

Otimização da extração de gelatina obtida de coprodutos de tilápia (*Oreochromis niloticus*)

Optimization of the extraction of gelatin obtained from co-products of tilapia (*Oreochromis niloticus*)

RESUMO

A aquicultura brasileira gradualmente vem se especializando na criação e na exploração da tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*) devido às condições de boa adaptação da espécie em diferentes ambientes. Durante o ciclo de produção ocorre uma heterogeneidade no crescimento dos peixes, e esta incoerência com o peso comercial acarreta descartes gerando resíduos que se somam aos coprodutos da filetagem resultando em mais da metade do peso dos animais. Um destes resíduos é a pele de tilápia, que possui alta qualidade nutricional e é uma fonte de obtenção de gelatina, produto comercialmente interessante. Para otimização da gelatina, realizou-se o tratamentos das peles de tilápia para as extrações e avaliações físico-químicas. Por meio do Método Cúbico Especial e planejamento simplex-centroide, elaboraram-se permutações entre quatro reagentes nas devidas concentrações: Butanol (15%), Ácido Acético (0,8%), Ácido Clorídrico (0,8%) e Peróxido de Hidrogênio (35%). A umidade foi verificada abaixo de 9,6% e o valor de cinzas oscilou entre 1,84 a 3,95%. Não houve diferença significativa no percentual de proteína entre os tratamentos, e o emprego do butanol conseguiu reduzir a quantidade de lipídeos totais da gelatina em até 0,4%. Os parâmetros L^* e b^* variaram respectivamente de 67,41 a 86 e de 18,47 a 28,9, apresentando-se assim translúcido e tendendo ao amarelo. A extração idealizada pelo software foi reproduzida (23,81% de butanol e 76,19% de ácido clorídrico), resultando em uma porcentagem de lipídios coerente com o modelo (0,367%) e a força de gel (Bloom) verificada da gelatina foi de 353g.

PALAVRAS CHAVES: Otimização. Extração. Gelatina. Tilápia. Coprodutos.

ABSTRACT

Brazilian aquaculture has gradually been specializing in the creation and exploitation of Nile tilapia (*Oreochromis niloticus*) due to the conditions of good adaptation of the species in different environments. During the production cycle there is a heterogeneity in fish growth, and this inconsistency with commercial weight leads to discards generating residues that add up to the co-products of filleting, resulting in more than half the animals weight. One of these residues is tilapia skin, which has high nutritional quality and is a source of commercially interesting gelatin. To optimize the gelatin, the treatments of tilapia skins were carried out for extractions and physical-chemical evaluations. By means of the Special Cubic Method and simplex-centroid planning, permutations were performed among four reagents in the appropriate concentrations: Butanol (15%), Acetic Acid (0.8%), Hydrochloric Acid (0.8%) and Hydrogen Peroxide (35%). The moisture was verified below 9.6% and the ash value ranged from 1.84 to 3.95%. There was no significant difference in the percentage of protein between treatments and the use of butanol was able to reduce the total lipid content of gelatin until 0.4%. The parameters L^* and b^* ranged from 67.41 to 86 and from 18.47 to 28.9, thus being translucent and tending to yellow. The extraction idealized by the software was reproduced (23.81% butanol and 76.19% hydrochloric acid), resulting in a lipid percentage consistent with the model (0.367%) and the gel strength (Bloom) verified from gelatin was of 353g.

KEYWORDS: Optimization. Extraction. Gelatin. Tilapia. Co-products.

Wigor Pereira de Oliveira

wigoroliveira@utfpr.edu.br

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campo Mourão, Paraná, Brasil.

Leila Larisa Medeiros Marques

leilamarques@utfpr.edu.br

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campo Mourão, Paraná, Brasil.

Recebido: 03 set 2018.

Aprovado: 04 out 2018.

Direito autorial:

Este resumo expandido está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição-NãoComercial 4.0 Internacional.



1 INTRODUÇÃO

A tilápia (*Oreochromis niloticus*) é uma espécie que vem protagonizando a produção aquícola brasileira. Sua criação destaca-se pelo domínio das técnicas reprodutivas, pela capacidade de aclimação aos diferentes ambientes de criação, e pela aceitação de sua carne pelo mercado consumidor (ARAÚJO, 2009).

