografias por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da área superficial em ambas as faces do biofilme de *C. lanatus*.

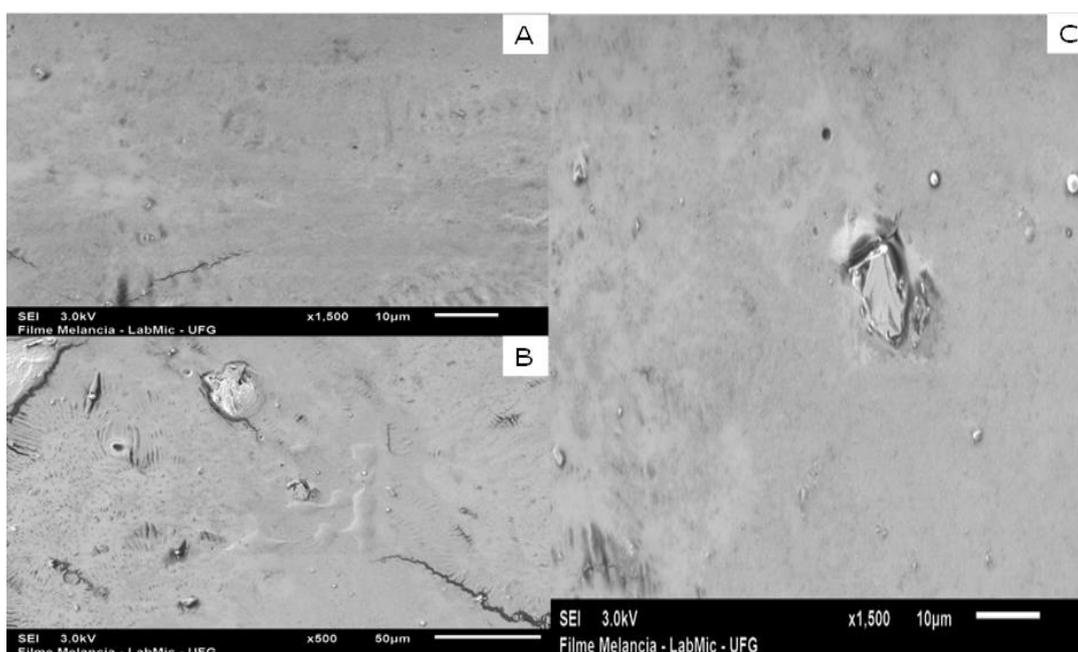


Figura 2. Eletromicrografias por varredura da área superficial em ambas as faces do biofilme de melancia (*C. lanatus*). Em (A) 10 µm, (B) 50 µm e (C) 10 µm. Fonte: Autores.

A análise por MEV do biofilme apresentou área superficial sem rachaduras Figura 2, prancha (A). Isso se deve as duas camadas de solução filmogênica utilizada para a confecção do biofilme, e também pela influência do glicerol como meio plastificante. O biofilme apresentou bons resultados de plasticidade. Esta característica está diretamente influenciada na troca de vapores entre o meio interno e externo, por exemplo, em uma embalagem, apresentando função que garanta maior vida de prateleira de um produto durante o armazenamento.

De acordo com Mali et al. (2010) [24], a ausência de rachaduras ou cavidades no biofilme, o meio, o fluxo de gases e também o vapor que permeia através da difusão molecular, é compreendido pela abertura do espaço vazio entre os segmentos de cadeias dos polímeros. Isto é ocasionado pelas oscilações dos segmentos, consecutivamente pelo deslocamento do permeante dentro do espaço vazio. Estudos realizados com quitosana também apresentam bons resultados com área superficial homogênea e sem rachaduras, exceto quando se incorpora óleos essenciais que tornam a superfície irregular e muitas das vezes quebradiça como observado por Zhang et al. (2018) [9].

Em contra partida, a alta temperatura e o fluxo de ar forçado durante o processo de secagem, contrastou na microestrutura do biofilme de *C. lanatus*, que apresentaram formação de cristais e manchas de coloração escura como observado na Figura 2, pranchas (B e C). O uso de substâncias para incorporação em soluções filmogênicas demonstram causar deformidades nos biofilmes, como observados por Zhang et al. (2018) [9], e Marin et al. (2013) [25], que apresentaram em seus estudos deformidades e rugosidades nos filmes incorporados com óleos essenciais e aldeído fenólico (vanilina).

Na Figura 3, estão apresentados os espectros de absorção na região do infravermelho médio com transformada de Fourier (FT-IR), para o filme comercial convencional e do biofilme de *C. lanatus*.

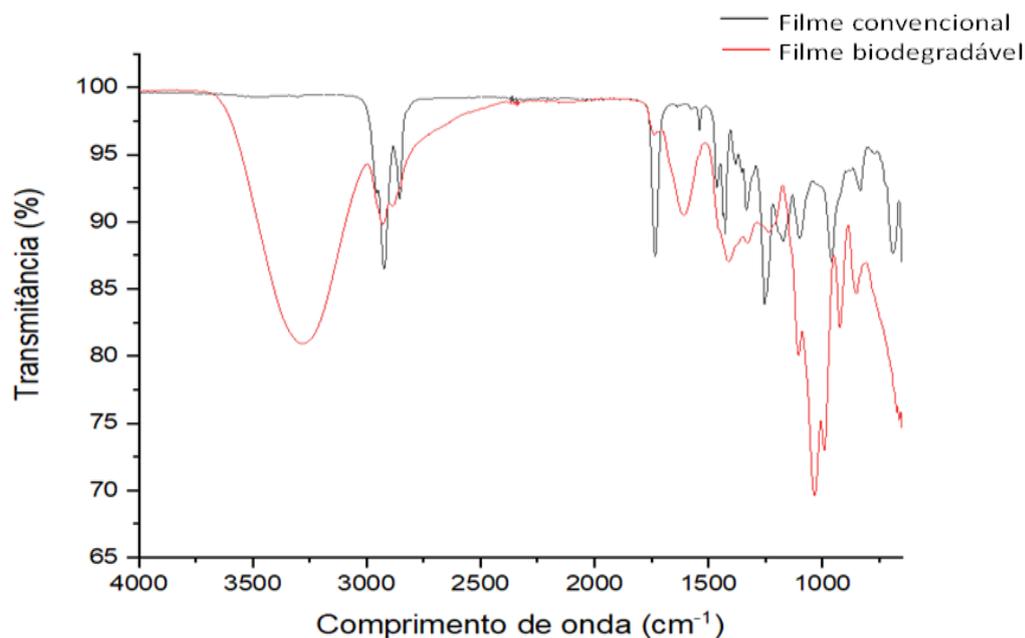


Figura 3. Espectros de absorção na região média do infravermelho entre 4000-650 cm^{-1} do filme convencional (PVC) e biofilme de *Citrullus lanatus*.

Os espectros por infravermelho em ambos os filmes de PVC e biodegradável foram comparados conforme Figura 3, para demonstrarem as diferenças entre os tipos de grupamentos químicos presentes em cada polímero. Em especial, o biofilme apresentou maior quantidade de grupos funcionais, quando comparado ao filme de PVC. Esta diferença está relacionada a matriz natural por apresentar maior quantidade de compostos químicos com diferentes grupos funcionais.

O biofilme apresentou uma banda vibracional longa em 3272 cm^{-1} pertencente ao grupo O-H, devido à higroscopicidade da matriz polimérica. Já Mei e Oliveira (2017) [26], observaram uma banda entre 3300-3500 cm^{-1} , referente à vibração axial característica do grupo O-H. Uma banda em 2931 cm^{-1} é atribuída à vibração do alongamento do grupamento funcional C-H. O mesmo foi observado por Zhang et al. (2018) [9], em biofilmes de quitosana incorporado com óleo essencial, que apresentaram uma banda em 2873 cm^{-1} .

