

São Carlos / Dezembro, 2023

OBJETIVOS DE DESENVOLVIMENTO SUSTENTÁVEL



Estratégias para o aproveitamento da pele de peixes: processos de obtenção de couro e colágeno parcialmente hidrolisado (gelatina)

Fernanda Ramalho Procopio⁽¹⁾, Jessica Valéria de Campos⁽¹⁾, Ana Rita de Araujo Nogueira⁽²⁾, Waldomiro Barioni Júnior⁽²⁾, Adriano Lincoln Albuquerque Mattos⁽³⁾, Men de Sá Moreira de Souza Filho⁽⁴⁾, Angela Aparecida Lemos Furtado⁽⁵⁾ e Manuel Antonio Chagas Jacintho⁽²⁾

⁽¹⁾ Bolsistas DTI-B CNPq, Embrapa Pecuíria Sudeste, São Carlos, SP. ⁽²⁾ Pesquisadores, Embrapa Pecuíria Sudeste, São Carlos, SP. ⁽³⁾ Analista, Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE. ⁽⁴⁾ Pesquisador, Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza, CE. ⁽⁵⁾ Pesquisadora, Embrapa Agroindústria de Alimentos, Rio de Janeiro, RJ.

Resumo – Um dos maiores problemas enfrentados pela expansão da cadeia produtiva de pescado é a quantidade de resíduo gerado durante o processamento. Com a intenção de contribuir para o fortalecimento do setor, o objetivo do trabalho foi estudar e desenvolver metodologias para o aproveitamento da pele de peixes, em escala semi-piloto, apresentando os aspectos tecnológicos dos materiais obtidos. O curtimento das peles de Tilápia e Tambaqui foi realizado com cromo associado à oxazolidina que, de acordo com a literatura, aumenta a incorporação de cromo no couro e reduz sua liberação no efluente. Os couros foram cortados em diferentes direções em relação à linha céfalo-caudal do animal (paralela, perpendicular, dorso-ventral e ventre-dorsal), e os corpos de prova obtidos foram analisados quanto às suas propriedades físico-mecânicas. Para a extração de colágeno parcialmente hidrolisado (gelatina), as peles foram submetidas a pré-tratamentos alcalino e ácido, seguidos de extração com água quente. Após as etapas de filtração, concentração, secagem e fragmentação, obteve-se um material seco e granular. Os resultados demonstraram que a direção do corte dos corpos de prova influencia as respostas físico-mecânicas dos couros, reforçando a necessidade de se estabelecer normas técnicas de amostragem específicas para esse tipo de material. No caso da gelatina, foi possível obter um produto com bom rendimento e características tecnológicas, com potencial de aplicação em produtos na indústria de alimentos e farmacêutica.

Termos para indexação: peixe tropical, resíduo, colágeno, resistência ao rasgamento, resistência à tração.

Strategies for utilization of fish skin: Processes for obtaining leather and partially hydrolyzed collagen (gelatin)

Abstract – One of the biggest problems faced by the fish production expansion is the amount of waste generated during processing. In order to contribute to the strengthening of the sector, this work aimed to study and develop methodologies for the utilization of fish skin on a semi-pilot scale, presenting the technological aspects of the materials obtained. Skins of

Embrapa Pecuíria Sudeste

Rod. Wasghinton Luiz, Km 234
13560-970, São Carlos, SP
www.embrapa.br/pecuaria-sudeste
www.embrapa.br/fale-conosco/sac

Comitê Local de Publicações

Presidente

André Luis Monteiro Novo

Secretário-executivo

Luiz Francisco Zafalon

Membros

Gisele Rosso, Mara Angélica

Pedrochi, Maria Cristina

Campanelli Brito, Silvia Helena

Picirillo Sanchez

Revisão de texto

Gisele Rosso

Normalização bibliográfica

Mara Angélica Pedrochi (CRB-8/6556)

Projeto gráfico

Leandro Sousa Fazio

Diagramação

Maria Cristina Campanelli Brito

Publicação digital: PDF

Todos os direitos reservados à Embrapa.

Tilapia and Tambaqui were tanned using chromium associated with oxazolidine, which, according to the literature, increases the incorporation of chromium in the leather and reduces its release into the effluent. The leathers were cut in different directions (parallel, perpendicular, dorsal-ventral, and ventral-dorsal) using the animal's cephalocaudal line as reference, and the samples obtained were analyzed for physical-mechanical properties. For the extraction of partially hydrolyzed collagen (gelatin), the skins were subjected to alkaline and acid pre-treatments, followed by extraction with hot water. After filtration, concentration, drying, and fragmentation steps, a dried and granular material was obtained. The results showed that the cutting direction influences the physical-mechanical responses of the leather, indicating the need to establish specific technical standards for sampling this type of material. In the case of gelatin, it was possible to obtain a product with good visual aspects and technological characteristics, showing potential application in products for food and pharmaceutical industries.

