

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ALIMENTOS
ENGENHARIA DE ALIMENTOS

NATÁLIA VOLPE LOPES

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO
COLÁGENO EXTRAÍDO DO COPRODUTO DE TILÁPIA**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

Campo Mourão, 2018

NATÁLIA VOLPE LOPES

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO COLÁGENO EXTRAÍDO DO COPRODUTO DE TILÁPIA

Trabalho de conclusão de curso de graduação, apresentado ao Curso Superior de Engenharia de Alimentos do Departamento Acadêmico de Alimentos, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, Câmpus Campo Mourão, como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Alimentos.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Flávia Aparecida Reitz Cardoso
Co-orientadora: Prof^a. Dr^a. Leila Larisa Medeiros Marques

CAMPO MOURÃO, Junho 2018



TERMO DE APROVAÇÃO

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO COLÁGENO EXTRAÍDO DO
COPRODUTO DE TILÁPIA
POR
NATÁLIA VOLPE LOPES

Trabalho de Conclusão de Curso (TCC) apresentado em 15 de junho de 2018 às 9h00 como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Alimentos. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho APROVADO.

Prof^a. Dr^a. Flávia Aparecida Reitz Cardoso

Orientador

Prof^a. Dr^a. Adriana Aparecida Droval

Membro da banca

Prof^a. Dr^a. Renata Hernandez Barros Fuchs

Membro da banca

Nota: O documento original e assinado pela Banca Examinadora encontra-se na Coordenação do Curso de Engenharia de Alimentos da UTFPR Câmpus Campo Mourão.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus pela vida, por ter me dado luz e força para superar as dificuldades e vencer essa caminhada.

Aos meus pais, Solange e José, que sem vocês nada disso seria possível, pelo amor, incentivo e apoio incondicional. Por colocarem esse meu sonho em primeiro plano durante todos esses anos e acreditarem em mim, muito obrigada.

À minha irmã, Heloíse, por todo amor, apoio, carinho, mesmo longe é meu motivo de força e determinação, amo muito você.

Ao meu namorado, Allison, pelo carinho, apoio e amor em todos esses anos que me acompanhou na graduação. Sem você eu também não teria chegado até aqui.

À minha orientadora, Flávia Aparecida Reitz Cardoso, e minha co-orientadora, Leila Larissa Medeiros Marques, pela paciência, orientação e conselhos. À Beatriz Paschoalinotto, Tamires Vieira Barlati e Wigor Oliveira, por toda ajuda nas análises.

Agradeço também à minha banca, Adriana e Renata, por aceitarem meu convite e dedicarem um tempo para mim. Muito obrigada.

Às técnicas do laboratório, à Universidade Tecnológica Federal do Paraná, aos meus professores, muito obrigada pelo suporte e aprendizado que me guiaram até aqui.

Agradeço à família Cyclus Consultoria, empresa júnior, pelo aprendizado que tive durante esse tempo que pude fazer parte e pelas pessoas maravilhosas que tive a oportunidade de conhecer.

Aos amigos que conquistei durante essa caminhada, Thais, Gabrielly, Bianca, Juliana, Ricardo, Hemerson e outros que não conseguirei citar os nomes aqui, mas que carrego no coração, obrigada pela amizade, carinho, confiança, paciência e companheirismo. Os momentos que aqui passamos ficarão eternamente guardados.

O agradecimento especial vai para o melhor presente que Deus me deu nesses anos de faculdade, minhas amigas de turma, apartamento e vida, Taini e Isabella. Obrigada por cada momento compartilhado, vocês são pessoas maravilhosas que quero levar para a vida toda no coração. Amo vocês.

RESUMO

LOPES, N. V. **Avaliação das propriedades funcionais e estruturais do colágeno extraído do coproduto de tilápia**. 2018. 31 f. Trabalho de Conclusão de Curso – Departamento Acadêmico de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Campo Mourão, 2018.

A tilápia representa uma grande importância no setor da aquicultura, e é uma das espécies mais produzidas comercialmente. O colágeno é uma proteína fibrosa encontrada nos tecidos conjuntivos do corpo, que tem a função de contribuir com a resistência e elasticidade dos tecidos, na sua maior parte é obtido através de resíduos gerados, nos bovinos, suínos, peixes, entre outros. A obtenção do colágeno extraído do coproduto da tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*) indica uma alternativa na utilização da geração de resíduos da produção. O presente estudo foi realizado por pré-tratamento neutro com água, variando tempo e temperatura e foram avaliadas características como composição centesimal (umidade, cinzas e proteínas) e calorimetria exploratória diferencial (DSC). O colágeno obtido apresenta baixos teores de cinzas de 1,45 a 2,18%. Em relação ao teor de umidade, o mesmo apresenta teores de 9,56 a 11,67% e um alto teor de proteínas de 83,46 a 87,71%. Deste modo, foi possível concluir que a extração do colágeno do coproduto de tilápia é uma alternativa viável para obtenção deste produto.

Palavras-chave: Colágeno; Tilápia; Extração; Coproduto.

ABSTRACT

LOPES, N. V. **Evaluation of the functional and structural properties of the extracted collagen of co-product of tilápia.** 2018. 31 f. Work of Conclusion of Course - Academic Food Department, Federal Technological University of the Paraná. Campo Mourão, 2018.

The tilápia represents a great importance in the sector of the aquaculture, and is one of the species more produced commercially. The collagen is a found fibrous protein in conjunctive fabrics of the body, that has the function to contribute with the resistance and elasticity of fabrics, in its bigger part is gotten through generated residues, in the bovines, swines, fish, among others. The attainment of the extracted collagen of co-product of the tilápia of the Nile (*Oreochromis niloticus*) indicates an alternative in the use of the generation of residues of the production. The present study it was carried through by neutral daily pay-treatment with water, having varied time and temperature and had been evaluated characteristic as centesimal composition (humidity, leached ashes and proteins) and distinguishing exploratory calorimetry (DSC). The gotten collagen presents basses 1,45 leached ashes texts 2.18%. In relation to the humidity text, the same it presents texts of 9,56 11.67% and one high protein text of 83,46 87.71%. In this way, it was possible to conclude that the extration of the collagen of co-product of tilápia is a viable alternative for attainment of this product.