Ainda na Figura 3, bandas no comprimento de ondas em 1595; 1412 e 1101 cm^{-1} podem corresponder às vibrações do estiramento do grupo C=O, vibrações de flexão dos grupos N-H, C-N, alongamento de N-H e ou vibrações do estiramento da banda C-O-C respectivamente. No comprimento de ondas em 1033 cm^{-1} corresponde ao alongamento vibracional do grupo C-O, e em 848 cm^{-1} apresenta uma banda

correspondente à vibração de flexão do grupo O-H. Resultados próximos ao deste estudo, foi observado por Jahed et al. (2017) [8], com biofilmes de quitosana incorporados a celulose, ligninocelulose e óleo essencial de *Ocimum vulgare*.

O filme convencional de PVC apresenta diferenças entre a estrutura e a matéria-prima polimérica advinda de produtos do petróleo. Na Figura 3, pode ser observada bandas em 2923 e 1463 cm^{-1} que são atribuídas a vibrações angulares do grupo H-C-H no plano, e aos estiramentos do grupo C-H alquilas. Em 2855 cm^{-1} apresenta banda correspondente com a deformação axial do grupo C-H de alcanos [27]. Uma banda é atribuída ao estiramento da carbonila em 1733 cm^{-1} . Souza et al. (2009) [28], avaliaram filmes plásticos e obtiveram essa banda característica do estiramento da carbonila em 1730 cm^{-1} . Uma banda em 1253 cm^{-1} corresponde a deformação do grupo C-H no plano do anel, e a banda em 692 cm^{-1} são atribuídas à vibração do grupo C-Cl. O filme plástico de PVC é considerado um polímero atático com tendência sindiotática [29].

6.4 Conclusão

O biofilme de *Citrullus lanatus* apresentou homogeneidade, fácil manipulação e desprendimento do suporte de secagem, apresentando importantes características físico-químicas, mecânicas, excepcionais atividades antioxidantes, bem como compostos fenólicos totais e estruturais promovidos pelo biopolímero. O biofilme apresentou coloração amarelada, não sendo boa opção para uso em geral como embalagem para alimentos. Entretanto, a sua aplicabilidade pode ser utilizada na produção de sacolas plásticas biodegradáveis e para revestimento em produtos alimentícios especiais como, salames e linguiças defumadas garantindo proteção contra choques mecânicos, baixa PVA, baixa solubilidade e alta integridade do biofilme garantindo a qualidade dos produtos, bem como, durante o manuseio e manipulação atendendo ao seu uso como embalagem biodegradável.

6.5 Agradecimentos

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, Campus Rio Verde; a Universidade Federal de Goiás; a Universidade Estadual Júlio de Mesquita Filho, Campus Araraquara; aos laboratórios de Química Tecnológica, Pós-Colheita, Produtos Naturais, Laboratório multiusuário de microscopia de alta resolução; a Central

Analítica Multiusuário; aos órgãos de fomento em pesquisa CNPq, CAPES, FINEP e FAPEG, esta última, pela bolsa de mestrado em Agroquímica para o primeiro autor.

6.6 Referências

[1]Rocha GO, Farias MG, Carvalho CWP, Ascheri JLR, Galdeano MC. Filmes compostos biodegradáveis a base de amido de mandioca e proteína de soja. *Polímeros*. 2014;24(5):587-595.

[2]Henriques CM, Cereda, MP, Sarmiento SBS. Características físicas de filmes biodegradáveis produzidos a partir de amidos modificados de mandioca. *Ciênc Tecnol Aliment*. 2008;8(1):231-40.

[3]Tang R, Du Y, Zheng H, Fan L. Preparation and characterization of soy protein isolate-carboxymethylated konjac glucomannan blend films. *J Appl Poly Sci*. 2003;88(5):1095-99.

[4]Oliveira JB, Grangeiro LC, Sobrinho JE, Moura MSB, Carvalho CAC. Rendimento e qualidade de frutos de melancias em diferentes épocas de plantio. *Rev Caatinga*. 2015;28(2):19-25.

[5]Souza CO, Silva LT, Druzian JI. Estudo comparativo da caracterização de filmes biodegradáveis de amido de mandioca contendo polpas de manga e de acerola. *Química Nova*. 2012;35(2):262-67.

[6]IAL – Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4ª Ed., 1ª Ed. Digital, 2008. 1020 p.

[7]Abdollahi M, Rezaei M, Farzi G. Improvement of active chitosan film properties with rosemary essential oil for food packaging. *Int J Food Sci Tech*. 2012;47:847-53.

[8]Jahed E, Khaledabad A, Bari MR, Almasi H. Effect of cellulose and lignocellulose nanofibers on the properties of *Origanum vulgare* ssp. *gracile* essential oil-loaded chitosan films. *React Func Poly*. 2017;117:70-80.

[9]Zhang Z-J, Li N, Li H-Z, Li X-J, Cao J-M, Zhang G-P, He D-L. Preparation and characterization of biocomposite chitosan film containing *Perilla frutescens* (L.) Britt. essential oil. Ind Crops Prodets. 2018;112:660-7, doi:10.1016/j.indcrp.2017.12.073.

[10]Menezes Filho ACP, Silva MA, Pereira AV, Oliveira Filho JG, Castro CFS. Parâmetros físico-químicos, tecnológicas, atividade antioxidante, conteúdo de fenólicos totais e carotenóides das farinhas dos frutos do jatobá-do-cerrado (*Hymenaea stigonocarpa* Mart. Ex Hayne). Multi-Science J. 2019;1(12):1-4.

[11]Martucci JF, Ruseckaite RA. Tensile properties, barrier properties, and biodegradation in soil of compression – moldel gelatine-dialdehyde starch films. J Appl Poly Sci. 2009;112: 2166-78, doi:10.1002/app.29695.

[12]Infante J, Selani MM, Toledo NMV, Silveira-Diniz MF, Alencar SM, Spoto MHF. Atividade antioxidante de resíduos agroindustriais de frutas tropicalis. Rev Ali & Nutri. 2013;24(1): 87-91.

[13]Menezes Filho ACP, Oliveira Filho JG, Christofoli M, Castro CFS. Atividade antioxidante e compostos bioativos em especies de um fragment de Cerrado Goiano tipo cerradão. Colloq Agrariae. 2019;15(1): 1-8, doi:10.5747/ca.2019.v15, n1.a264.

[14]Silva MCS, Lima PKD, Silveira MFA, Arthur V, Souza ARM. Avaliação das propriedades físico-químicas e mecânicas de filmes de fécula de mandioca incorporado com cafeína irradiada. Rev Desafios. 2019;6: 91-99, doi:10.20873/uft.2359365220196Especialp91.

[15]Cleirici MTPS, Kallmann C, Gaspi FOG, Morgano MA, Martínez-Bustos F, Chang YK. Physical, chemical and technological characteristics of *Solanum lycocarpum* A. St. – Hill (Solanaceae) fruit flour and starch. Food Res Int. 2011;44: 2143-50, doi:10.1016/j.foores.2011.01.060

[16]Costa DMA, Santos AF, Silva ED, Silva IA. Desenvolvimento e Caracterização de filmes à base de amido de feijão macáçar (*Vigna unguiculata* (L.) Wap). *Holos*. 2017;7:2-16, doi:10.15628/holos.2017.6318

[17]Dantas EA, Costa SS, Cruz LS, Bramont WB, Costa AS, Padilha FF, Druzian JI, Machado BAS. Caracterização e avaliação das Propriedades antioxidantes de filmes biodegradáveis incorporados com polpas de frutas tropicalis. *Ci Rural*. 2015;45(1):142-8, doi:10.1590/0103-8478cr20131458

[18]Carissimi M, Simone HF, Rech R. Effect of microalgae addition on active biodegradable starch film. *Algal Res*. 2018;32:201-9, doi:10.1016/j.algal.2018.04.001

[19]Britto TB, Carrajola JF, Gonçalves ECBA, Martelli-Tosi M, Ferreira MSL. Fruit and vegetable residues flours with different granulometry range as raw material for pectin-enriched biodegradable film preparation. *Food Res Int*. 2019;121:412-21, doi:10.1016/j.foodres.2019.03.058

[20]Santana MCCB, Machado BAS, Silva TN, Nunes IL, Druzian JI. Incorporção de urucum como aditivo antioxidante em embalagens biodegradáveis a base de quitosana. *Ci Rural*. 2013;43(3):544-50.