Index terms: tropical fish, waste, collagen, tear strength, tensile strength.

Introdução

O desenvolvimento socioeconômico mundial tem impulsionado a demanda por insumos agrícolas, biocombustíveis e alimentos. A expansão da aquicultura em diversas partes do mundo está relacionada a esse crescimento acelerado. No Brasil, a cadeia produtiva de pescado vem recebendo incentivos por parte de projetos e ações do governo, apresentando o maior crescimento dentro do setor de produção animal em 2022. A Tilápia-do-Nilo (*Oreochromis niloticus*) segue como a principal espécie cultivada no país, mantendo o Brasil como quarto maior produtor, e o Tambaqui (*Colossoma macropomum*) lidera a produção de nativos (Associação Brasileira de Psicultura, 2023).

Apesar do potencial de crescimento, a cadeia produtiva de peixes enfrenta algumas dificuldades como barreiras ambientais e o grande volume de resíduos gerados. De acordo com a Organização das Nações Unidas para Agricultura e Alimentação (FAO), a perda na cadeia produtiva de pescado chega a 35%, o dobro do que é perdido no processamento de produtos cárneos (FAO, 2018). Grande parte desse material, que compreende cabeça, carcaça, pele e escamas, é frequentemente destinado à produção de

ração para alimentação de organismos aquáticos, mas outros produtos de maior valor agregado podem ser obtidos, aumentando a renda e ampliando as possibilidades de mercado do produtor.

Dentre os resíduos do pescado, a pele representa grande interesse para o reaproveitamento na forma de couro ou como fonte de colágeno e seus derivados. No caso do couro, o desenho característico da pele de cada espécie confere um caráter exclusivo que atrai setores da moda e de produtos de luxo (Jacinto; Ferrari, 1992). Para gelatina, a utilização de pele de espécies tropicais possibilita a obtenção de um material com maior teor de aminoácidos, ampla aceitação em diferentes culturas e religiões e grande interesse das indústrias farmacêuticas e de alimentos.

A FAO considera o aproveitamento da pele de peixes em produtos de maior valor agregado como uma das ações que contribuem para a *Blue Growth Initiative*. A iniciativa reúne estratégias e ações de melhoria para o uso dos recursos aquáticos, buscando benefícios econômicos, ambientais e sociais (FAO, 2018).

Ações como esta auxiliam no cumprimento da meta 12.5 dos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável 12 - "Consumo e produção responsáveis", elaborado pela ONU, que busca reduzir a geração de resíduos por meio do reuso e reciclagem, em especial os oriundos das atividades agropecuárias.

Sendo assim, o objetivo deste trabalho foi apresentar estratégias de aproveitamento da pele da Tilápia e do Tambaqui, contribuindo para redução de resíduos e possibilitando o aumento da renda dos produtores.

Material e métodos

Amostras

Para o processo de curtimento das peles foram utilizadas Tilápias-do-Nilo (*Oreochromis niloticus*) adquiridas da empresa Maycom Ruiz Guerra dos Santos Eireli (Santa Clara D'Oeste, SP) e Tambaquis (*Colossoma macropomum*, SisGen n° A3B1887) adquiridos da empresa Mar & Rio Pescados (São José do Rio Preto, SP). No processo de extração do colágeno, parcialmente hidrolisado (gelatina), Tambaquis foram adquiridos da empresa Pescados do Vale (Ariquemes, RO), através da empresa Mar & Rio Pescados (São José do Rio Preto, SP). Para conservação das peles, utilizou-se o bactericida Busan 7600 (Buckman, EUA).

Reagentes

As especificações técnicas dos reagentes utilizados nos processos de curtimento e extração de gelatina estão descritas na Tabela 1.

Tabela 1. Lista de reagentes utilizados no processo de curtimento e extração de gelatina.