Keywords: Collagen; Tilápia; Extraction; co-product.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Valores dos fatores tempo e temperatura da extração de colágeno para cada ensaio	199
Tabela 2. Valores reais das variáveis e seus respectivos níveis codificados	199
Tabela 3. Resultados da composição centesimal da extração de colágeno a partir do coproduto da tilápia.	233
Tabela 4. Temperaturas de desnaturação das amostras de colágeno	255

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Tilápia do Nilo (<i>Oreochromis niloticus</i>)	144
Figura 2. Esquema e estrutura do Colágeno Tipo I	177
Figura 3. Curvas de DSC.....	255

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	10
2. OBJETIVOS	13
2.1. OBJETIVO GERAL	13
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	13
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
3.1. TILÁPIA DO NILO (<i>Oreochromis niloticus</i>)	14
3.2. PISCICULTURA E APROVEITAMENTO DE RESÍDUOS GERADOS NA INDUSTRIALIZAÇÃO DE PESCADO	15
3.3. COLÁGENO.....	16
3.4. ESTUDOS SOBRE A PRODUÇÃO DE COLÁGENO A PARTIR DE COPRODUTO	17
4. METODOLOGIA	19
4.1. MATERIAIS.....	19
4.2. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DAS AMOSTRAS	19
4.3. EXTRAÇÃO DO COLÁGENO.....	20
4.4. ANÁLISES	20
4.4.1. Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	20
4.4.2. Composição centesimal do colágeno.....	21
4.4.2.1. Umidade	21
4.4.2.2. Cinzas	22
4.4.2.3. Proteínas	22
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	23
5.1. ANÁLISE DE COMPOSIÇÃO CENTESIMAL.....	23
5.2. CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)	24
6. CONCLUSÃO	27
7. REFERÊNCIAS	28

1. INTRODUÇÃO

A aquicultura, atividade que cultiva organismos aquáticos em qualquer fase de seu desenvolvimento, sendo em ambiente controlado ou confinado, vem se expandindo de forma sustentável. E atualmente é o segmento onde mais se implantam projetos, principalmente no setor pesqueiro mundial, representado como uma forma alternativa de maior viabilidade para o suprimento da crescente demanda por pescado, tanto de origem marinha, como de água doce (SEBRAE, 2015).

A pesca é uma atividade praticada desde a antiguidade e constituiu uma importante fonte de renda, trabalho e alimento, além da contribuição para a permanência do homem no seu local de origem. A tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*) é uma das espécies mais cultivadas no país por possuir grande habilidade de adequação aos sistemas de produção, ser de fácil reprodução e dispor de rápido crescimento (MPA, 2011a).

O pescado é uma excelente fonte de proteína, pois seus músculos possuem elevado valor nutritivo por conterem alta porção de aminoácidos essenciais, particularmente aqueles que são limitantes em proteínas de origem vegetal. As proteínas do pescado estão divididas em classes, fundamentadas em sua solubilidade. Proteínas solúveis em água são denominadas albuminas e as proteínas solúveis em sais são conhecidas como globulinas (VIDOTTI e GONÇALVES, 2006).

Um dos maiores problemas na cadeia produtiva da pesca é a grande quantidade de resíduos gerados após a filetagem. No caso da tilápia, os resíduos chegam a 75% do peso bruto do peixe em resíduos orgânicos e, destes, aproximadamente 30% consiste em pele e ossos com elevada qualidade nutricional para a obtenção de diferentes subprodutos, podendo gerar lucros extras para os produtores e reduzir o efeito prejudicial ao meio ambiente (BUENO *et al.*, 2011).

Vários produtos podem ser obtidos a partir de rejeitos de pescado como, por exemplo, hidrolisados proteicos, extração de gelatina e colágeno, reduzindo os problemas ambientais e aumentando o faturamento das empresas (SILVA *et al.*, 2011).

De acordo com Sader (2010), o colágeno é uma proteína fibrosa encontrada nos animais multicelulares, secretado por diferentes tipos de células e a principal

proteína estrutural encontrada na matriz celular e nos tecidos conectivos. Também é encontrado na maioria dos tecidos: ossos, ligamentos, tendões, cartilagem e tecidos moles. O colágeno é caracterizado pelos altos teores de glicina, prolina e hidroxiprolina, sendo desnaturado na presença de padrões ácidos diluídos e convertidos em proteína solúvel como a gelatina, quando solubilizado em soluções aquecidas (ALFARO *et al.*, 2008).

O processo de obtenção do colágeno é determinante para suas propriedades, pois sua qualidade depende das propriedades físico-químicas, que são fortemente influenciadas pela severidade do processo de manufatura (ALFARO *et al.*, 2008). A obtenção de maiores rendimentos no processo de extração do colágeno da pele de tilápia é essencial para possibilitar sua utilização como potencial fonte de produção. O colágeno é um excelente nutriente para a maioria dos microrganismos, portanto, cuidados devem ser tomados durante sua manufatura para evitar possíveis contaminações (COLE, 2006).

A extração do colágeno pode ser realizada de tal maneira que se obtenha a fibra e seu subproduto, o pó, ambos em estado bruto e com a mesma composição. Com esse tipo de extração, o colágeno pode exibir características desejáveis para a sua utilização em biofilmes, já que possui uma disposição física alongada e uma maior granulometria (BASSO *et al.*, 2013).

O colágeno, em sua forma purificada, possui várias aplicações na indústria farmacêutica e de cosméticos. A qualidade e aplicação específica do colágeno extraído estão diretamente relacionadas com suas propriedades funcionais e pureza (RUSTAD *et al.*, 2003).