[21]Campagner MR, Moris VAS, Pitombo LM, Carmo JB, Paiva JMF. Filmes poliméricos baseados em amido e lignossulfonatos: preparação, Propriedades e avaliação da biodegradação. *Polímeros*. 2014;24(6):740-51, doi:10.1590/0104-1428.1700

[22]Kim S, Baek S-K, Song KB. Physical and antioxidant properties of alginate films prepared from *Sargassum fulvellum* with black chokeberry extract. *Food Pack S Life*. 2018;18:157-63, doi:10.1016/j.fpsl.2018.11.008

[23]Mir SA, Dar BN, Wani AA, Shah MA. Effect of plant extracts on the techno-functional properties of biodegradable packaging films. *Trends F Sci Tech*. 2018;80:141-54, doi:10.1016/j.tifs.2018.08.004

[24]Mali S, Grossmann MVE, Yamashita F. Filmes de amido: produção, Propriedades e potencial de utilização. *Semina: Cien Agrárias*. 2010;31(1):137-56.

[25]Marin L, Stoica I, Mare M, Dinu V, Simionescu BC, Barboiu M. Antifugal vanillin-imino-chitosan biodynamic films. *J Mat Chemistry*. 2013;1(27):3353-8, doi:10.1039/C3TB20558D

[26]Mei LH, Oliveira N. Caracterização de um compósito polimérico biodegradável utilizando poli (ϵ -caprolactona) e borra de café. *Polímeros*. 2017;27:99-109, doi:10.1590/0104-1428.2139

[27]Silverstein RM, Webster FX, Kiemle DJ. Identificação espectrofotométrica de compostos orgânicos. 2013. 7ª Ed., LTC, 490 p.

[28]Souza ML, Corio P, Temperini MLA, Temperini JA. Aplicação de espectroscopia Raman e infravermelho na identificação e quantificação de plastificantes em filmes comerciais de PVC esticável. *Química Nova*. 2009;32(6):1452-6.

[29]Gonzalez N, Mugica A, Fernandez-Berridi MJ. Application of high resolution thermogravimetry to the study of thermal stability of poly(vinyl chloride) resins. *Poly Degrad Stability*. 2006;91:629-33, doi:10.1016/j.polymdegradstab.2004.12.015

7. CAPÍTULO V

(Normas de acordo com a Revista Brazilian Journal of Food Technology)

Características Poliméricas de Biofilmes a Partir do Resíduo de Melancia E Incorporadas com Amido do Tubérculo de *Sinningia elatior*

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar as características de biofilmes produzidos a partir do resíduo de melancia com dupla camada e incorporados com amido do tubérculo de *Sinningia elatior*. Foram avaliadas as características físico-químicas, antioxidantes, mecânicas e microscópicas dos biofilmes. Os biofilmes do resíduo de melancia e incorporado com amido de *Sinningia elatior* apresentaram boa eficiência nos testes físico-químicos, mecânicos, bioativos e nas características estruturais.

Palavras-chave: filme biodegradável, *Citrullus lanatus*, *Sinningia elatior*

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the biofilms characteristics produced from double layer watermelon residue and incorporated with *Sinningia elatior* tuber starch. The physicochemical, antioxidant, mechanical and microscopic characteristics of biofilms were evaluated. The watermelon residue biofilms and incorporated with *Sinningia elatior* starch showed good efficiency in physicochemical, mechanical, bioactive and structural characteristics tests.

Keywords: biodegradable films, *Citrullus lanatus*, *Sinningia elatior*

7.1 Introdução

As primeiras embalagens eram produzidas basicamente de subprodutos do petróleo, apresentando longo tempo de decomposição. A biodegradação do polietileno importante produto utilizado na confecção de diversas embalagens é estimada em 200 anos, com isso, essas embalagens produzem volumosas quantidades de lixo que são hoje diariamente descartadas em aterros controlados ou lixões a céu aberto em todo o mundo gerando sérios problemas no gerenciamento de resíduos sólidos para os municípios (Sobral, 2000). Para conservação de alimentos, transporte de soluções, reagentes químicos, combustíveis dentre outros, é necessário diferentes formulações de embalagens destinadas aos mais variados produtos. Para isso, uma embalagem deve apresentar eficiência nas propriedades funcionais (Menezes Filho et al., 2019).

Com o agravamento dos problemas ambientais como, por exemplo, contaminação do solo e água, as embalagens sintéticas são ligadas diretamente a sérios problemas de poluição nos oceanos com acentuada perda da vida marinha que se alimentam dos fragmentos desses plásticos ocasionando a morte da fauna marinha (Araújo & Silva-Cavalcanti, 2016).

Com isso foi necessário desenvolver embalagens biodegradáveis que não produzam interferências ao meio biótico local. As primeiras embalagens (biofilmes) apresentam constituição polimérica à base de polissacarídeos, proteínas, fibras e óleos (Menezes Filho et al., 2019). De acordo com Monterrey-Quintero e Sobral (2000), embalagens naturais para alimentos são dependentes dos parâmetros custo e disponibilidade da matéria-prima para fabricação do biofilme, bem como de propriedades de alta importância para o seu uso, como resistência, flexibilidade, cor, opacidade, propriedades de barreira para gases como O₂, CO₂ e a água, e ainda, solubilidade, taxa de inchamento, pH, cinzas e umidade.

De acordo com Menezes Filho et al. (2019) e Rocha et al. (2014) os biofilmes de matrizes poliméricas, apresentam efetiva barreira aos gases (CO₂ e O₂), elasticidade e de tração sendo características importantes para uma embalagem que visa evitar choques mecânicos durante o transporte e armazenamento. Entretanto, essas matrizes poliméricas ainda apresentam alta permeabilidade ao vapor de água em função do seu caráter hidrofílico, limitando assim sua aplicação. Em contrapartida, o uso de substâncias plastificantes como o glicerol, durante o desenvolvimento do polímero potencializa as propriedades destes biomateriais garantindo baixa troca de vapor de

água, aumento da flexibilidade e a diminuição do efeito quebradiço que inviabiliza o uso da embalagem.

O Brasil é o quarto maior produtor e exportador de melancia do mundo, atrás somente da China, Turquia e Irã (Oliveira et al., 2015). A cultura é bem diversificada em todos os estados brasileiros, sendo atualmente cultivadas 48 variedades de melancia. Esta fruta pertence à família das cucurbitáceas, juntamente com as abóboras. Os frutos apresentam diversificadas formas, tamanhos e cores, tanto internamente quanto externamente e quantidades expressivas de proteínas (Menezes Filho et al., 2019; Da Silva et al., 2017).

Algumas plantas do domínio Cerrado também produzem importantes quantidades de amido que ainda são pouco estudados, como a espécie *Sinningia elatior* que pertencente à família Gesneriaceae, apresentando tubérculo rico em compostos amiláceos (Menezes Filho & Castro, 2019). Os biopolímeros são abundantes na natureza, com isso, torna-se importante utilizar os resíduos de frutas como a melancia, bem como utilizar e domesticar espécies vegetais da flora do Cerrado com aptidão na produção de compostos como o amido.

O estudo objetivou-se desenvolver e avaliar as características poliméricas de biofilmes a partir do resíduo agrícola de melancia *Citrullus lanatus* variedade *Crisom Sweet Extra* e incorporado com amido do tubérculo de *Sinningia elatior*.

7.2 Material e Métodos

O resíduo agrícola de melancia foi cedido por produtores rurais no Distrito da Lagoa do Bauzinho, município de Rio Verde, GO, Brasil. A entrecasca da melancia foi retirada com auxílio de uma faca inox. O material ficou sob imersão em solução de hipoclorito de sódio a 1% (v/v) por 15 minutos. Em seguida, foram lavados em água corrente. Logo após, o material foi processado em processador de alimentos com 500 mL de água destilada. O material processado foi filtrado em pano de nylon fino para retirada do excesso de água. Em seguida, a massa obtida, foi transferida para forma de polietileno de alta densidade – PEAD. A forma foi então levada para estufa com circulação de ar forçada a 60 °C por 36 horas. Após este período, a massa seca foi moída em moinho de facas tipo ciclone com peneira 32 mesh interna. O pó produzido foi então transferido para embalagem plástica para alimentos e mantida sob refrigeração a -8 °C até análises.

