



Revista Agrária Acadêmica

[Agrarian Academic Journal](#)

Volume 3 – Número 1 – Jan/Fev (2020)



doi: 10.32406/v3n12020/44-55/agrariacad

Produção, rendimento e caracterização físico-química de pectina a partir da entrecasca de melancia (*Citrullus lanatus*): otimização por experimento Box-Behnken. Pectin production, yield and physicochemical characterization from the watermelon inner skin (*Citrullus lanatus*): Box-Behnken experimental optimization

[Antonio Carlos Pereira de Menezes Filho](#)^{ID^{1*}}, [Wendel Cruvinel de Sousa](#)^{ID²}, [Jaqueline Lemos Silva](#)^{ID³}, [Tais Bastos Nascimento](#)^{ID⁴}, [Guilherme Freitas de Lima Hercos](#)^{ID⁵}, [João Carlos Perbone de Souza](#)^{ID⁶}, [Carlos Frederico de Souza Castro](#)^{ID⁷}

^{1*} Mestre em Agroquímica pelo Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, Campus Rio Verde, Rod. Sul-Goiana, Km 01, Zona Rural, Rio Verde – GO, CEP: 75901-970. E-mail: astronomoamadorgoias@gmail.com

² Mestre em Agroquímica pelo Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, Campus Rio Verde, Rod. Sul-Goiana, Km 01, Zona Rural, Rio Verde – GO, CEP: 75901-970.

³ Graduanda em Biologia pela Universidade Estadual de Goiás, Campus Iporá, Rua Serra dos Den, Boa Vista, Iporá – GO, CEP: 76200-000.

⁴ Graduada em Biologia pela Universidade Estadual de Goiás, Campus Iporá, Rua Serra dos Den, Boa Vista, Iporá – GO, CEP: 76200-000.

⁵ Graduando em Química pelo Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, Campus Rio Verde, Rod. Sul-Goiana, Km 01, Zona Rural, Rio Verde – GO, CEP: 75901-970.

⁶ Professor Adjunto pelo Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, Campus Rio Verde, Rod. Sul-Goiana, Km 01, Zona Rural, Rio Verde – GO, CEP: 75901-970.

⁷ Professor Adjunto pelo Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, Campus Rio Verde, Rod. Sul-Goiana, Km 01, Zona Rural, Rio Verde – GO, CEP: 75901-970.

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-se de baixa esterificação, alto teor de ácidos galacturônicos e alta pureza.

Palavras-chave: Grau de esterificação. 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. Extraction of pectin 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 content of galacturonic acids and high purity.

Keywords: Esterification degree. Galacturonic acid. Agricultural waste.

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 um 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 melancieira 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 (B₁ e B₆) 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 em 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 minibactérias, 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, onde 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 produção, 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.

Materiais 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 M 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 (M L^{-1})	Tempo (min.)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)
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 por 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, $\text{Pureza \%} = 100 - \text{teor de proteínas}$.

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 anidrogalacturônicos 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).

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*.