Reagentes	Fabricante	Composição/Ação
Actan FCT	ATC - Tannery Chemicals	Mistura de taninos naturais e sintéticos/Curtimento e recurtimento
Auxilium N30 BR	Corium Química	Mistura de surfactantes aniônicos e não-aniônicos, livre de nonifenol etoxilado/Surfactante
Busan 30	Buckman	TCMTB (30%)/Fungicida
Busan 7600	Buckman	Bactericida e inibidor de colagenase/Preservação da pele e couro
Buzyme 2103	Buckman	Desengraxante enzimático/Desengraxante
Buzyme 7707	Buckman	Surfactante altamente ativo com enzima/surfactante + lipase (remove gordura durante a imersão, calagem, desencalagem e maceração)
Chromosal B-A	Lanxess	Sulfato básico de cromo/Curtimento
Coriol AGB	Corium Química	Lubrificante à base de álcoois graxos/Lubrificação
Coriol FGL	Corium Química	Lubrificante sintético à base de óleo contendo lecitina/Lubrificação
Coriol K	Corium Química	Lubrificante sintético catiônico/Lubrificação
Coriuntan PA-S	Corium Química	Recurtente polimérico com alto poder amaciante/Recurtimento
Decalon CL	Clariant	Combinação de ácidos orgânicos e sais inorgânicos/Desencalagem
Leukotan 1028*	Rohm and Haas	Recurtente acrílico/Recurtimento
Leukotan 1084*	Rohm and Haas	Recurtente acrílico de alto peso molecular/Recurtimento
Leukotan 970 BR*	Rohm and Haas	Recurtente acrílico/Recurtimento
Resinex Q7	Corium Química	Resina melamínica/Recurtimento
Sulfitrex SLB**	American Chemical	Óleo de peixe refinado, sulfitado e desodorizado/Engraxe
Syantn NN555	Smit & Zoon	Agente neutralizante suave/Basificante
Syantn S	Smit & Zoon	Recurtente/Recurtimento
Tara (Ormotan T)	Silva Team	Taninos de Tara/Curtimento e recurtimento
Zoldine ZA 64	Corium Química	Agente de reticulação de reação rápida à base de oxazolidina/ Agente de reticulação
Ácido acético	Synth	Acidificante/Hidrólise ácida – gelatina
Hidróxido de sódio	Êxodo Científica	Basificante/Remoção de gordura – gelatina

*Leukotan 970, 1028, 1084 foram produzidos pela Rohm and Haas e comercializados no Brasil pela Corium Química.

**O Sulfitrex foi produzido pela American Chemical e comercializado no Brasil pela Corium Química como Coriol MBL.

As etapas envolvidas nos processos de curtimento (Figura 1) e extração de gelatina (Figura 2) estão apresentadas a seguir.