Adicionalmente, diversos estudos foram realizados para avaliar a aplicação do colágeno como ingrediente funcional em alimentos. Há um aumento no interesse da indústria de alimentos pelo colágeno e gelatina devido às suas propriedades emulsificantes, agentes espumantes, estabilizantes coloidais, formadores de películas biodegradáveis e agentes microencapsulantes, com a tendência de substituir o material sintético pelo natural. Além de explorar diversos tipos de bioativos, agentes antimicrobianos, antioxidantes e anti-hipertensivos, os estudos também se concentram sobre o efeito da ingestão oral em animais e humanos. Assim, houve um aumento de pesquisas sobre a hidrólise enzimática do colágeno e da gelatina para a produção de peptídeos bioativos (GÓMEZ, 2011).

Este estudo foi realizado para verificar a extração do colágeno do coproduto da tilápia, variando tempo e temperatura, avaliando assim suas características físico-químicas.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

O objetivo geral do trabalho foi a avaliação do processo de extração do colágeno do coproduto da tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*), para que se obtenha um rendimento apropriado, e que este colágeno apresente características avaliadas para posterior utilização em alimentos.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Com o objetivo geral do trabalho definido, foi possível delinear os objetivos específicos do trabalho:

- Extração do colágeno a partir do coproduto de tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*), por meio de uma metodologia pré-estabelecida.
- Avaliar se o tempo e temperatura tem relevância significativa na extração do colágeno por meio de análises como: calorimetria exploratória diferencial (DSC) e composição centesimal do colágeno.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. TILÁPIA DO NILO (*Oreochromis niloticus*)

A aquicultura e a pesca são conceituadas pela ONU (Organização das Nações Unidas) como atividades estratégicas para a segurança alimentar sustentável do planeta, pois são aptos para fornecer alimento protéico e de alta qualidade (ARANA, 1999). A tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*), pertence à família dos ciclídeos, é originária da bacia do rio Nilo, no Leste da África, encontrando-se amplamente disseminada nas regiões tropicais e subtropicais (CARVALHO, 2006). No Brasil foi incorporada, em 1971, por intermédio do Departamento Nacional de Obras Contra a Seca (DNOCS) nos açudes do Nordeste, disseminando-se para todo o país (FIGUEIREDO, 2006). A Figura 1 apresenta a tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*).

Figura 1. Tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*)



A primeira espécie do grupo das tilápias introduzida no Brasil foi a *Tilápia rendalli*, em 1953, a qual foi obtida no Congo, utilizada para povoamento da represa “Light”, no Estado de São Paulo, e do lago Paranoá, em Brasília (CASTAGNOLLI, 1992). A tilápia é uma espécie tropical cuja temperatura ideal para seu

desenvolvimento varia entre 25 e 30°C, tendo seu crescimento afetado abaixo de 15°C e não resistindo a temperaturas por volta de 9°C (CYRINO & CONTE, 2006).

A tilápia é uma das espécies mais produzidas comercialmente, pois aceita alimentação variada, possui rápido crescimento (4 a 7 meses, dependendo da temperatura), apresenta facilidade na reprodução e oferece uma excelente adequação aos sistemas de produção, além de possuir uma carne de sabor extremamente agradável (BORDIGNON, 2010).

3.2. PISCICULTURA E APROVEITAMENTO DE RESÍDUOS GERADOS NA INDUSTRIALIZAÇÃO DE PESCADO

O pescado tem se apresentado como um dos alimentos mais negociados mundialmente, com uma parcela equivalente a 10% de todas as exportações agrícolas e a 1% de todo o comércio de mercadorias do mundo. Em 2011, foram exportados 129,8 bilhões de dólares. No ano de 2012, houve ligeira redução para 129,2 bilhões de dólares. Em 2014, países em desenvolvimento exportaram 80 bilhões de dólares em produtos da pesca, maior do que os outros produtos agrícolas. A comercialização do pescado torna-se importante, principalmente para países em desenvolvimento, pois em alguns casos representam metade do valor total das mercadorias comercializadas (FAO, 2014).

De acordo com o relatório da FAO (2016), o Estado Mundial da Pesca e Aquicultura estima que o Brasil deve registrar um crescimento de 104% na produção de pesca e aquicultura em 2025. Segundo o estudo, o aumento na produção brasileira será o maior registrado na região, seguido do México (54,2%) e Argentina (53,9%) durante a próxima década. O cenário positivo no país é resultado dos investimentos feitos no setor nos últimos anos.

Resíduos sólidos gerados na cadeia produtiva da pesca e da aquicultura corresponderam a 20% do volume de 167,2 milhões de toneladas produzidas no ano de 2014 (FAO, 2016). Nesse cenário, a geração de resíduos é um desafio para o setor pesqueiro, uma vez que cerca de 50% do volume processado diariamente nas indústrias é resíduo sólido, que é descartado em lixões, córregos, rios e mares (VICTORINO *et al.*, 2017).

Políticas públicas, assim como tecnologias de aproveitamento dos resíduos, tornam-se fundamentais para a sustentabilidade da pesca e aquicultura. Por ser uma

fonte de nutrientes de baixo custo, o resíduo que seria descartado pode ter seu valor agregado mediante o uso sustentável (SUCASAS, 2011).

Os resíduos gerados, com a cadeia produtiva da piscicultura, principalmente em relação à tilápia após a filetagem, constituem uma diversidade de matérias-primas de alta qualidade que podem ser transformadas em diversos subprodutos, destinados à fabricação de diferentes produtos com a aplicação tecnológica apropriada para obtenção de produtos de excelente qualidade nutricional, agregando valor econômico considerável à produção da tilapicultura (BORDIGNON, 2010).