Os tubérculos de *S. elatior* foram lavados em água corrente com auxílio de uma escova de cerdas para a retirada do excesso de grânulos de terra e descascada em seguida. Os processos seguintes foram realizados conforme descrito anteriormente para farinha da entrecasca de melancia. A farinha de *S. elatior* foi gentilmente doada pelo laboratório de Química Tecnológica utilizada em experimentos anteriores.

O biofilme foi elaborado conforme proposto por Souza et al. (2012) com adaptações. Uma alíquota de 25 g de farinha da entrecasca de melancia foi acrescida com 100 mL de água destilada e em seguida aquecida a 50 °C por 1 hora. Logo após, a solução foi filtrada em pano nylon fino e o sobrenadante coletado. O sobrenadante foi homogeneizado em agitador magnético com temperatura de 60 °C, e foram acrescidos 1 mg de glicerol (m/v). Em placa de Petri de poliestireno, foi acrescida uma alíquota de 30 mL desta solução e em seguida, foi levada para a estufa sem circulação de ar forçada a 65 °C por 4 horas. Após esse tempo, uma segunda alíquota de 30 mL foi acrescida na placa formando uma segunda camada.

A segunda camada aumenta e melhora as características mecânicas do biofilme, bem como por se tratar de uma farinha rica em material proteico. O procedimento seguiu em estufa sem circulação de ar e com aquecimento a 65 °C por 24 horas. Após secagem, o biofilme foi retirado da placa de *Petri* de poliestireno e armazenado em dessecadora com sílica gel para manter a integridade, e em determinadas análises a umidade é um interferente negativo.

Para produção do biofilme incorporado, foi utilizado 5 g de amido do tubérculo de *S. elatior*. Em seguida acrescentou-se 50 mL do sobrenadante a base farinácea de melancia do biofilme dupla camada, e 50 mL de água destilada. A solução ficou sob aquecimento a 80 °C por 30 minutos sob agitação constante. Em seguida, a temperatura foi reduzida para 50 °C e foram acrescidos 2,5 g de glicerol (m/v). A solução ficou sob agitação constante por 5 minutos. Após esse período, a solução foi transferida para placa de *Petri* de poliestireno, e levada para estufa sem circulação de ar a 60 °C por 36 horas. Logo após, o biofilme foi retirado da placa e armazenado em dessecadora com sílica gel até análises.

A espessura dos biofilmes foi determinada conforme Rocha et al. (2014) adaptado. Para determinação da espessura, foi utilizado um micrômetro digital com sensibilidade de ($\pm 0,001$ mm). Cerca de 10 pontos aleatórios para cada biofilme foram avaliados.

O conteúdo de umidade e cinzas dos biofilmes foi avaliado conforme metodologia descrita por IAL (2008) adaptado. Para o teor de umidade (Tu%) foi pesado em cadinho 1 g de biofilme. Os cadinhos foram levados para estufa com circulação de ar forçada a 105 °C por 5 horas, em seguida foram resfriados em dessecadora com sílica gel e pesados. Para o teor de cinzas (Tcz%), após a determinação de umidade, os cadinhos foram levados para mufla a 550 °C por 4 h. Em seguida, resfriados e pesados conforme análise anterior. A diferença de peso entre as amostras foram determinadas.

A opacidade foi determinada através do espectrofotômetro UV-Vis conforme proposto por Rocha et al. (2014). Os biofilmes foram cortados e aderidos à parede externa de uma cubeta de quartzo de campo único. Como branco foi utilizada a mesma cubeta sem biofilme. O biofilme foi avaliado no comprimento de 500 nm, e a opacidade foi determinada conforme a equação: Abs_{500}/T , sendo Abs_{500} o resultado em absorvância em 500 nm e T a espessura média do filme em mm.

O teste de solubilidade foi realizado conforme descrito por Jahed et al. (2017). Os biofilmes foram cortados em formato quadrado com (1,5 cm²) e desidratados em estufa a 105 °C por 3 h. Em seguida, foram pesados e transferidos para béqueres contendo 50 mL de água ultra pura. Os béqueres foram agitados em mesa agitadora orbital sob lenta agitação (96 rpm) por 12 h. Após este tempo, as amostras foram removidas e desidratadas em estufa a 105 °C por 5 h. A solubilidade em água foi calculada em percentagem conforme equação: $\%MS = (P_i - P_f/P_i) \times 100$. Em que, %MS é a percentagem de material desidratado solubilizado; P_i peso inicial da massa e P_f peso final da massa do material não solubilizado.

A taxa de inchamento foi determinada conforme descrito por Zhang et al. (2018) adaptado. Uma amostra de biofilme com (2 x 2 cm), foi cortado e desidratado em estufa com circulação de ar forçada a 105 °C por 3 horas. Em seguida a amostra foi pesada (P_i). Logo após, foi imersa em 35 mL de água ultra pura por 30 min. Após este período, a amostra foi novamente pesada (P_f) e a taxa de inchamento calculada conforme equação: $\%TI = (P_f - P_i/P_i) \times 100$.

O pH foi avaliado conforme descrito por Menezes Filho et al. (2019) adaptado. E uma alíquota de 0,100 mg de biofilme foi diluído em 20 mL de água ultra pura, agitado em Vortex por 5 minutos, e deixado em descanso por 15 min. Após este período, foram realizadas as leituras em pHmetro digital. A avaliação da degradabilidade seguiu conforme Martucci & Ruseckaite (2009) modificado. O

experimento foi realizado em formas de polietileno de alta densidade – PEAD, contendo solo com a flora microbiana natural. A amostra de filme biodegradável foi cortada em 2 x 3 cm, seguido de secagem em estufa a 75 °C por 24 horas para remoção de umidade. Em seguida foi resfriado e tomado o peso inicial (Mi). A amostra foi colocada individualmente em envelope de polietileno e enterrada em profundidade de 6 cm no solo. A umidade relativa foi mantida em 40% e a temperatura de 25 °C. A amostra foi removida nos seguintes dias, 5, 9, 12 e 15º dia. Após este período, o filme foi limpo com pincel de cerdas finas e seco em estufa a 65 °C até peso constante (Mf). A biodegradabilidade (%Bio) foi calculada conforme equação: $\%Bio = (Mf - Mi/Mi) \times 100$.

A eficácia dos biofilmes na redução do radical 2,2-dipicril-hidrazil (DPPH) foi determinada conforme descrito por Jahed et al. (2017) adaptado. Uma amostra de 25 mg de biofilme foi dissolvido em 4 mL de água ultrapura. Em seguida, 2,8 mL da solução foi acrescida com 0,2 mL de uma solução metanólica de DPPH na concentração de 0,6 mM. A solução foi novamente agitada e deixada em descanso por 1 h. A leitura foi realizada em espectrofotômetro UV-Vis no comprimento de ondas em 517 nm. A porcentagem de inibição do radical livre DPPH foi determinada conforme equação: $\%redução = (Abscontrole - Absamostra/Abscontrole) \times 100$.

A atividade antioxidante pela redução do ferro (FRAP) foi realizada conforme descrito por Infante et al. (2013) adaptado. Inicialmente, foi preparado um extrato com 2 g de biofilme da entrecasca de melancia e do incorporado com amido de *S. elatior*. O material foi dissolvido separadamente em 20 mL de uma solução hidroetanólica (80:20) (v/v). A solução foi agitada em mesa agitadora orbital a 170 rpm por 10 min. e em seguida centrifugado a 2500 rpm por 20 minutos. O líquido sobrenadante foi recolhido e utilizado para a análise. Alíquotas de 100 µL da amostra foi acrescida com 3 mL do reagente de FRAP e aquecidas a 37 °C em banho-maria com agitação por 30 min. A leitura foi realizada em espectrofotômetro UV-Vis no comprimento de ondas em 595 nm. Os resultados foram expressos em µM Fe²⁺/g MS.