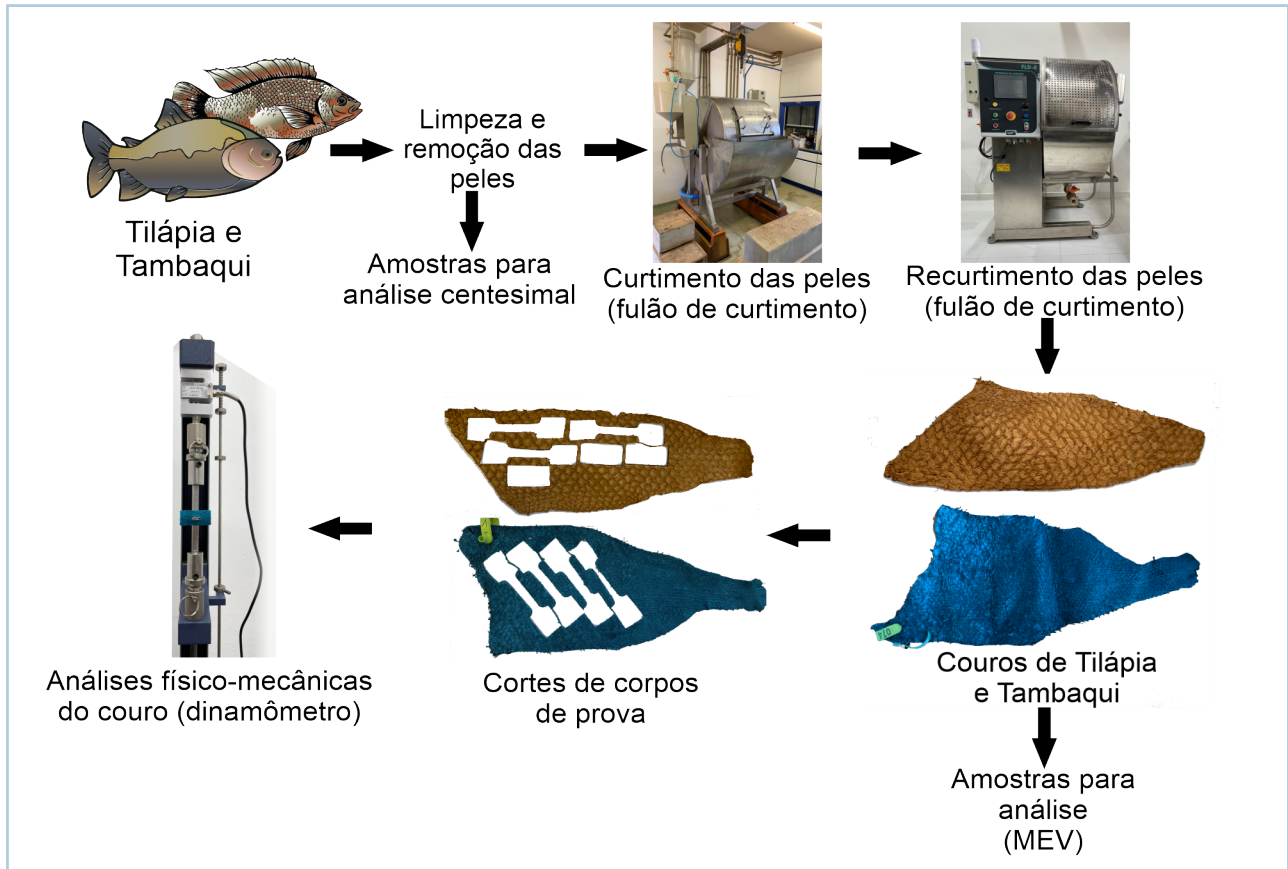


Figura 1. Fluxograma do processo de curtimento das peles e caracterização dos couros de Tilápia e Tambaqui.

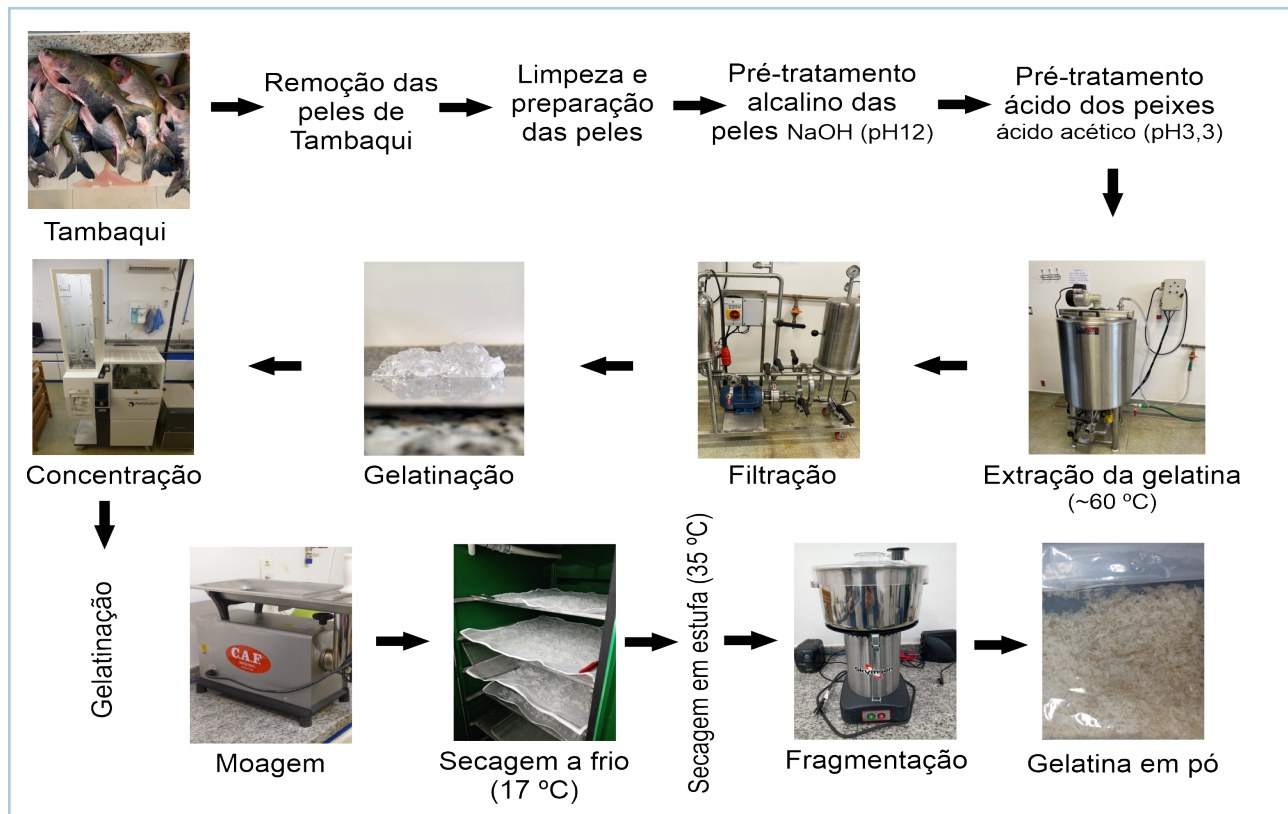


Figura 2. Fluxograma do processo de extração de gelatina a partir da pele de Tambaqui.