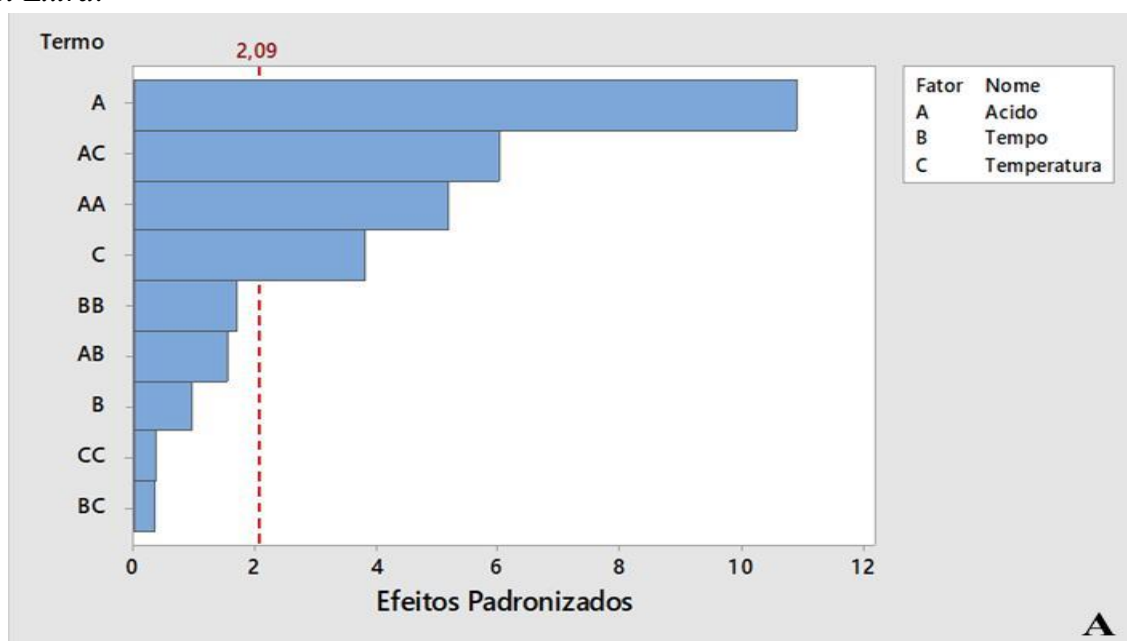


Figura 1. Diagrama de Pareto dos efeitos padronizados. A resposta é rendimento com efeitos de valores acima da linha tracejada (2,09) ($P = 0,05$) foram significativos. Linear (L) (ácido, tempo e temperatura), Quadrático (Q) (ácido*ácido, tempo*tempo e temperatura*temperatura), e interação com dois fatores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

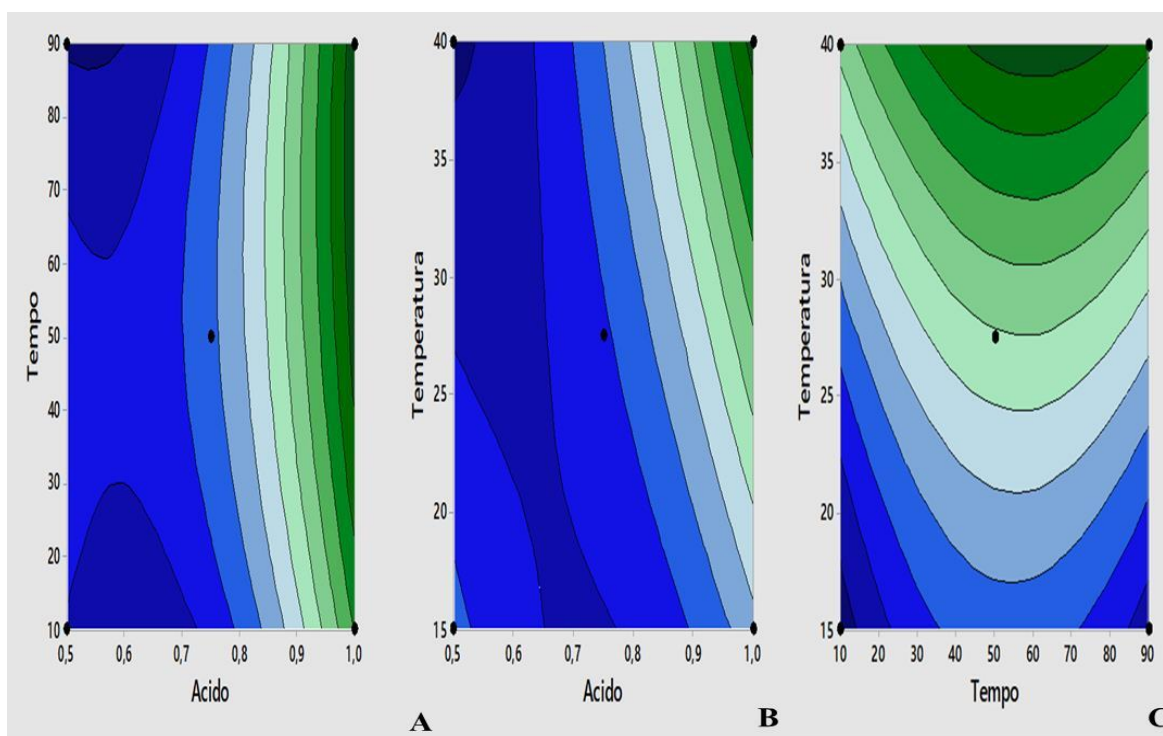


Figura 2. Gráficos de contornos dos rendimentos de extração de pectina de *Citrullus lanatus* var. *Crimson Sweet Extra*. Em (A) rendimento versus tempo; ácido. Em (B) rendimento versus temperatura; ácido e em (C) rendimento versus temperatura; tempo. Fonte: Autores.

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*.