Durante o processamento da carne, a técnica de filetagem gera de 60 a 70% do peso bruto do peixe em resíduos orgânicos de alta qualidade nutricional, como peles e escamas, que são utilizadas para a obtenção de diferentes subprodutos, como exemplo o colágeno e a gelatina. Essas alternativas para tais coprodutos podem ser vistas como novos empreendimentos para os produtores, além de amenizar os efeitos prejudiciais ao meio ambiente (VIDOTTI; GONÇALVES, 2006; CHEN et al., 2015).

O processo produtivo de obtenção da gelatina consiste de três etapas: tratamento da matéria-prima, extração da gelatina e purificação/secagem (KARIM & BHAT, 2008). O colágeno quando submetido à reação de hidrólise, encadeia a produção da gelatina. A obtenção pode ser através da hidrólise por aquecimento do colágeno ou da hidrólise em meio ácido ou alcalino (WARDS; COURTS, 1977).

O presente trabalho teve por objetivo otimizar a gelatina proveniente de peles de tilápia do Nilo em função do menor teor lipídico possível, tendo como variável a composição das soluções utilizadas nos tratamentos das peles pré-extração.

2 MÉTODOS

2.1 MATÉRIA-PRIMA

As peles de tilápia foram fornecidas gratuitamente pelo Pesqueiro Belini, localizado no município de Peabiru, Paraná. As peles foram transportadas até o laboratório da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Câmpus Campo Mourão, onde foram congeladas imediatamente, a fim de manter sua qualidade.

2.2 ELABORAÇÃO DAS GELATINAS

Tabela 1 - Tratamentos para otimização da gelatina extraída de pele de Tilápia.

Tratamentos	C ₄ H ₉ OH	H ₂ O ₂	CH ₃ COOH	HCl
1	1,00	0,00	0,00	0,00
2	0,00	1,00	0,00	0,00
3	0,00	0,00	1,00	0,00
4	0,00	0,00	0,00	1,00
5	0,50	0,50	0,00	0,00
6	0,50	0,00	0,50	0,00
7	0,50	0,00	0,00	0,50
8	0,00	0,50	0,50	0,00
9	0,00	0,50	0,00	0,50
10	0,00	0,00	0,50	0,50
11	0,33	0,33	0,33	0,00
12	0,33	0,33	0,00	0,33
13	0,33	0,00	0,33	0,33
14	0,00	0,33	0,33	0,33
15	0,25	0,25	0,25	0,25
15-1	0,25	0,25	0,25	0,25
15-2	0,25	0,25	0,25	0,25

Fonte: Autoria própria (2018)

A Tabela 1 demonstra as proporções dos reagentes que foram distribuídos no tratamento prévio das peles para a elaboração das gelatinas. Os reagentes utilizados foram peróxido de hidrogênio 35% (H₂O₂), butanol 15% (C₄H₉OH), ácido clorídrico (HCl) e ácido acético (CH₃COOH) 0,8%.

Para cada tratamento da Tabela 1, pesaram-se 250g de pele com escamas e em seguida, as peles foram submersas em 500 mL de suas respectivas misturas de reagentes por um período de 6 horas. Após este intervalo, as peles foram separadas em peneira de aço inox e lavadas em água corrente. Para as extrações, 340 mL de água foram adicionados em béqueres de 1L contendo as porções de peles tratadas e então seguiram para banho termostático com agitação por mais 6 horas, sob uma temperatura de 65°C. Ao final das etapas de extração, os sobrenadantes foram filtrados para separação dos sólidos, recolhidos em recipientes plásticos identificados de acordo com a composição do tratamento empregado, cobertos com plástico filme e levados para geladeira para o processo de gelatinização. Após 12 horas, as gelatinas foram cortadas e colocadas em formas de silicone, e seguiram para secagem em estufa com circulação de ar a 65 °C por mais 24 horas. Ao fim deste período, as gelatinas secas foram trituradas e submetidas às análises físico-químicas.