Remoção, limpeza e identificação das peles

Linhas de corte na região das guelras, dorsal, ventral e caudal foram realizadas nos peixes resfriados em gelo. Posteriormente, com auxílio de um alicate, as peles foram retiradas, descarnadas e conservadas em sal e bactericida (NaCl e Buzan 7600) até o processamento.

Análise Centesimal das peles

Amostras de pele de Tilápia e Tambaqui (200 g) foram caracterizadas em relação à composição centesimal. Os teores de proteína bruta e cinzas foram determinados pelos métodos 45 (Proteína - Método Dumas) e 5 (Cinzas ou Matéria Mineral), descritos em Compêndio brasileiro de alimentação animal (2017), utilizando 5,62 como fator de conversão de nitrogênio-proteína. O teor de extrato etéreo foi determinado conforme metodologia padrão (American oil Chemists' Society, 2017).

Análise histológica das peles

Fragmentos de pele in natura, obtidos utilizando um punch de seção retangular com dimensões de 11,0 x 6,0 mm, foram fixados em formaldeído neutro tamponado (10%, pH 7,4) durante 24 horas. No preparo da solução de formaldeído tamponado, 100 mL de formaldeído (37-40%) foram misturados a 900 mL de água, 4 g de fosfato de sódio monobásico e 6,5 g de fosfato de sódio dibásico (Prophet et al., 1995). Após a fixação, procedeu-se ao processamento das amostras pelas técnicas histológicas de rotina com corte em micrótomo de 6 μm , coloração em Tricrômico de Masson (TM), inclusão em blocos de parafina e montagem em lâmina de vidro permanente (Prophet et al., 1995). As imagens dos cortes histológicos das peles foram obtidas em microscópio óptico Leica DM 2500P de luz polarizada, posicionando a platina circular giratória do microscópio em ângulo de 45°.

Processo de curtimento das peles

O processo de curtimento das peles foi realizado seguindo as etapas de pré-curtimento (remolho, caleiro, desencalagem, purga), curtimento (píquel, curtimento) e recurtimento/engraxe (desacidificação, recurtimento, tingimento e engraxe). A partir da massa das peles, foram calculados os volumes de água e reagentes (mm^{-1}). Fatores como pH, temperatura da água, velocidade e tempo de

rotação do fulão foram monitorados durante todo o processo. A sequência de operação, quantidade de reagentes e pontos de controle estão apresentados nas Tabelas 2, 3 e 4 para Tilápia e Tabelas 5, 6 e 7 para Tambaqui.

Na etapa de recurtimento (Tabela 4), as peles de Tilápia foram divididas em dois grupos, sendo 42 tingidas de coloração castanho escuro (TCE) e 100 com coloração castanho-alaranjado (TCA). No caso do Tambaqui (Tabela 7), as peles foram tingidas em coloração azul turquesa. As cores foram escolhidas com base nos reagentes de tingimento (anilinas) disponíveis no laboratório e possíveis aplicações dos couros (chaveiros e carteiras).

Ao final do processo, os couros foram secos naturalmente, dispostos em um varal ao abrigo do sol. O amaciamento dos couros foi realizado manualmente, após a reumidificação, friccionando o material sobre a lateral de uma mesa sucessivas vezes.

Processo de extração da gelatina da pele do Tambaqui

Pré-tratamento alcalino das peles

O processo de extração da gelatina foi realizado em bateladas de 4 kg de pele. Primeiramente, as peles salgadas foram imersas em água na proporção de 1:4 (pele:água) utilizando um fulão de aço inox (0,8 m de comprimento x 1,0 m de diâmetro) em rotação de 10 rpm até atingir concentração de sal igual a zero (medida em °Baumé utilizando um areômetro), sendo realizada a troca da água a cada 10 minutos. Após a lavagem, as peles foram tratadas com hidróxido de sódio 0,1 M na proporção de 1:8 (pele:solução) para remoção das proteínas globulares, resíduo de gordura e limpeza das fibras de colágeno. O pH foi mantido próximo a 12 e o fulão permaneceu em rotação lenta durante duas horas. Ao final do processo, as peles foram lavadas com água durante 10 minutos a 10 rpm.

Pré-tratamento ácido das peles

Após o tratamento alcalino, as peles foram colocadas em sacos de poliéster telado com zíper, imersas em solução de ácido acético 0,1 M na proporção de 1:8 (pele:solução), mantidas sob agitação (36 rpm) em um reator encamisado (80 L - Usinox, Batatais, SP) durante 16 horas. A adição de ácido acético foi feita de maneira lenta até atingir pH próximo a 3,5 na intenção de obter maior controle do processo e evitar a hidrólise total do material.