3.3. COLÁGENO

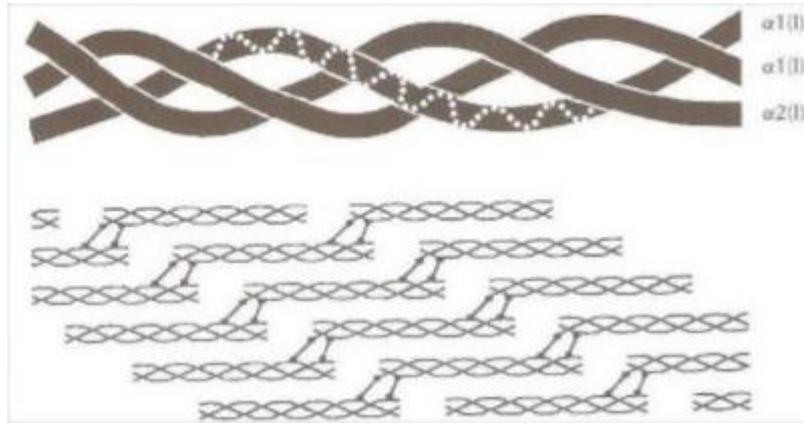
O colágeno é a proteína mais abundante do tecido conjuntivo, sendo encontrado nos tecidos conjuntivos do corpo, tais como os ossos, tendões, cartilagens, veias, pele, dentes, bem como nos músculos e na camada córnea dos olhos. Sua principal característica é a formação de fibras insolúveis com alta força elástica, com capacidade de hidratação, reabsorção e baixa antigenicidade. Como possui grande resistência à tração, a principal função do colágeno é acondicionar e modular as forças mecânicas internas e externas que são exercidas no organismo (SILVA, 2012).

Possui propriedades naturais que abrangem baixa resposta imunológica, baixa toxicidade, a habilidade de promover o crescimento celular e 193 reconstruções *in vitro* da estrutura microfibrilar encontrada em tecidos naturais (LEE *et al*, 2001).

Via de regra, o colágeno contém cerca de 30% de glicina, 12% de prolina, 11% de alanina, 10% de hidroxiprolina, 1% de hidroxilisina e pequenas quantidades de aminoácidos polares e carregados. A glicina, prolina e a alanina são aminoácidos alifáticos e a lisina é um aminoácido com características básicas (PRESTES, 2013).

Os tipos de colágeno variam em diâmetro, composição de aminoácidos, comprimento, estrutura molecular, concentração e localização nos diversos tecidos. O colágeno do tipo I é o mais comum, geralmente são encontrados em locais que resistem a grandes tensões como, por exemplo, nos tendões, derme da pele, nos ossos e até mesmo na córnea. Este tipo forma fibras e feixes de colágeno (DUARTE, 2011). A Figura 2 apresenta o esquema e estrutura do Colágeno Tipo I.

Figura 2. Esquema e estrutura do Colágeno Tipo I



Fonte: Darmodaran, Parkin e Fennema (2010).

Para o colágeno a desnaturação térmica significa o desdobramento da tripla hélice, causando a perda de sua conformação única. Por isso a temperatura de desnaturação é uma medida importante para a estabilidade térmica de qualquer tipo de colágeno ou proteínas em geral (LIU, 2012).

3.4. ESTUDOS SOBRE A PRODUÇÃO DE COLÁGENO A PARTIR DE COPRODUTO

A extração do colágeno pode ser realizada de diversas formas. Um dos métodos mais utilizados é a solubilização em meio ácido, geralmente com ácido acético, e a precipitação salina (SOUZA, 2008).

Segundo Basso *et al.* (2013), a produção do colágeno extraído a partir do coproduto da tilápia foi realizada através de concentrações de NaOH distintas e tempo de tratamento diferentes. Nesse estudo o rendimento do colágeno foi analisado. E os maiores valores de rendimento foram obtidos com baixas concentrações de NaOH, em uma faixa de 0,2 – 0,3M, sendo que o tempo de extração não influenciou de forma significativa no resultado final do rendimento

Outro método pesquisado é a solubilização de colágeno em meio ácido com pepsina. Esse método é bastante utilizado porque nos outros tipos de métodos consegue-se um baixo rendimento, mas utilizando pepsina se tem um alto rendimento. Além disto, devido a uma grande quantidade de vísceras desaproveitadas, a pepsina do próprio peixe pode ser recuperada e utilizada para

aumentar a eficiência da extração de colágeno da pele (AHMAD & BENJAKUL, 2010).

4. METODOLOGIA

4.1. MATERIAIS

A pele de tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*) utilizada como matéria-prima para a extração de colágeno, foi gentilmente cedida pelo Pesqueiro Belini, localizado na cidade de Peabiru – PR. As peles foram adquiridas frescas, lavadas em água corrente e mantidas congeladas até o início dos pré-tratamentos. Ao iniciar os pré-tratamentos, as amostras eram descongeladas e lavadas novamente em água corrente para eliminar quaisquer resíduos. Todos os métodos de pré-tratamento foram realizados utilizando 150g de matéria-prima (pele).

4.2. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DAS AMOSTRAS

Para o estudo do processo de extração do colágeno do coproduto da tilápia e avaliação dos fatores que influenciaram no rendimento, foi empregado o planejamento fatorial 2^2 com três pontos centrais, para os ensaios representados na Tabela 1. A Tabela 2 apresenta as variáveis independentes, com os valores reais e codificados, para a extração de colágeno.

Tabela 1. Valores dos fatores tempo e temperatura da extração de colágeno para cada ensaio

Ensaio	Tempo (horas)	Temperatura (°C)
1	15	25
2	20	25
3	15	35
4	20	35
5	17,5	30
6	17,5	30
7	17,5	30

Tabela 2. Valores reais das variáveis e seus respectivos níveis codificados

Variáveis	-1	0	1
Tempo (horas)	15	17,5	20
Temperatura (°C)	25	30	35

Os dados experimentais foram analisados com auxílio do *software* Statistica 10 e os efeitos principais dos fatores e suas interações sobre o rendimento obtidos por meio da análise de variância e teste de Tukey ao nível de significância de 5% (valor $p < 0,05$).