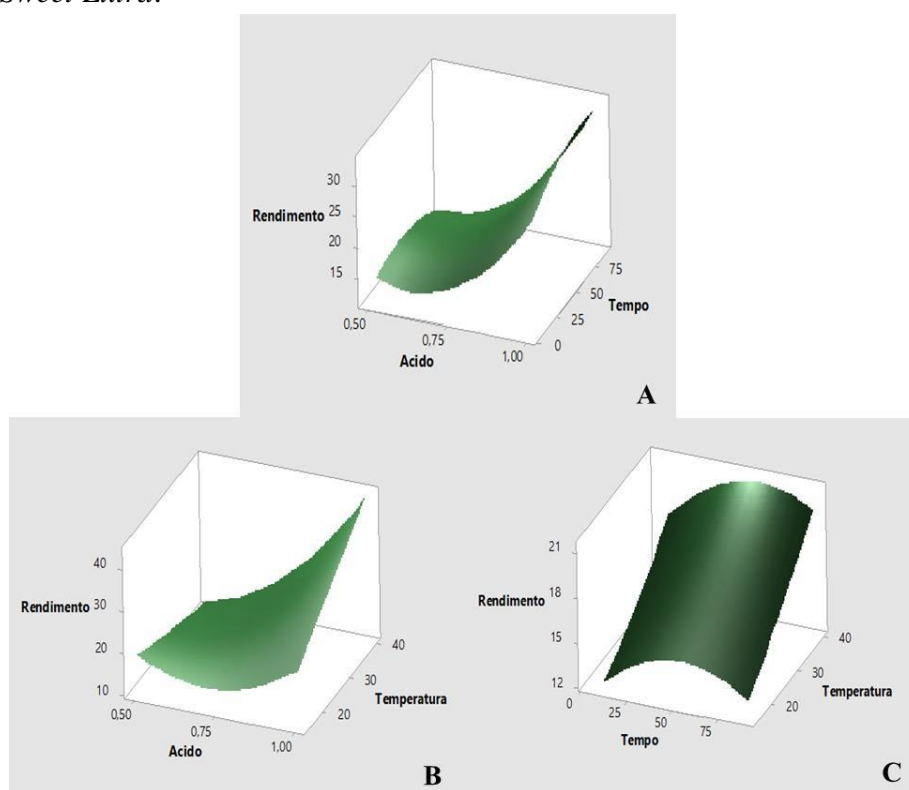


Figura 3. Superfícies de respostas dos rendimentos de pectina de *Citrullus lanatus* var. *Crimson Sweet Extra*. Em (A) ácido*tempo, em (B) ácido*temperatura e em (C) tempo*temperatura. Fonte: Autores.

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 pécico de *C. lanatus var. Crimson Sweet Extra*. O tempo pode ser um fator negativo como descrito por Kalapathy e Proctor (2001), onde favorece a degradação do polímero de pectina quando associado à alta concentração ácida. Siqueira et al. (2012) analisaram o rendimento de pectina do pequi, onde 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).

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

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, onde 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 $27,5^\circ\text{C}$. 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 M L⁻¹ e temperatura aproximadamente de 30 °C. Já os dois pontos na extrema direita apresentaram os melhores rendimentos com concentração ácida de 1,0 M L⁻¹ e temperatura de 40 °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 pécico, os dois pontos na extrema esquerda apresentam as temperaturas entre 15 a 40 °C a menor taxa de rendimento foi observada na temperatura 15 °C com resultado de rendimento de < 12,8% e o maior rendimento na temperatura de 40 °C com taxa superior a > 20,8% de rendimento pécico. As variáveis temperatura e concentração ácida estão interligadas por sinergismo, sendo estas duas variáveis as promotoras de rendimento pécico. A temperatura e a concentração ácida influenciam na maleabilidade da estrutura vegetal onde estão os açúcares possibilitando que estes sejam liberados na solução.

Na Figura 3 em (A, B e C) estão apresentadas as áreas 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 onde 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 °C apresentou percentagem de rendimento de 44,3%. A 2ª solução indica as mesmas concentrações 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 uma 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 onde obtiveram rendimento pectico entre 14,89 a 55,86%. Munhoz et al. (2010) avaliaram a pectina das farinhas de polpa e da polpa com casca de goiaba, onde 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 onde 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 onde 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 a 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.

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 utilizadas como fibra dietética solúvel na forma de sucos, pois não afetam a viscosidade do mesmo.

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.

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 almidon 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 extration 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 ant 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. (gabioba). **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 extration 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.

Recebido em 18 de novembro de 2019

Aceito em 3 de fevereiro de 2020