Os compostos fenólicos totais foram determinados conforme descrito por Menezes Filho et al. (2019) e Menezes Filho et al. (2019). Partindo da solução de extrato realizado para o teste de FRAP, uma alíquota de 0,5 mL foi acrescida com 8 mL de água ultra pura e 0,5 mL da solução de Folin-Ciocalteu na proporção (1:9). Em seguida foi acrescida uma solução aquosa de carbonato de sódio 7,5% (m/m). A reação ocorreu por 1 h. e em seguida, foi realizada leitura em espectrofotômetro UV-Vis no

comprimento de ondas em 720 nm. Como branco, foi utilizada água ultrapura. Uma curva padrão foi realizada, para a determinação do cálculo do conteúdo de compostos de fenólicos totais, sendo expressos em mg equivalente ao ácido gálico EAG 100 g⁻¹.

A permeabilidade ao vapor de água foi determinada conforme descrito por Menezes Filho et al (2019) adaptado. O biofilme com diâmetro de (35 mm) foi fixado em uma célula de vidro, contendo água ultra pura. A célula foi acondicionada em dessecador contendo sílica gel (nova) e o sistema foi mantido na temperatura de 25 °C. A pesagem da célula foi realizada em intervalos de 24 h. após o início e o término se deu após 10 dias. Os resultados em massa da célula de permeação foram anotados em função do tempo (s), e uma reta obtida através da regressão linear foi determinada, encontrando assim o coeficiente angular. Em seguida, calculou-se a taxa de permeabilidade ao vapor de água (TVA) onde: $TVA = g/T$. Em que A, sendo g/t o coeficiente angular da reta e A é a área de permeação (m²). A PVA foi calculada conforme equação: $PVA = (TVA \cdot x)/\Delta P$. Sendo x é a espessura média dos filmes (mm) e ΔP é a diferença de pressão de vapor do ambiente (dessecadora) (0 kPa 25 °C) e água ultra pura (3,17 kPa 25 °C).

A cor foi realizada em colorímetro digital no sistema HunterLab (L*, a*, b*), conforme descrito por Rocha et al. (2014). O Chroma (C*) foi avaliado conforme equação, $C^* = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2}$ e para Hue-Angle (h°) conforme equação, $Arctang = \tan^{-1}(b^*/a^*)$, sendo avaliado conforme descrito por Menezes Filho et al. (2019). Foram realizados micrografias por microscopia óptica de alta resolução (MOAR), na área superficial dos filmes convencional (PVC), biodegradável de dupla camada e biodegradável incorporado empregando microscópio óptico com câmera digital acoplada, conforme proposto por Menezes Filho et al. (2019). A análise da área superficial com maior resolução dos detalhes dos biofilmes foi avaliada utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV). As amostras com diâmetros (1 x 1 cm) foram revestidas com fina camada de alumínio em sistema a vácuo na sua área superficial. A análise estatística consistiu na determinação dos resultados médios em triplicatas seguidos de (\pm) desvio padrão aplicados em todos os experimentos. Teste de Student. O software utilizado para os dados estatísticos foi o ASSISTAT (versão livre 7.7, 2011) e para a modelagem matemática em 3D ImageJ (versão 1.8.0_112, 2019).

7.3 Resultados e Discussão

Abaixo na Figura 1, estão apresentados os resultados obtidos da avaliação das características poliméricas dos biofilmes dupla camada e incorporado com amido de *S. elatior*.

Tabela 1: Parâmetros morfológicos, físico-químicos, antioxidantes, fenólicos totais dos biofilmes de melancia.

Parâmetros	Biofilme dupla camada	Biofilme incorporado
Espessura	0,1469 ± 0,001 ^b	0,1695 ± 0,001 ^a
Umidade	7,94 ± 0,05 ^b	9,84 ± 1,00 ^a
Cinzas	0,045 ± 0,00 ^b	0,827 ± 0,07 ^a
Opacidade	3,089	1,147
Solubilidade em água	91,83 ± 2,78 ^a	79,47 ± 3,24 ^b
Taxa de inchamento	111,86 ± 1,43 ^b	209,15 ± 6,37 ^a
pH	6,25 ± 0,03 ^b	7,14 ± 0,01 ^a
Biodegradabilidade	5/10 dias ^b	6/14 dias ^a
	13,87% ± 0,56	17,68% ± 0,27
	29,13% ± 0,17	33,75% ± 0,37
DPPH	74,28 ± 0,11 ^b	81,89 ± 0,03 ^a
FRAP	126,68 ± 0,33 ^b	155,49 ± 0,85 ^a
Fenólicos totais	3,61 ± 0,24 ^b	15,20 ± 0,33 ^a
Vapor de água	0,280 ± 0,00 ^b	0,526 ± 0,01 ^a

Milímetros (mm), teor de umidade (Tu%), teor de cinzas (Tcz%), solubilidade em água (%AS), permeabilidade ao vapor de água (PVA), taxa de inchamento (%TI), biodegradabilidade (%Bio/dia/%Tu), % de redução do radical DPPH, FRAP $\mu\text{M G Fe}^{2+}$, fenólicos totais expressos em mg de ácido gálico por 100 g⁻¹ matéria seca (mg EAG 100 g⁻¹), (PVA) g mm h⁻¹ m⁻² kPa. Análise estatística avaliada por teste de Student a ($p \leq 0,05$). Fonte: Pesquisa.

Os biofilmes apresentaram espessuras médias de 0,1469 e 0,1695 mm para dupla camada e incorporado, respectivamente. A uniformidade das amostras de biofilmes resulta positivamente nas propriedades mecânicas e de barreira de vapor e umidade (Menezes Filho et al., 2019). Embalagens biodegradáveis que apresentam espessura variada compromete o desempenho das funções do biofilme (Silva et al., 2019). Silva et al. (2019), obtiveram maiores espessuras em biofilmes a partir da fécula de mandioca incorporados com cafeína irradiada, e apresentaram média entre 0,1783-0,2034 mm. Zhang et al. (2018) avaliaram diferentes tratamentos de biofilmes com média de espessura de 0,030 mm. Já Lucena et al. (2017) obtiveram biofilmes à base de xilana e xilana/gelatina com espessura de 0,14; 0,15 e 0,21 mm.

O conteúdo de umidade foi de 7,94 e 9,84% e para cinzas de 0,045 e 0,827% para os biofilmes dupla camada e incorporado com amido de *S. elatior*, respectivamente. Menezes Filho et al. (2019) encontraram para um formulado de melancia teores de umidade e cinzas iguais a 8,45% e 0,056% respectivamente. Costa et al. (2017) avaliaram biofilmes de amido de feijão macassar e obtiveram teores de umidade entre 14,45 a 26,50%. Já no estudo realizado por Dantas et al. (2015), os pesquisadores avaliaram diferentes formulações de filmes biodegradáveis incorporados com polpas de frutas e encontraram umidade entre 10,93 a 19,69%.

Os formulados biodegradáveis deste estudo apresentaram baixa taxa de umidade, quando comparados aos outros estudos. A umidade é um dos parâmetros físico-químicos de maior importância, visto que, soluções filmogênicas com alta probabilidade de adquirir umidade ocasiona a desestabilização da matriz polimérica. Já para os teores de minerais quantificáveis em cinzas demonstra serem soluções ricas ou não de minerais, havendo necessidade de se combinar minerais que proporcione melhor adesão na matriz polimérica.

Os biofilmes de dupla camada e incorporado com amido apresentaram resultados de 3,089 e 1,147 respectivamente, para opacidade. Menezes Filho et al. (2019) obtiveram um biofilme de dupla camada de melancia com opacidade de 3,057. Carissimi et al. (2018) encontraram para diferentes composições de biofilmes incorporados com extratos de microalgas resultados de 1,13 a 9,47. Quanto maior o valor, maior será a sua opacidade. De acordo com Lucena et al. (2017), a opacidade é um dos principais parâmetros das propriedades ópticas para o acondicionamento de um produto, visto que. Embalagens com elevado brilho e transparência apresentam boa eficiência e aparência para o setor de marketing.