4.3. EXTRAÇÃO DO COLÁGENO

Para a extração do colágeno foi realizado a metodologia sugerida por Yan *et al.* (2015), com algumas modificações.

As peles da tilápia foram recortadas com auxílio de uma tesoura em pequenos pedaços de 1cm²; após este procedimento, foi realizada a lavagem das peles com hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 M na proporção de 1:20 m/v (1g de pele para 20 mL de NaOH) durante o período de 24 horas com agitação suave, por meio de um agitador magnético. Esta etapa foi realizada para a extração das proteínas.

Em seguida, foi realizada a descalcificação das peles com EDTA 0,5M (pH 7,5), em uma razão de 1:10 m/v, durante 5 dias, com a solução de EDTA sendo renovada diariamente. Após a descalcificação, as peles foram lavadas com água destilada fria (5°C). Posteriormente, foram embebidas em solução de butanol 10% numa proporção de 1:20 m/v, deixada durante 24 horas, e sendo renovada a cada 8 horas.

As peles desengorduradas, foram lavadas com água destilada fria (5°C) e logo em seguida foram imersas em uma solução de ácido sulfúrico 0,05M (1:20 m/v) à temperatura ambiente (25°C), durante 3 horas. Após esta etapa, as peles foram enxaguadas com água destilada até atingir o pH neutro. As peles ficaram sobre agitação continuamente em água, no banho termostático, com uma razão de 1:30 m/v, variando o tempo e a temperatura.

O extrato (pele mais água) foi centrifugado durante 30 minutos, à 25°C e 6000 rpm, por meio de uma centrifuga refrigerada. Por fim, o sobrenadante foi recolhido e liofilizado, conforme a Tabela 1.

4.4. ANÁLISES

4.4.1. Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

As análises de DSC foram realizadas em um equipamento modelo Q20 (TA Instruments), em panela de alumínio selada hermeticamente, com cerca de 50 mg de cada amostra. O experimento foi realizado com razão de aquecimento de 20°C/min, a uma temperatura inicial de 0°C e uma temperatura final de 300°C. Os dados obtidos foram plotados com o uso do *software* OriginPro.

4.4.2. Composição centesimal do colágeno

A composição centesimal é necessária para possibilitar a classificação dos alimentos, pois verifica a identidade e a pureza das substâncias de natureza orgânica e inorgânica (SILVA E QUEIROZ, 2009), em função dos teores de umidade, lipídeos, proteínas e cinzas. Essa informação contribui na execução de objetivos como na padronização dos produtos alimentares com base nos critérios nutricionais, além de fornecer subsídio no caráter dietário (CONTRERÁS-GUSMÁN, 1994).

4.4.2.1. Umidade

A umidade do colágeno em pó foi definida a partir da secagem da amostra em estufa a 105°C durante um período de 6 horas, de acordo com os Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos do Instituto Adolfo Lutz (2008). A análise de umidade tem como base a perda de peso sofrida pela amostra quando se tem condições de aquecimento em que água é removida. Para a análise de umidade foi utilizado de 3 g a 5 g de amostra e o cálculo realizado com a Equação 1:

$$Umidade = 100x \frac{N}{P} \quad (1)$$

onde:

N = massa (g) de umidade (perda de massa em g)

P = massa (g) da amostra

4.4.2.2. Cinzas

Para a determinação de cinzas foi utilizada a metodologia do Instituto Adolfo Lutz (2008), onde a amostra foi carbonizada em bico de Bunsen e posteriormente aquecida em mufla a 550°C durante 4 horas (até a obtenção de uma cinza clara). Para esta análise foram utilizadas de 3 g a 5 g de amostra e o cálculo foi realizado com o auxílio da Equação 2.

$$Cinzas = 100x \frac{N}{P} \quad (2)$$

onde:

N = massa (g) de cinzas

P = massa (g) de amostra

4.4.2.3. Proteínas

A análise de proteínas foi realizada a partir do método de Kjeldahl conforme relatado nos Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos do Instituto Adolfo Lutz (2008), formado pelas etapas de digestão da amostra onde o nitrogênio orgânico é transformado em amônia e os componentes orgânicos são convertidos em CO₂ e H₂O. A segunda etapa, que é a destilação, consiste na captura do gás amônia liberado em solução receptora (ácido bórico) e, a última etapa, a titulação onde é realizada a determinação quantitativa da amônia contida na solução receptora. O cálculo da quantidade de proteínas na amostra foi realizado com o auxílio da Equação 3.

$$Proteína = \frac{V \times \text{fator de conversão HCl} (0.9726) \times 0.0014 \times 5.55}{P} \times 100 \quad (3)$$

onde:

V = volume utilizado na titulação – volume utilizado na titulação do branco

P = massa (g) da amostra

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. ANÁLISE DE COMPOSIÇÃO CENTESIMAL

Os resultados encontrados da composição centesimal do colágeno em pó podem ser verificados na Tabela 3.

Tabela 3. Resultados da composição centesimal da extração de colágeno a partir do coproduto da tilápia

Ensaio	Tempo	Temperatura	Resultado (%)	Resultado (%)	Resultado (%)
			Umidade	Cinzas	Proteínas
1	15	25	11,67 ^a ±0,17	1,48 ^c ±0,05	86,54 ^a ±0,31
2	20	25	9,56 ^d ±0,44	1,60 ^b ±0,01	85,64 ^a ±0,17
3	15	35	11,27 ^{ab} ±0,11	2,18 ^a ±0,05	83,47 ^a ±0,33
4	20	35	10,44 ^c ±0,18	1,54 ^{bc} ±0,07	85,35 ^a ±0,06
5	17,5	30	10,24 ^c ±0,11	1,56 ^{bc} ±0,01	87,71 ^a ±0,48
6	17,5	30	10,70 ^{bc} ±0,19	1,46 ^c ±0,04	87,25 ^a ±0,08
7	17,5	30	10,75 ^{bc} ±0,10	1,50 ^{bc} ±0,01	87,42 ^a ±0,34

* Médias na mesma coluna, seguidas por letras distintas diferem entre si pelo teste de Tukey, ao nível de significância de 5%.