2.3 COMPOSIÇÃO CENTESIMAL

As análises físico-químicas seguiram os Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos do Instituto Adolfo Lutz (2008). Para a umidade das gelatinas foi utilizado o método gravimétrico. Para as cinzas aproveitaram-se as amostras advindas da determinação de umidade e a incineração das amostras foi feita diretamente na mufla. Para a determinação de lipídeos usou-se o método de Soxhlet, utilizando-se hexano como solvente e para a determinação de proteínas usou-se o método de micro-Kjeldahl.

2.4 COR OBJETIVA

Para a análise colorimétrica das gelatinas, foi utilizado o colorímetro Mini Scan® (EZ HunterLAB).

2.5 MODELO E ANÁLISE ESTATÍSTICA

Foi utilizado o modelo cúbico especial e para a determinação das variáveis respostas foi utilizado o planejamento simplex-centroide ($2p - 1$) com quatro componentes e duas repetições no ponto central. Aplicou-se o Teste Tukey na análise estatística com intervalo de 95% de confiança ($p \leq 0,05$). Ambas as avaliações foram desenvolvidas no software Statistica 10.0 (NETO; BRUNS; SCARMINIO, 2010).

2.6 FORÇA DE GEL (*BLOOM*)

A medida da força de gel foi baseada na metodologia descrita por Bueno (2008), onde foram preparadas soluções a partir da gelatina seca a 6,67 (p/p) com água destilada, e mantidas em banho maria a 60°C por duas horas para completa dissolução. As amostras então seguiram para maturação a 10°C em câmara de resfriamento por 18 horas. Por fim, as amostras foram levadas para um texturômetro onde se procedeu a análise de força de gel.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados obtidos para a composição centesimal dos tratamentos realizados estão expressos na Tabela 2.

Amostras de gelatina com peso molecular médio inferior a 20.000Da não formam géis, independentemente da concentração utilizada (DARMODARAN; PARKIN; FENNEMA, 2010). Neste trabalho, o tratamento 1 não gelatinizou possivelmente em decorrência da grande quantidade de butanol utilizada, não sendo possível então realizar as análises de caracterização desta amostra.

Tabela 2 - Composição centesimal e cor das gelatinas obtidas por diferentes tratamentos das peles de Tilápia do Nilo

Tr.	Umidade (%)	Cinzas (%)	Lipídios (%)	Proteínas (%)	Cor (L*)	Cor (b*)
1	-	-	-	-	-	-
2	4,82 ^{cd} ±0,002	3,39 ^{ab} ±0,005	0,86 ^{bc} ±0,001	81,07 ^a ±0,091	69,503 ⁱ ±0,502	23,547 ^{cd} ±0,641
3	9,41 ^a ±0,004	3,95 ^a ±0,001	0,50 ^c ±0,001	79,4 ^a ±0,095	74,117 ^{de} ±0,891	28,710 ^a ±0,326
4	5,17 ^{cd} ±0,003	2,07 ^c ±0,003	2,68 ^a ±0,001	7476 ^a ±0,060	75,223 ^d ±0,455	28,903 ^a ±0,727
5	4,66 ^{cd} ±0,005	2,16 ^c ±0,001	0,80 ^{bc} ±0,001	8369 ^a ±0,061	75,513 ^d ±0,195	19,947 ^{gh} ±0,075
6	4,40 ^{cd} ±0,002	2,60 ^{bc} ±0,002	0,49 ^c ±0,001	76,96 ^a ±0,026	73,307 ^{ef} ±0,306	24,643 ^{bc} ±0,153
7	4,12 ^d ±0,003	3,67 ^a ±0,002	0,45 ^c ±0,002	80,10 ^a ±0,071	67,407 ⁱ ±0,379	27,907 ^a ±0,784
8	8,13 ^{ab} ±0,002	2,28 ^c ±0,005	2,38 ^a ±0,002	75,960 ^a ±0,045	86,033 ^a ±0,208	19,023 ^{hi} ±0,075
9	9,61 ^a ±0,003	2,39 ^c ±0,002	1,23 ^b ±0,001	89,79 ^a ±0,023	68,943 ⁱ ±0,820	24,140 ^{bcd} ±0,493
10	5,34 ^{cd} ±0,026	2,21 ^c ±0,002	1,35 ^b ±0,001	83,71 ^a ±0,024	70,000 ^{hi} ±0,303	20,127 ^{gh} ±1,028
11	6,85 ^{bc} ±0,002	1,84 ^c ±0,003	0,57 ^c ±0,001	73,53 ^a ±0,088	79,680 ^c ±0,113	20,490 ^{fg} ±0,078
12	8,06 ^{ab} ±0,008	3,85 ^a ±0,002	0,39 ^c ±0,002	86,970 ^a ±0,108	71,420 ^{gh} ±0,320	27,660 ^a ±0,082
13	4,84 ^{cd} ±0,008	2,50 ^{bc} ±0,001	0,53 ^c ±0,000	78,26 ^a ±0,032	71,020 ^h ±0,376	25,200 ^b ±0,082
14	6,15 ^{bcd} ±0,003	2,28 ^c ±0,005	2,78 ^a ±0,005	75,20 ^a ±0,010	84,257 ^b ±0,509	21,540 ^{ef} ±0,809
15-0	5,07 ^{cd} ±0,011	2,33 ^c ±0,001	1,24 ^b ±0,003	69,53 ^a ±0,070	80,620 ^c ±0,975	22,900 ^{de} ±0,202
15-1	6,76 ^{bc} ±0,009	3,76 ^a ±0,005	1,36 ^b ±0,004	76,84 ^a ±0,154	72,553 ^{fg} ±0,081	24,590 ^{bc} ±0,087
15-2	6,75 ^{bc} ±0,001	3,67 ^a ±0,002	1,24 ^b ±0,002	89,53 ^a ±0,057	70,377 ^{hi} ±0,115	18,470 ⁱ ±0,044