Tabela 2. Etapas de pré-curtimento das peles de Tilápia.

Etapas	Tilápia						
	Água (%)	Reagente	Quantidade de reagente(%)	Temperatura °C	Minutos	pH	Observação
Remolho	100			25			
		Auxilan N30 BR	0,3		40		Drenar
	100			25			
		Auxilan N30 BR	0,3				
		Buzyme 2103	0,06		90		Drenar
Caleiro	100			25			
		Auxilan N30 BR	0,3				
		Busan 7600	0,3		30		Drenar
	200			25			
Caleiro		Sulfeto de sódio	2,0		60		
		Cal (Ca(OH) ₂)	2,0				
		Auxilan N30 BR	0,3		rodar à noite		7 min de agitação. 20 min de pausa. Drenagem
Desencalagem	200			25			
		Buzyme 7707	0,06				
		Auxilan N30 BR	0,3		60		
		Buzyme 7707	0,1				
		Auxilan N30 BR	0,3		30		
		Ácido láctico	0,2		15	10,5	
Purga		Ácido láctico	0,4		15	8,8	Drenar
	100			32			
		Buzyme 7706	0,1				
		Auxilan N30 BR	0,3		60	8,9	
		Decalon CL	0,5		20	8,2	
	Ácido láctico	0,15		20	7,1	Drenar	

Tabela 3. Etapas de curtimento dos couros de Tilápia.

Etapas	Tilápia						
	Água (%)	Reagente	Quantidade de reagente(%)	Temperatura °C	Minutos	pH	Observação
Píquel	100			25			
		Cloreto de sódio	12		20		6,0° Baumé
		Ácido fórmico	2,0		90	3,4	Diluído 1:10 com água. Adicionado em 3 x de 10' e 60' de rotação adicional.
Curtimento	100	Água (do Píquel)		25			
		Cromosal B-A	5,0		450		(Pó com 33% de basicidade); rodar 7'/parar 30'
		Cromosal B-A	5,0		450		(Pó com 33% de basicidade); rodar 7'/parar 30'
		Coriol AGB	0,5				
		Sulfitrex SLB	0,5		30		
		Busan 30	0,06		45	2,4	
		Formiato de sódio	1		45	2,9	
		Bicarbonato de sódio	1		45	3,3	
		Bicarbonato de sódio	0,6		45	3,6	
		Zoldine ZA 64	4,0		45	4,3	
		Leukotan 1028	3		720	4,0	Rodar 5', parar 10'. Drenar, enxaguar. Cavaletar durante a noite.

Tabela 4. Etapas de recurtimento ao engraxe dos couros de Tilápia.

Etapas	Tilápia						
	Água (%)	Quantidade de reagente(%)	Temperatura °C	Minutos	Quantidade de reagente(%)	pH	Observação
Recondicionamento	200			25			
		Ácido oxálico	0,2		20	3,3	Drenar e enxaguar
Desacidificação	100	Formiato de sódio	2,0	25	40	4,5	Drenar/Enxaguar
		Formiato de sódio	0,5		40	4,5	
		Syntan NN555	3,0		40	4,9	
Recurtimento I/ Pré lubrificação	100	Leukotan 1084	3	25	40		
		Sulfitrex SLB	1				
		Coriuntan P-AS	3		60		
		Syntan S	3				
Tingimento Fixação	200	Anilina	0,75	70	60	5,1	Drenar/Enxaguar
		Ácido fórmico	0,5		15	4,2	
		Ácido fórmico	0,2		15	4,1	
Recurtimento II	200	Syntan NN555	3,0	60			
		Actan FCT	2,5				
		Tara (Ormotan T)	5,0		45		
Recurtimento III/Engraxe		Leukotan 970 BR	2,5		45		
		Coriol FGL	3,0				
		Coriuntan P-AS	2,0		45		
		Actan FCT	2,5				
		Syntan S	2,0		45		
		Leukotan 970 BR	2,5				
		Resinex Q7	2,0		120		
Fixação	150	Ácido oxálico	0.3	60	5	4	Drenar
		Ácido fórmico	1.5		45		
		Coriol K	0.5		15		
	200			25			Drenar/Enxaguar

Tabela 5. Etapas de pré-curtimento das peles de Tambaqui.