A umidade é um dos fatores determinantes para os processos microbiológicos, como desenvolvimento de bactérias. O teor de umidade das matérias-primas é de fundamental importância para a conservação e armazenamento (COLE, 2006).

Os valores do teor de umidade encontrados variaram entre 9,56 e 11,67% encontrando-se abaixo dos 15,06% que Alves e Prudêncio-Ferreia (2002) citam e próximos dos 8,31% mencionados por Olivo e Shimokomaki (2001), em ensaios realizados com subproduto do frango. Para Basso *et al.* (2013) o valor de umidade da amostra não foi encontrado. A diferença de umidade entre as amostras pode ser justificada pela variação do tempo e temperatura que as mesmas foram expostas, uma vez que na metodologia utilizada por Basso *et al.* (2013) a temperatura foi mantida constante em seu experimento. As amostras 5, 6 e 7 foram mantidas sob condições iguais e resultaram em médias significativamente iguais.

A análise de cinzas, assim como as demais análises, foi realizada em triplicata a fim de determinar a quantidade de matéria inorgânica presente nas amostras. Os resultados podem ser observados na Tabela 3.

Os valores de cinzas obtidos variaram entre 1,45 e 2,18%. Somente o ensaio 3 encontrou-se acima do valor recomendado por Ockerman e Hansen (1994) que deve ser inferior a 2,0%. Segundo Basso *et al.* (2013), o valor relatado de cinzas em base úmida foi de 2,1%. Esta variação é decorrente do processo em que os ensaios foram submetidos, com a variação de tempo e temperatura. O ensaio 3 apresentou um tempo menor de tratamento e uma temperatura elevada em relação aos demais ensaios. Os ensaios 4, 5 e 7 não apresentaram diferença significativa entre as médias.

A análise de cinzas fornece informações prévias sobre o valor nutricional do alimento, em relação ao seu conteúdo em minerais. A quantidade de cinzas presente em alimentos refere-se ao resíduo inorgânico restante da incineração da matéria orgânica (CHAVES *et al.*, 2004).

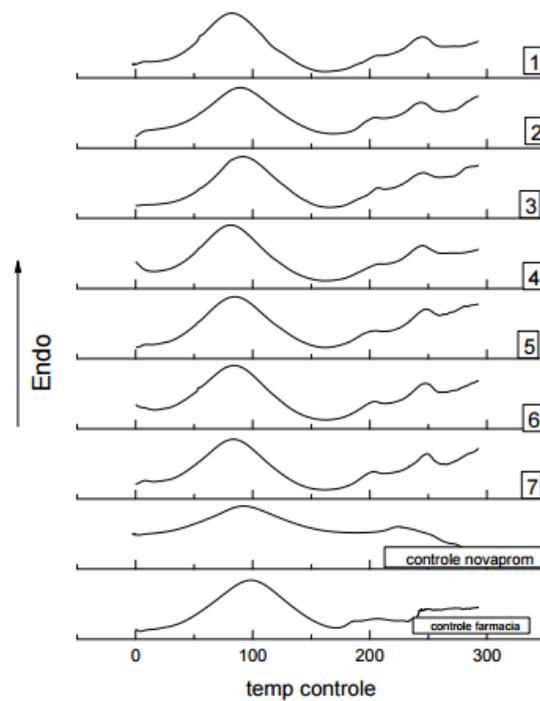
Os valores encontrados na análise de proteínas do colágeno em pó podem ser observados na Tabela 3. Para o teor de proteína, os resultados encontrados variaram de 83,46 a 87,71% e não apresentaram diferença significativa entre as médias, conforme pode se observar na Tabela 3. Quando comparados com a literatura, os teores de proteína ficaram abaixo do valor mencionado por Basso *et al.* (2013), que foi de 91,24%. Os valores de proteínas encontrados nos ensaios ficaram abaixo do mencionado na literatura devido a variação de tempo e temperatura que os mesmos foram submetidos e também do diferente tipo de tratamento para a extração da pele da tilápia.

5.2. CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

Na análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC), as amostras de colágeno bovino adquirida de uma farmácia de manipulação, colágeno nova_prom e colágeno extraído a partir do coproduto da tilápia foram aquecidas concomitantemente e submetidas a um programa controlado de temperatura. Análise de DSC é geralmente utilizada para determinar a estabilidade térmica do colágeno (ZENG *et al.*, 2009).

As curvas de DSC obtida para cada ensaio das amostras de colágeno e de amostras padrão de colágeno estão apresentadas na Figura 3.

Figura 3. Curvas de DSC



As temperaturas de desnaturação (T_d) para cada ensaio de 1 a 7 e para as amostras padrão de colágeno estão representados na Tabela 4.

Tabela 4. Temperaturas de desnaturação das amostras de colágeno

Ensaio	T_d (°C)
1	82,29
2	90,20
3	91,96
4	81,34
5	85,31
6	85,02
7	83,31
Colágeno nova_prom	107,92
Colágeno farmácia	98,32

Observa-se que as curvas referentes ao controle da farmácia, controle nova_prom e as curvas dos ensaios de 1 a 7 apresentam uma transição em torno de

100°C, que pode ser atribuída à desnaturação do colágeno (MONTERREY-QUINTERO; SOBRAL, 2000).

Segundo Batista *et al.*, 2009, quanto maior for o tempo de tratamento das amostras, menor será a sua temperatura de desnaturação (T_d). De acordo com Miles (1999), para colágeno liofilizado puro os valores da temperatura de desnaturação (T_d) são inferiores a 200°C, durante a análise a amostra foi exposta a uma taxa de aquecimento de 20°C/min com temperatura de equilíbrio de 20°C e temperatura final de 200°C. A grande diferença expressa pelos valores obtidos nos ensaios e o valor mencionado na literatura se deve a condição diferente de tempo e temperatura em que os ensaios foram expostos durante a análise.