* Médias na mesma coluna, seguidas por letras distintas diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de significância de 5%. ** Todos os valores tabelados em decimais são referentes às porcentagens de cada análise.

Fonte: (Autoria própria, 2018).

3.1 UMIDADE

O percentual de umidade dos tratamentos 3 e 9 foram os mais altos e não tiveram diferenças entre si. O teor de umidade em gelatinas comerciais geralmente está entre 9 e 14% (COLE, 2014), portanto os tratamentos 3 e 9 possuem conteúdos aceitáveis para o produto, mesmo tendo sido aqueles do delineamento com os maiores teores de umidade. Logo, nenhuma das extrações está suscetível ao desenvolvimento de microrganismos, cujo crescimento depende diretamente da atividade de água (SANTIN, 1996).

3.2 CINZAS

As amostras diferem entre si em relação à determinação de cinzas, variando entre 1,84 e 3,95% conforme mostrado na tabela 2. O teor máximo de cinzas recomendado para gelatinas é de 2,6% (JONES, 1977) uma vez que os valores de cinzas podem indicar o conteúdo máximo de cálcio da amostra, que é importante em algumas aplicações da gelatina (CHO *et al.*, 2004). Foram verificados valores acima do previsto em alguns tratamentos, e estão relacionados com a quantidade de escama presente na pele no momento da extração (MARTINS *et al.*, 2015).