Etapas	Tambaqui						Observação
	Água (%)	Quantidade de reagente(%)	Temperatura °C	Minutos	Quantidade de reagente(%)	pH	
Remolho	200			25			
		Cloreto de sódio	20				
		Busan 7600	0,1		1440		Em bombona/Drenar
	200			25	10		7° Baumé/Drenar
	100			25	10		2,5° Baumé/Drenar
	100			25			
		Auxilan N30 BR	0,3		10		0,5° Baumé/Drenar
	100	Auxilan N30 BR	0,3	25	10		0,0° Baumé/Drenar
	200	Carbonato de sódio	0,2	25			
Caleiro		Auxilan N30 BR	0,3		240		Rodar 10'/h; Drenar/lavar
	200			25	10		pH 8,5-9,5; <2,0 °Baumé; drenar/lavar
		Sulfeto de sódio	1,5				
		Auxilan N30 BR	0,4				
		Cal (Ca(OH) ₂)	0,5		180		
		Cal (Ca(OH) ₂)	2,0		60		
	100			25	840		Rodar 10'/h (Total = 14h)/Drenar
	200			25	10		Drenar
	200			25			
Desencalagem	200	Cloreto de Amônio	0,5	25	10		Drenar
	200	Cloreto de amônio	2,0				
		Decalon CL-B	1,0				
		Auxilan N30 BR	0,6		20	8,2	Teste corte fenolftaleína; pH<8,2
Purga	100			37	5		Drenar
	200			37	5		Drenar
	200			30-34			
		Rohapon OPB	0,05				
		Auxilan N30 BR	0,6		60		Teste da impressão digital
	100	Ácido fórmico	0,1	25	60	6,8	Drenar
	100	Cloreto de amônio	1,0	25	60	7,3	Drenar
	Auxilan N30 BR	1,0					

Tabela 6. Etapas de curtimento dos couros de Tambaqui.

Etapas	Tambaqui						Observação
	Água (%)	Quantidade de reagente(%)	Temperatura °C	Minutos	Quantidade de reagente(%)	pH	
Píquel	100			25			
		Cloreto de sódio	10,0		10		4,0° Baumé
		Cloreto de sódio	5,0		10		6,5° Baumé
		Ácido fórmico	2,0		80	3,2	Diluído 1:10 com água. Adicionado em 2 x de 10' e 60' de rotação adicional. Rodar 10'/h (Total: 14 hs)
Curtimento		Água (do Píquel)		25			
		Cromosa B-A	10,0		60	2,8	
		Zoldine ZA 64	3,0				
		Leukotan 1028	5,0				
		Sulfitrex SLB	0,5				
		Coriol AGB	0,5		40		
		Auxilan DP	0,2		90		
		Formiato de Sódio	1,0		20	3,2	
		Bicarbonato de Sódio	0,5		30	3,3	
		Formiato de Sódio	1,0		20	3,5	
		Bicarbonato de sódio	0,5		20	3,5	
	Bicarbonato de sódio	1,0		20	4,1	Drenar	

Tabela 7. Etapas do recurtimento ao engraxe dos couros de Tambaqui.

Etapas	Tambaqui						Observação
	Água (%)	Quantidade de reagente(%)	Temperatura °C	Minutos	Minutos	pH	
Recondicionamento	200			35			
		Ácido Fórmico	0,2				
		Ácido Oxálico	0,2				
		Auxilan N30 BR	1,0		20	3,4	Drenar
Recurtimento I/ Pré lubrificação	100			35			
		Cromosal B-A	3,0				
		Sulfitrex SLB	1,0		30		
		Coriuntam P-AS	3,0		30		
Desacidificação		Coriuntam 1084	6,0		30		
		Formiato de sódio	2,0		20	4,5	
		Bicarbonato de sódio	1,5	40	90	5,9	Drenar
	200			25	10		Drenar
Recurtimento II	60			25			
		Seta SUN	4,0				
		Coriuntam NF	3,0				
		Zoldine ZA 64	0,5				
Tingimento		Coriuntam N555	3,0				
		Anilina	4,0		45		Ver corte (atravessamento da anilina)
		Leukotan 8090	5,0		25		
Fixação	150			50			
		Ácido fórmico	1,5		15	4,7	
		Ácido fórmico	1,0		15	4,3	Drenar
	200			55	10		Drenar
Engraxe	200			55			
		Ácido fórmico	0,2		10		Drenar
		Coriol FGL	5,0				
		Coriol AGB	3,0				
Fixação		Sulfitrex SLB	2,0				
		Auxilan DP	0,5		45		
		Ácido fórmico	1,2	55	20	4,3	
		Ácido fórmico	1,2		15	3,4	
		Ácido fórmico	0,5		15	3,2	
		Catalix GS-BR	1,0		15	3,0	Drenar
	200		25				Drenar/Enxaguar

Extração da gelatina

Após o período de tratamento ácido, a extração de gelatina foi realizada utilizando o mesmo reator a uma temperatura em torno de 60 °C. O caldo extraído foi então bombeado até um filtro em aço inox previamente aquecido, equipado com duas unidades do elemento filtrante em forma de cartucho (Zeta Plus S, 3M - Sumaré, SP) compostos por celulose, resina catiônica e auxiliares filtrantes inorgânicos. Os caldos permaneceram em recirculação no sistema durante cinco minutos e, após a filtração completa, foram armazenados em sacos de polipropileno e mantidos na geladeira overnight para completa gelatinização.