Os dados levantados pela análise de DSC indicam que o colágeno mesmo apresentando valores abaixo aos indicados na literatura, apresenta uma boa estabilidade térmica, o que significa que ele pode vir a ser utilizado como matriz polimérica para formulação de compósitos (SAMOUILLAN *et al.*, 2011).

6. CONCLUSÃO

Os resultados neste estudo expressam que a pele da tilápia apresenta grande potencial para extração de colágeno. Com base nos resultados obtidos a extração realizada mostrou-se satisfatória.

É possível verificar que os valores presentes nas análises se aproximam da literatura, exceto por algumas que se mostraram diferenciadas devido à mudança de tempo e temperatura na hora da extração. Contudo, essa diferença não expressou resultado que pudesse alterar as características finais do produto.

O alto teor de proteínas identificado na extração do colágeno obtido, evidencia a importância da busca de novas fontes de matéria-prima que possam substituir a extração com os subprodutos dos mamíferos, por exemplo.

Pode-se concluir que o aproveitamento do coproduto da tilápia se mostra uma boa alternativa para a indústria de pescado, já que este resíduo gerado da produção possui um alto valor agregado. Também uma forma de diminuir o descarte indevido do mesmo, evitando prejuízos ao meio ambiente.

7. REFERÊNCIAS

AHMAD, M.; BENJAKUL, S. Extraction and characterization of pepsin-solubilised collagen from the skim of unicorn leatherjacket (*Aluterus monoceros*). **Food Chemistry**, London, v. 120, n. 3, p. 817-824, 2010.

ALFARO, A. T. **Otimização das condições de extração e caracterização da gelatina de pele de tilápia (*Oreochromis urolepishornorum*)**. Tese de Doutorado (Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia Agroindustrial). Universidade Federal de Pelotas, 2008.

ALVES, S.G.T.; PRUDÊNCIO-FERREIRA, S.H. **Propriedades funcionais de material colagenoso de pés de frango**. Archivos Latinoamericanos de Nutrición, v. 52, n. 3, 2002. Disponível em: http://www.scielo.org.ve/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S00046222002000300010&lng=es&nrm=iso. Acesso em 12 abril. 2018.

ARANA L.V. **Aquicultura e desenvolvimento sustentável**. Editora UFSC. 1999, 310p.

BASSO, T. R.; URNAU, R. M.; BRANDALIZE, C.; SIMOES, M. R. **Extração e caracterização de colágeno obtido de peles do processamento de tilápia**. III Encontro Paranaense de Engenharia e Ciência. Toledo-Paraná, 2013.

BATISTA, T. M.; MARTINS, V.C.A.; PLEPIS, A. M. G. Thermal behavior of *in vitro* mineralized anionic collagen matrices. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 95, n. 3, p. 945-949, 2009.

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

BUENO, C. M.; ALVIM, I. D.; KOBERSTEIN, T. C. R. D.; PORTELLA, M. C.; GROSSO, C. Produção de gelatina de pele de tilápia e sua utilização para obtenção de micropartículas contendo óleo de salmão. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 14, p. 65-73, 2011.

CARVALHO, E.D. Avaliação dos impactos da piscicultura em tanques-rede nas represas dos grandes tributários do alto Paraná (Tietê e Paranapanema): o pescado, a ictiofauna agregada e as condições limnológicas. **Relatório Científico (FAPESP)**. Botucatu, SP. 2006. 46p.

CASTAGNOLLI, N. **Piscicultura de água doce**. Jaboticabal: FUNEP, 1992. 189 p.
CHAVES, M. C.; GOUVEIA, J. P. G.; ALMEIDA, F. A. C.; LEITE, C. A.; SILVA, F. L. H. Caracterização físico-química do suco de acerola. **Revista Biologia e Ciência da Terra**, v. 4, n. 2, 2004.

COLE, C. G. B. **Gelatin Food Science**, 2006. Disponível em:<<http://www.gelatin.co.za/>>. Acesso em 05 abril 2018.

CONTRERAS-GUZMÁN, E.S. **Bioquímica de pescados e derivados**. Jaboticabal: FUNEP, 1994. 409 p.

CYRINO, J.E.; CONTE, L. **Tópicos Especiais em Biologia Aquática e Aquicultura**. Jaboticabal: Sociedade Brasileira de Aquicultura e Biologia Aquática, cap.12, p.151-171, 2006.

DUARTE, F. O. S. **Propriedades funcionais do colágeno e sua função no tecido muscular**. Programa de Pós-Graduação em Ciência Animal da Escola de Veterinária e Zootecnia da Universidade Federal de Goiás. Goiânia, 2011. Disponível em: <http://portais.ufg.br/uploads/67/original_semi2011_Francine_Oliveira_2.pdf>. Acesso em: 10 de maio de 2018.

FIGUEIREDO, C. A. J.; VALENTE, A, S, J. **Cultivos de tilápias no Brasil: origens e cenário atual**. Fortaleza, 2006. Disponível em: <<http://www.sober.org.br/palestra/9/178.pdf>>. Acesso em 9 de maio de 2018.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION (FAO). **Novo relatório da FAO aponta que produção da pesca e aquicultura no Brasil deve crescer mais de 100% até 2025**. FAO, 2016. Disponível em: <<http://www.fao.org/brasil/noticias/detail-events/pt/c/423722/>>. Acesso em 9 de maio de 2018.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION (FAO). **The State of World Fisheries and Aquaculture**. FAO, 2014. Disponível em: <<http://www.fao.org/3/d1eaa9a1-5a71-4e42-86c0-f2111f07de16/i3720e.pdf>>. Acesso em 9 de maio de 2018.