O teste de solubilidade em água apresentaram resultados de 91,83 e de 79,47% para dupla camada e incorporado com amido de *S. elatior*, respectivamente. A matriz polimérica do biofilme de dupla camada apresentou alto índice de solubilidade, não sendo uma boa opção para produtos com teor de umidade acima de 50%. Já para o incorporado, o baixo índice de solubilidade apresentou ser ótima opção para produtos com elevada umidade. A solubilidade de embalagens biodegradáveis é uma importante propriedade para aplicação principalmente em películas, pois em certas aplicações, a matriz polimérica exige a insolubilidade em água, aumentando a integridade do produto (Kayserilioğlu et al., 2003).

Estudo desenvolvido por Brito et al. (2019), os pesquisadores encontraram para biofilmes a partir dos resíduos de frutas e legumes, e de pectina, resultados entre 49,00 a 96,00% de solubilidade em água. Lucena et al. (2017) encontraram para biofilmes de xilana e xilana com gelatina incorporada, solubilidade entre 52,52 a 97,37%.

O biofilme de dupla camada demonstrou baixa taxa de inchamento de 111,86% e maior taxa para o polímero incorporado com amido de *S. elatior* com 209,15%. Menezes Filho et al. (2019) encontraram taxa de inchamento de 114,37 próxima ao deste estudo. Já Zhang et al. (2018) encontraram para diferentes tratamentos de biofilmes à base de quitosana com adição de óleo essencial, inchamento entre 361,424 a 492,095%. A taxa de inchamento é proporcional com a quantidade de água absorvida pela matriz polimérica. Biofilmes acrescidos com cloreto de cálcio e amido possui maior tendência a absorver água (Menezes Filho et al., 2019), o que pode ser observado para o biofilme incorporado neste estudo.

Os biofilmes apresentaram pHs de 6,25 e 7,14 para dupla camada e incorporado, respectivamente. Menezes Filho et al (2019) obtiveram para biofilme de melancia adicionado com ClCa_2 1,5% pH igual a 6,1. Já no estudo proposto por Brito et al. (2019) em que os pesquisadores avaliaram biofilmes de resíduos de frutas, legumes e de pectina, obtiveram pHs entre 4,0 a 4,22 mais ácidos que os encontrados neste estudo.

Os biofilmes de dupla camada e incorporado apresentaram completa biodegradabilidade com 10 e 14 dias respectivamente, comprovando a viabilidade no uso como embalagens biodegradáveis. Lucena et al. (2017) avaliaram biofilmes de xilana e xilana incorporada com gelatina e obtiveram completa biodegradabilidade com 15 dias. Campagner et al. (2014), encontraram para biofilmes à base de amido e lignossilfonatos, lenta biodegradabilidade entre 5 a 8 semanas. Já Martucci & Ruseckaite (2009) observaram difícil análise no 14º dia avançada deterioração do biofilme.

A atividade antioxidante foi avaliada para a redução do radical livre DPPH e para FRAP, os biofilmes apresentaram resultados com importante eficiência na redução destes compostos com 74,28 e 81,89% e 126,68 e 155,49 $\mu\text{M g Fe}^{2+}$ MS, para dupla camada e incorporado respectivamente, (Tabela 1). Menezes Filho et al. (2019) obtiveram porcentagem de redução de DPPH igual a 75,55% e FRAP de 121,60 $\mu\text{M g Fe}^{2+}$ em uma solução filmogênica do resíduo de melancia. Kim et al. (2018) avaliaram diferentes formulados de biofilmes de *S. fulvellum* incorporados com extrato de *A. melanocarpa*, e encontraram redução do radicalar DPPH entre 2,93 a 32,96%. Os teores

de compostos fenólicos totais foram de 3,61 e 15,20 mg EAG 100 g⁻¹, para dupla camada e incorporado, respectivamente.

O teste de vapor de água foi de 0,280 e 0,526 g mm h⁻¹ m⁻² kPa para os biofilmes dupla camada e incorporado com amido. Menezes Filho et al. (2019) obtiveram PVA de 0,225 g mm h⁻¹ m⁻² kPa para o biofilme do resíduo de melancia. Já Silva et al. (2019) encontraram para biofilmes de fécula de mandioca com cafeína irradiada PVA entre 0,3934-0,4638 g mm h⁻¹ m⁻² kPa.

Observam-se na Tabela 2, os resultados dos parâmetros colorimétricos do filme plástico convencional e dos biofilmes de melancia e incorporado.

Tabela 2. Parâmetros colorimétricos do filme plástico (PVC), e dos biofilmes de dupla camada e do incorporado com amido de *Sinningia elatior*.

Parâmetros	Filme (PVC)	Biofilme dupla camada	Biofilme incorporado
L*	98,14 ± 0,01	29,44 ± 0,40	81,21 ± 0,01
a*	-1,85 ± 0,02	2,29 ± 0,01	-0,02 ± 0,01
b*	-4,13 ± 0,01	13,37 ± 0,00	2,27 ± 0,01
C*	4,52 ± 0,01	13,57 ± 0,01	2,27 ± 0,01
h°	245,87 ± 0,20	80,30 ± 0,08	90,63 ± 0,23

Médias em triplica seguida de (±) desvio padrão. L* luminosidade ou brilho, a* cromaticidade verde a vermelha, b* cromaticidade azul a amarelo, C* croma e h° ângulo de tonalidade. Fonte: Pesquisa.

A análise colorimétrica de um biofilme é fator importante na aceitação tanto para uso comestível quanto para embalagens (Menezes Filho et al., 2019). A taxa de brilho L* de 29,44 para o biofilme de dupla camada, e L* de 81,21 para o filme incorporado. O biofilme incorporado apresentou taxa de brilho próxima ao do filme convencional com L* de 98,14. Silva et al. (2019) obtiveram L* de 46,78 a 59,65 para biofilmes formulados à base de fécula de mandioca e incorporado com cafeína irradiada.

O croma a* foi de 2,29 e de -0,02 para dupla camada e incorporado. O biofilme dupla camada tendeu a cor vermelha, enquanto o incorporado para cor verde. Silva et al. (2019) obtiveram biofilmes com croma a* entre -0,75 a -0,86 tendendo ao verde, para formulados de fécula de mandioca e incorporado com cafeína irradiada.

O croma b* foi de 13,37 e 2,27 para dupla camada e incorporado respectivamente. Em ambas as formulações os filmes tenderam para a tonalidade amarela, e quando comparados ao filme (PVC) com b* de -4,13 que tende para o azul. O Chroma C* foi de 13,57 e 2,27 para dupla camada e incorporado respectivamente, e

de 4,52 para o filme (PVC). Já para o Hue foi de h° igual a 80,30 e 90,63 para dupla camada e incorporado, e de 245,87 para o filme (PVC).

Na Figura 1 estão apresentadas micrografias do filme convencional e dos biofilmes de melancia de dupla camada e do incorporado com amido de *Sinningia elatior*, com respectivas modelagens matemática da área superficial em 3D.