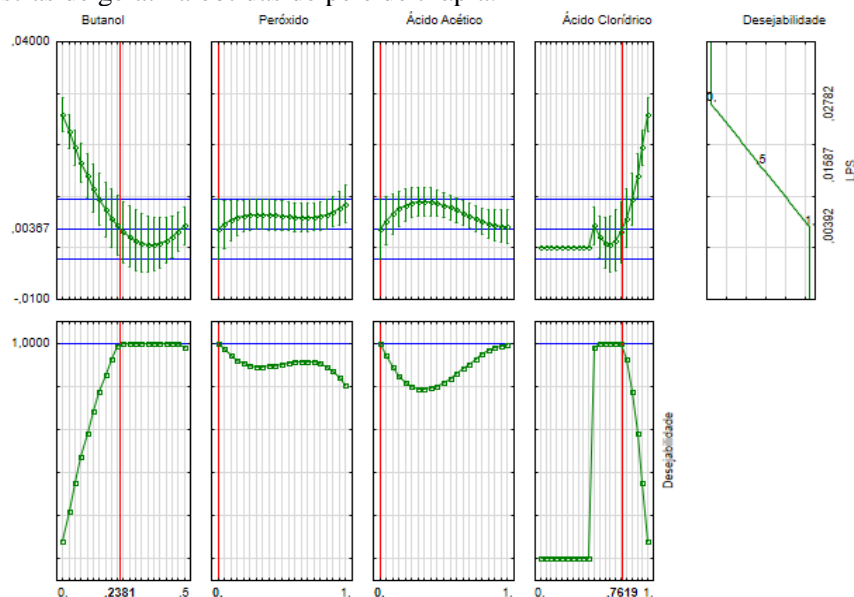
3.3 LIPÍDIOS

Quando as gelatinas são extraídas de peles de tilápia, as mesmas apresentam alto teor de lipídios em sua composição devido ao fato de que a matéria-prima conta com a presença significativa de ácidos graxos das séries η -3 e η -6 (MENEZES & LIRA, 2008). A redução do teor de lipídeos em gelatinas é vantajosa, pois melhora suas características estruturais, sensoriais e reduz a ocorrência de oxidação lipídica (WOLF, 2007). Uma vez que a matéria-prima é considerada com altos teores de gordura, procuram-se soluções para reduzir o conteúdo de lipídios da gelatina. Como previsto por Yan (2015), foi utilizado butanol para reduzir o conteúdo de lipídios das

gelatinas, sendo este o reagente protagonista das diferenças significativas verificadas nos tratamentos.

A partir das análises de lipídios o modelo matemático gerou um gráfico de desejabilidade, onde as linhas vermelhas representam a proporção entre os reagentes em uma mistura que resultaria em um menor teor lipídico da amostra, indicando a proporção de 23,81% de butanol e 76,19% de ácido clorídrico, retornando um teor lipídico mínimo de 0,367% (Figura 1).

Figura 1 – Gráficos de desejabilidade em função da quantidade de lipídeos de amostras de gelatina obtidas de pele de tília.



Fonte: (Autoria Própria, 2018)

3.4 PROTEÍNAS

Não houve diferença significativa nas porcentagens obtidas de proteína. Porém, notou-se um intervalo considerável entre 69% a 89%, principalmente nos pontos centroides, o que sugere uma não repetibilidade nos resultados, inviabilizando a análise em função da desejabilidade. O erro pode ter sido ocasionado pelo uso de diferentes soluções nas determinações, além da matéria-prima, que possui a porcentagem de conteúdos proteicos dependente de fatores como alimentação, qualidade da água e no manuseio pré-abate dos animais (OGAWA, 1999).

3.5 COR OBJETIVA

A utilização do peróxido de hidrogênio neste trabalho tinha a intenção de promover o clareamento da gelatina para proporcionar um aumento de sua aplicabilidade. Porém, não foi possível comprovar sua função, pois não se obteve uma relação linear entre o aumento de concentração do H_2O_2 com o aumento na luminosidade (L^*) e por mais que todas as amostras tenderam ao amarelo (b^*), praticamente todas se diferiram significativamente.

3.6 FORÇA DE GEL (BLOOM)

A força de gel da amostra otimizada resultou em 353g, classificado como alto Bloom. O bloom alto é vantajoso em aplicações que envolvem altos pontos de fusão e solidificação, sendo usado quantidades menores (BORDIGNON, 2010).

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A reprodução laboratorial da gelatina otimizada em função de lipídios, onde o uso do butanol é visualmente eficiente, foi coerente com o modelo estatístico, verificando-se alta força de gel. O peróxido de hidrogênio não influenciou na



composição centesimal, portanto sua aplicação ocorrerá após a extração da gelatina. Sugere-se uma metodologia de correção do valor de cinzas com a etapa de desmineralização das escamas de tilápia (MARTINS *et al.*, 2015).

5 REFERÊNCIAS

ARAÚJO, D. M. **Fontes de lipídeos poliinsaturados na nutrição e saúde da tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*)**. 80p. Tese (Doutorado em Zootecnia) - Faculdade de Medicina Veterinária e Zootecnia, Universidade Estadual Paulista, Botucatu - SP, 2009.