GÓMEZ, G. M. C.; GIMÉNEZ B.; LÓPEZ. C. M. E.; MONTERO. M. P. Functional and bioactive properties of collagen and gelatin from alternative sources: a review. **Food Hydrocolloids**, v. 25, p. 1813-27, 2011.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. 3. ed. São Paulo, 2008.

LEE, C.H.; SINGLA, A.; LEE, Y. Biomedical applications of collagen. **International Journal of Pharmaceutics**. v. 22, p. 1-22, 2001.

LI, Z.; WANG, B.; CHI, C. *et al.* Isolation and characterization of acid soluble collagens and pepsin soluble coolagens from the skin and boné of Spanish mackerel (*Scomberomorousniphonius*). **Food Hydrocolloids**, v. 31, p. 103-113, 2013.

LIU, D. Extraction and characterisation of pepsin-solubilised collagen from fins, scales, skins, bones and swim bladders of bighead carp (*Hypophthalmichthys nobilis*). **Food Chemistry**, London, v. 133, n. 4, p. 1441-1448, Aug. 2012.

MILES, P. W. **Aphid saliva**. Biological Reviews, 1999. Disponível em: <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1469-185X.1999.tb00181.x>>. Acesso em 25 de abril de 2018.

MONTERREY-QUINTERO, E.S.; SOBRAL, P.J.A. Preparo e caracterização de proteínas miofibrilares de tilápia-do-nylo para elaboração de biofilmes. **Pesquisas Agropecuárias do Brasil**, v. 35, n. 1, p. 179-189, 2000.

MPA. **Boletim Estatístico da Pesca e Aquicultura**. Ministério da Pesca e Aquicultura, 2011a.

OCKERMAN, H.W.; HANSEN, C.L. **Industrialización de subproductos de origen animal**. Zaragoza: Acribia, 1994.

OLIVO, R.; SHIMOKOMAKI, M. **Carnes: no caminho da pesquisa**. Cocal do Sul: Imprint, 2001, 155p.

PRESTES, R. C. Colágeno e seus derivados: características e aplicações em produtos cárneos. Universidade Federal de Santa Maria, Departamento de Tecnologia e Ciência dos Alimentos, RS. UNOPAR. **Ciências, Biologia e Saúde**, v. 15, n. 1, p. 1, 2013.

RUSTAD T. Utilization of marine by-products. **Agricultural and Food Chemistry**, v. 4, 2003.

SADER, M. S. **Fosfato tricálcico substituído por magnésio e composto magnésio – carbonato apatita – colágeno aniônico como potencial substituto ósseo**. Tese de Doutorado (Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Instituto Alberto Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa em Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2010.

SAMOUILLAN, V.; DELAUNAY, F.; DANDURAND, J.; MERBAHI, N.; GARDOU, J. P.; YOUSFI, M.; GANDAGLIA, A.; SPINA, M.; LACBANNE, C. **The Use of Thermal Techniques for the Characterization and Selection of Natural Biomaterials**. Journal of Functional Biomaterials, 2011. Disponível em: <[file:///C:/Users/natal_000/Downloads/DSC%20\(1\).pdf](file:///C:/Users/natal_000/Downloads/DSC%20(1).pdf)>. Acesso em 17 de maio de 2018.

SEBRAE. **Aquicultura no Brasil: série estudos mercadológicos**, 2015. Disponível em: <[http://www.bibliotecas.sebrae.com.br/chronus/ARQUIVOS_CHRONUS/bds/bds.nsf/4b14e85d5844cc99cb32040a4980779f/\\$File/5403.pdf](http://www.bibliotecas.sebrae.com.br/chronus/ARQUIVOS_CHRONUS/bds/bds.nsf/4b14e85d5844cc99cb32040a4980779f/$File/5403.pdf)>. Acesso em 05 de abril de 2018.

SILVA, D.J.; QUEIROZ, A.C. **Análise de alimentos: métodos químicos e biológicos**. 3ed. Viçosa: UFV, 2009. 235p.

SILVA, R. S. G.; BANDEIRA, S. F.; PETRY, F. C.; PINTO, L. A. A. Extração de gelatina a partir das peles de cabeças de carpa comum. **Ciência Rural**, v. 41, n. 5, p. 904-909, 2011.

SOUZA, M. A. **Cólagenos de *Cynoscion acoupa***: identificação, produção de membranas e estudo da atividade biológica. 2008. 25 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Ciências Biológicas) – Centro de Educação, ciências Exatas e Naturais, Universidade Estadual do Maranhão, São Luís, 2008.

SUCASAS, L. F. A. **Avaliação do resíduo do processamento de pescado e desenvolvimento de co-produtos visando o incremento da sustentabilidade da cadeia produtiva**. 2011. 166f. Tese de Doutorado (Doutorado em Ciências). Universidade de São Paulo, São Paulo.

VICTORINO, B.V.P.; BEZERRA, A.E.; AMORIM, E.; VALADÃO, R, C.; OLIVEIRA, G, M. **O resíduo de pescado e o uso sustentável na elaboração de coprodutos**. Revista Mundi, Meio Ambiente e Agrárias. Curitiba, 2017. Disponível em: <file:///C:/Users/natal_000/Downloads/223-2300-1-PB.pdf>. Acesso em 10 de maio de 2018.

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, São José do Rio Preto, 2006. Disponível em: ftp://ftp.sp.gov.br/ftppesca/producao_caracterizacao.pdf. Acesso em 05 abril. 2018.

VIEIRA, T. B. **Produção de embalagens ativas de TPS/PBAT por extrusão reativa contendo extrato da água do cozimento do pinhão**. Programa de pós-graduação em tecnologia de alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Campo Mourão, 2017.

YAN, M.; QUIN, 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.

ZENG, S.-K.; ZHANG, C.-H.; LIN, H.; YANG, P.; HONG, P.-Z.; JIANG, Z. Isolation and characterisation of acid-solubilised collagen from the skin of Nile tilapia (*Oreochromis niloticus*). **Food Chemistry**, v. 116, p. 879-883, 2009.