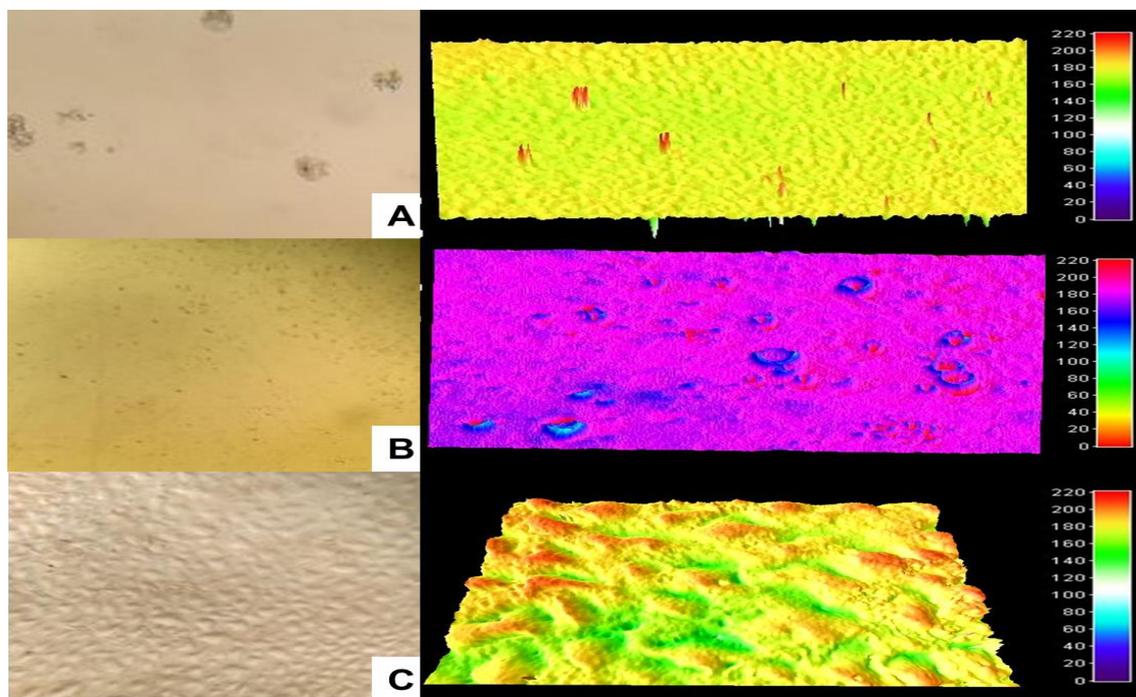


Figura 1. Micrografias ópticas do filme (PVC) em (A), em (B) biofilme dupla e biofilme incorporado em (C), com respectivas modelagens matemática em 3D da topografia da área superficial. Micrografias aumentos de 60 μm (A), 100 μm (B) e 150 μm . Imagens em 3D aumento 200 μm (A, B e C) respectivamente. A fonte colorimétrica avalia a altura e relevo de cada amostra, partindo do vermelho maior altura para azul escuro maior profundidade. Fonte: Pesquisa.

Na Figura 1 (A) observa-se uma homogeneidade da área superficial com algumas e esparsas deformações no filme (PVC), na respectiva modelagem em 3D observa-se a homogeneidade do produto e as respectivas imperfeições de produção. Em (B) micrografia do biofilme dupla camada com vários cristais possivelmente de proteínas do material farináceo, na imagem em 3D observa-se esses cristais em toda a área superficial. Já em (C) o biofilme incorporado com amido de *S. elatior*, pode ser observado na micrografia homogeneidade e um relevo superficial levemente ondulado, na imagem em 3D é possível observar em outro ângulo (levemente horizontal) o relevo ondulado da solução filmogênica.

O modelo matemático em 3D demonstrou ser uma ótima ferramenta para o estudo do relevo da área superficial da topografia dos diversos materiais que compõem o filme sintético dos biofilmes de matrizes poliméricas simples e incorporada. O mesmo foi observado no estudo proposto por Menezes Filho et al. (2019) que avaliaram através das micrografias, imagens através do modelo matemático em 3D da área superficial do filme sintético e natural. Já Brito et al. (2019) avaliaram formulações filmogênicas de farinhas e pectina a partir dos resíduos da laranja, do maracujá e de melancia, e encontraram resultados próximos ao deste estudo, sem rugosidade, com aparência brilhante, boa maleabilidade, com cheiro frutal e coloração amarelada.

Na Figura 2, estão apresentadas eletromicrografias por varredura da área superficial dos biofilmes de dupla camada e incorporado com amido de *S. elatior*.

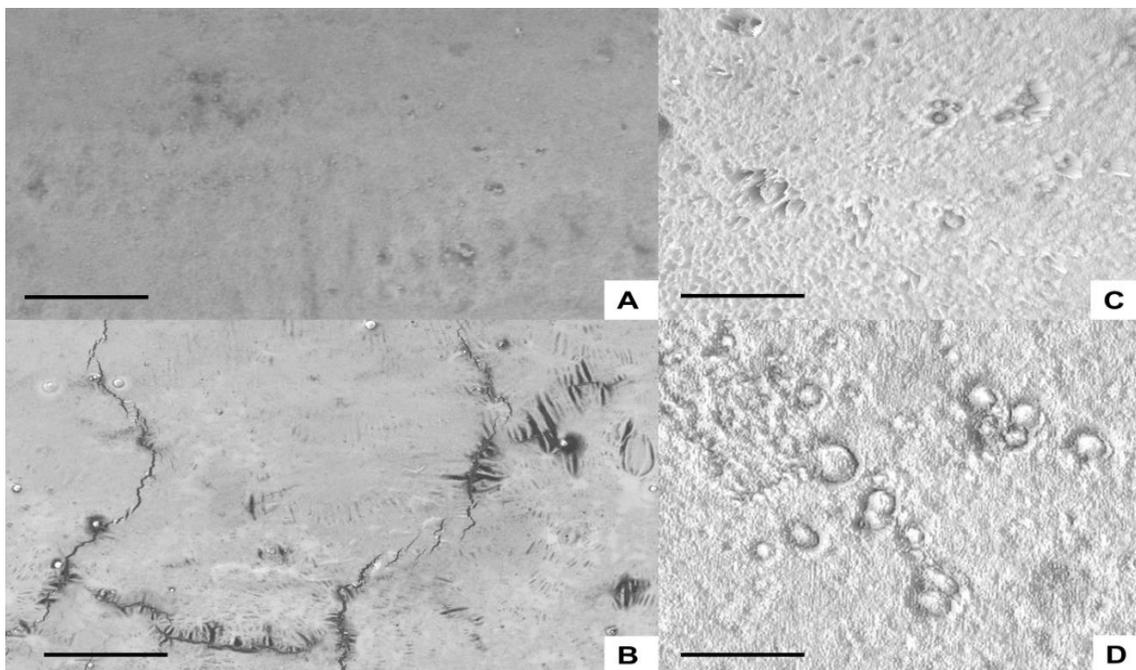


Figura 2. Eletromicrografias de varredura da área superficial do biofilme dupla camada em (A e C), e biofilme incorporado em (B e D). Barras com aumentos em (A) 10 μm , em (B) 50 μm , em (C) 10 μm e (D) 65 μm . (3.0 kV). Fonte: Pesquisa.

As eletromicrografias do biofilme dupla camada apresentaram área superficial plana e sem rachaduras conforme observado na Figura 2 prancha (A e C). Já para o biofilme incorporado apresentaram manchas escuras e pequenas rachaduras superficiais. Grânulos de amido se destacaram na área superficial tornando o filme levemente ondulado Figura 2 prancha (B e D). Os biofilmes apresentaram bons resultados de plasticidade, com adição do glicerol e com o amido de *S. elatior*. A plasticidade é uma importante característica que influencia diretamente nas trocas de vapores de água e de

gás entre o meio interno e externo da embalagem, com isso, garante aumento no tempo de vida de prateleira do produto (Menezes Filho et al., 2019). Lucena et al. (2017) obtiveram pouca rugosidade e pequenas partículas de xilana na área superficial dos biofilmes avaliados.

De acordo com Menezes Filho et al. (2019) e Mali et al. (2010), a ausência de rachaduras rasas ou profundas e ou cavidades no biofilme, podem ser ocasionadas pelo fluxo de gases ou vapor que permeia, ou mesmo pela má agregação dos compostos em cadeia que foram a matriz polimérica ou mesmo incorporações com glicerol, diversas naturezas do amido, óleo essencial, aquecimento, dentre outras. Alguns estudos realizados com quitosana também apresentaram bons resultados para homogeneidade e na área superficial sem a presença de fissuras. Entretanto, quando os biofilmes são incorporados com óleos essenciais conforme estudo desenvolvido por Zhang et al. (2018) os pesquisadores obtiveram biofilmes com área superficial irregular e baixa maleabilidade (quebradiço). Já Marin et al. (2013) apresentaram em estudo deformidades e rugosidades nos biofilmes incorporados com vanilina.

7.4 Conclusão

Os biofilmes avaliados neste estudo, para dupla camada e incorporado com amido apresentaram importantes resultados, possibilitando a inclusão de dois novos produtos à base de resíduo farináceo de melancia e da incorporação do amido a partir do tubérculo de *Sinningia elatior*, para serem aplicados como embalagens biodegradáveis. Dessa forma, pode-se concluir que ambos os biofilmes apresentam eficiências equiparáveis e superiores as demais embalagens biodegradáveis comparadas neste estudo.