BORDIGNON, A. C. **Caracterização da pele e da gelatina extraída de peles congeladas e salgadas de tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*)**. 114 p. Dissertação de Mestrado (Programa de Pós-Graduação em Zootecnia). Centro de Ciências Agrárias, Universidade Estadual de Maringá, Maringá – PR, 2010.

BUENO, C. M. M. **Extração e caracterização de gelatina de pele de tilápia e aplicação como agente encapsulante de óleo de salmão em micropartículas obtidas por coacervação complexa**. 133 p. Dissertação (Mestrado em Alimentos e Nutrição) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP, 2008.

CHEN, J.; LI, L.; YI, R.; XU N.; GAO R.; HONG B. **Extraction and characterization of acid-soluble collagen from scales and skin of tilapia (*Oreochromis niloticus*)**. Elsevier: The Third Institute of Oceanography of the State Oceanic Administration, Xiamen 361005, China, 2015.

CHO, S. M.; KWAK, K. S.; PARK, D. C.; GU, Y. S.; JI, C. I.; JANG, D. H.; LEE, Y. B.; KIM, S. B. Processing optimization and functional properties of gelatin from shark (*Isurus oxyrinchus*) cartilage. **Food Hydrocolloids**, v. 18, p. 573-579, 2004.

COLE, C. G. B. **Gelatine Clarity**. Dr. Bernard Cole's Home Page. 2014. Disponível em: <<http://www.gelatin.co.za/Gelatine%20Clarity.pdf>> . Acessado em: 28 de Agosto de 2018.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4ª ed. São Paulo: IMESP, 2008.

JONES, N. R. **Uses of gelatin in edible products**. In: WARD, A. G.; COURTS, A. The science and technology of gelatin. London: Academic Press, p. 365-394, 1977.

KARIM, A. A.; BHAT, R. Fish gelatin: properties, challenges, and prospects as an alternative to mammalian gelatins. **Food Hydrocolloids**, v.23, n.3, p.563-576, 2008.

MARTINS, M. E. O.; CLAUDINO, R. L.; MORAIS, J. P. S.; CASSALES, A. R.; ALEXANDRE, L. C.; SOUZA, B. W. S. ; ALCÂNTARA, L. O.; SOUSA, J. R.; SOUZA FILHO, M. S. M. **Obtenção de Gelatina a partir de Escama de Tilápia (*Oreochromis niloticus*): Características Químicas e Físico-químicas**. Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária Embrapa Agroindústria Tropical Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Fortaleza, CE. 2015.

MENEZES, M. E. DA. S.; LIRA G. M. Composição centesimal, colesterol e perfil de ácidos graxos dos peixes tainha (*Mugil cephalus*) e camurim (*Centropomus undecimalis*) da Lagoa Mundaú-AL. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**. v. 67, p. 89-95. 2008.



NETO, B. B.; BRUNS, R. E.; SCARMINIO, I. S. **Pesquisa e desenvolvimento na Ciência e na Indústria: Como fazer experimentos**. 4 ed. Porto alegre: Bookman. 2010.

OGAWA, M. **Manual de pesca**. São Paulo: Livraria Varela, 1999.

SANTIN, A.P. **Estudo da secagem da inativação de leveduras (*Saccharomyces cerevisiae*)**. 151p. Dissertação de Mestrado (Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química). Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis - SC, 1996.

VIDOTTI, R. M.; GONÇALVES, G. S. **Produção e caracterização de silagem, farinha e óleo de tilápia e sua utilização na alimentação animal**. Instituto de Pesca - 2006. Disponível em: <<http://www.pesca.sp.gov.br>>. Acessado em: 29 de agosto de 2018.

WARDS, A. G.; COURTS, A. **The science and technology of gelatin**. 580 p. New York: Academic, 1977.

WOLF, K. L. **Propriedades físico-químicas e mecânicas de biofilmes elaborados a partir de fibra e pó de colágeno**. 101 p. Dissertação (mestrado) - Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas. Universidade Estadual Paulista, São José do Rio Preto – SP, 2007.

YAN, M; QIN, S; LI, J. Study on the self-assembly property of type I collagen prepared from tilapia (*Oreochromis niloticus*) skin by different extraction methods. **International Journal of Food Science and Technology**. v. 50, p. 2088–2096, 2015.