7.5 Agradecimentos

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, Campus Rio Verde; a Universidade Federal de Goiás; ao Professor Doutor Chautems; aos Laboratórios de Sementes e Pós-Colheita, Microscopia Óptica de Alta Resolução, Produtos Naturais, Bioensaios e Biomoléculas, Química Tecnológica, Herbário do IF Goiano e de Microscopia Eletrônica e de Varredura de Alta Resolução; aos órgãos de

fomento em pesquisa, CAPES, CNPq, FINEP e FAPEG, esta última pela bolsa de mestrado em Agroquímica para o primeiro autor Antonio.

7.6 Referências

Sobral, P.J.do.A. (2000). Influência da Espessura de biofilms feitos à base de proteínas miofibrilares sobre suas propriedades funcionais. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, 35(6), 1251-1259.

Menezes Filho, A.C.P.de., Souza, J.C.P.de. & Castro, C.F.de.S. (2019). Avaliação das características poliméricos do biofilme do resíduo de melancias. *Scientia Plena*, 15(8), 1-11.

Araújo, M.C.B. & Silva-Cavalcanti, J.S. (2016). Dieta indigesta: milhares de animais marinhos estão consumindo plástico. *Revista Meio Ambiente e Sustentabilidade*, 10(5), 74-81.

Monterrey-Quintero, E.S. & Sobral, P.S.do.A. (2000). Preparo e Caracterização de proteínas miofibrilares de tilapia-do-nilo para elaboração de biofilms. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, 35(1), 179-189.

Rocha, G.O., Farias, M.G., Carvalho, C.W.P.de., Ascheri, J.L.R. & Galdeano, M.C. (2014). Filmes compostos biodegradáveis a base de amido de mandioca e proteína de soja. *Polímeros*. doi:10.1590/0104-1428.1355

Oliveira, J.B.de., Grangeiro, L.C., Sobrinho, J.E., Moura, M.S.B.de. & Carvalho, C.A.C. (2015). Rendimento e qualidade de frutos de melancias em diferentes época de plantio. *Revista Caatinga*, 28(2), 19-25.

Da Silva, E.S., Carmo, I.L.G.da., Neto, J.L.L.M., De Medeiros, R.D., De Menezes, P.H.S. & Rodriguez, C.A. (2017). Características agronômicas de cultivares de melancias nas condições do Cerrado de Roraima, Brasil. *Scientia Agropecuária*, 8(3), 193-201.

- Menezes Filho, A.C.P.de. & Castro, C.F.de.S. (2019). Análise morfológica foliar por diafanização, morfométrica dos órgãos vegetativos, Composição fitoquímica dos extratos etanólicos e atividade Hemolítica em *Sinningia elatior* (Kunth) Chautems (Gesneriaceae). *Multi-Science Journal*, 2(2).
- Souza, C.O., Silva L.T. & Druzian JI. (2012). Estudo comparativo da Caracterização de filmes biodegradáveis de amido de mandioca contendo polpas de manga e de acerola. *Quim Nova*, 35(2), 262-267.
- IAL – Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4ª Ed., 1ª Ed. Digital, 2008. pp. 1020.
- Jahed, E., Khaledabad, A., Bari, M.R. & Almasi, H. (2017). Effect of cellulose and lignocellulose nanofibers on the properties of *Origanum vulgare* ssp. *gracile* essential oil-loaded chitosan films. *Reactive and Functional Polymers*, 117, 70-80.
- Zhang, Z-J., Li, N., Li, H-Z., Li, X-J., Cao, J-M., Zhang, G-P. & He, D-L. (2018). Preparation and characterization of biocomposite chitosan film containing *Perilla frutescens* (L.) Britt. essential oil. *Industrial Crops and Products*, 112, 660-667.
- Martucci, J.F. & Ruseckaite, R.A. (2009). Tensile properties, barrier properties, and biodegradation in soil of compression – model gelatine-dialdehyde starch films. *Journal of Applied Polymer Science*, 112(4), 2166-2178.
- Infante, J., Selani, M.M., Toledo, N.M.V.de., Silveira-Diniz, M.F., Alencar, S.M.de. & Spoto, M.H.F. (2013). Atividade antioxidante de resíduos agroindustriais de frutas tropicalis. *Revista Alimentos e Nutrição*, 24(1), 87-91.
- Menezes Filho, A.C.P.de., Oliveira Filho, J.G., Christofoli, M. & Castro, C.F.de.S. (2019). Atividade antioxidante e compostos bioativos em espécies de um fragmento de Cerrado Goiano tipo cerradão. *Colloquium Agrariae*, 15(1), 1-8.

- Menezes Filho, A.C.P.de., Silva, M.A.da., Pereira, A.V., Oliveira Filho, J.G.de. & Castro, C.F.de.S. (2019). Parâmetros físico-químicos, tecnológicas, atividade antioxidante, conteúdo de fenólicos totais e carotenóides das farinhas dos frutos do jatobá-do-cerrado (*Hymenaea stigonocarpa* Mart. ex Hayne). *Multi-Science Journal*, 1(12), 1-4.
- Silva, M.C.S., Lima, P.K.D.de., Silveira, M.F.A., Arthur, V. & Souza, A.R.M.de. (2019). Avaliação das propriedades físico-químicas e mecânicas de filmes de fécula de mandioca incorporados com cafeína irradiada. *Revista Desafios*, 6, 91-9.
- Lucena, C.A.A.de., Costa, S.C.da., Eleamen, G.R.de.A., Mendonça, E.A.de.M. & Oliveira EE. (2017). Desenvolvimento de biofilmes à base de xilana e xilana/gelatine para produção de embalagens biodegradáveis. *Polímeros*, 27, 35-41.
- Costa, D.M.A., Santos, A.F., Silva, E.D. & Silva, I.A. (2017). Desenvolvimento e Caracterização de filmes à base de amido de feijão macáçar (*Vigna unguiculata* (L.) Wap). *Holos*, 7, 2-16.
- Dantas, E.A., Costa, S.S., Cruz, L.S., Bramont, W.B., Costa, A.S., Padilha, F.F., Druzian, J.I. & Machado, B.A.S. (2015). Caracterização e avaliação das propriedades antioxidantes de filmes biodegradáveis incorporados com polpas de frutas tropicalis. *Ciência Rural*, 45(1), 142-8.
- Carissimi, M., Simone, H.F. & Rech, R. (2018). Effect of microalgae addition on active biodegradable starch film. *Algal Research*, 32, 201-209.
- Kayserilioğlu, B.Ş., Bakir, U., Yilmaz, L. & Akkaş, N. (2003). Use of xylan, an agricultural by-product, in wheat gluten based biodegradable films: mechanical, solubility and water vapor transfer rate properties. *Bioresource Technology*, 87(3), 239-246.

- Brito, T.B., Carrajola, J.F., Gonçalves, E.C.B.A., Martelli-Tosi, M. & Ferreira, M.S.L. (2019). Fruit and vegetable residues flours with different granulometry range as raw material for pectin-enriched biodegradable film preparation. *Food Research International*, 121, 412-421.
- Campagner, M.R., Moris, V.A.da.S., Pitombo, L.M., Carmo, J.B.do. & Paiva, J.M.F.de. (2014). Filmes poliméricos baseados em amido e lignossulfonatos: Preparação, propriedades e avaliação da biodegradação. *Polímeros*, 24(6), 740-751.
- Kim, S., Baek, S-K. & Song, K.B. (2018). Physical and antioxidant properties of alginate films prepared from *Sargassum fulvellum* with black chokeberry extract. *Food Packaging and Shelf Life*, 18, 157-163.
- Mali, S., Grossmann, M.V.E. & Yamashita, F. (2010). Filmes de amido: produção, propriedades e potencial de utilização. *Semina: Ciência Agrária*, 31(1), 137-156.
- Marin, L., Stoica, I., Mares, M., Dinu, V., Simionescu, B.C., Barboiu, M. (2013). Antifungal vanillin-imino-chitosan biodynameric films. *Journal of Materials Chemistry B*, 1(27), 3353-3358.