Concentração

Antes de iniciar a concentração, os caldos foram previamente aquecidos em banho-maria (60 °C) até a completa fusão do gel. Em seguida, a gelatina fundida (6 L por batelada) foi transferida para um balão de vidro com fundo redondo (capacidade total de 20 L), mantida sob rotação e aquecimento em banho-maria a 75 °C, utilizando um evaporador rotativo (Heidolph, Alemanha). À medida que a pressão do sistema foi reduzida, a água começou a evaporar, atingindo temperatura de vapor de 45 °C a 90 mbar. A evaporação do caldo foi feita até que a concentração de sólidos solúveis atingisse valor próximo a 5° Brix. A amostra foi então recolhida, armazenada em sacos de polipropileno e mantida refrigerada até a gelatinização completa.

Moagem, secagem e fragmentação

As amostras gelatinizadas foram moídas utilizando um moinho de facas (C.A.F, Rio Claro/SP) e distribuídas em bandejas de aço inox cobertas com tela de polímero. A primeira secagem do material foi feita em secador vertical de bandejas com circulação de ar (17 °C) por um período de 24 horas. Posteriormente, as amostras de gelatina secas a frio foram mantidas em estufa a 35 °C por mais 24 horas para finalização da secagem. O material seco foi então fragmentado utilizando um cutter industrial em aço inox de 8 L (220 V) (Skymssen, Brusque/SC) e armazenado em sacos de polipropileno até a realização das análises qualitativas.

Avaliação qualitativa dos couros

Análise dos couros por microscopia eletrônica de varredura

Para a avaliação por microscopia eletrônica de varredura (MEV), os couros foram cortados com lâmina de barbear e fixados em stub semicircular (Figura 3) utilizando fita carbono. As imagens foram obtidas através de um microscópio eletrônico de varredura (FEI Quanta 250), operado no modo baixo vácuo (LV) e com voltagem de aceleração de 15 kV.



Figura 3. Stub com 13 mm de diâmetro utilizado para fixação dos couros e obtenção das imagens por MEV.

Propriedades mecânicas dos couros – ensaios de resistência à tração e ao rasgamento

Na avaliação qualitativa dos couros de tilápia castanho escuro (TCE), os corpos de prova (CPs) foram retirados nas direções dorso-ventral e ventre-dorsal (em relação ao eixo céfalo-caudal do peixe). Para os couros de Tilápia castanho-alaranjado (TCA) e os couros de Tambaqui, os cortes foram feitos nas direções paralela, perpendicular, dorso-ventral e ventre-dorsal (Figura 4). Em todos os ensaios foram retirados três corpos de prova para cada teste e direção de corte.

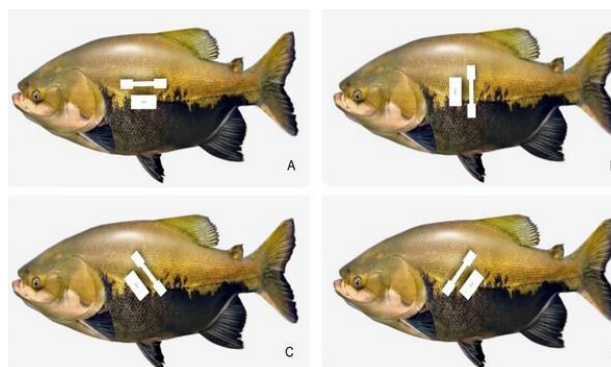


Figura 4. Direções de corte dos corpos de prova paralela (A), perpendicular (B), dorso-ventral (C) e ventre-dorsal (D) obtidos em relação à linha céfalo-caudal, utilizados para os ensaios de tração e rasgamento dos couros.

Credito: The International Game Fish Association - IGFA

A determinação da espessura das amostras, o condicionamento ($23^{\circ}\text{C} \pm 2,0^{\circ}\text{C}$ e umidade relativa de $50\% \pm 5\%$) e os parâmetros de ensaio de resistência à tração e ao rasgamento seguiram as metodologias estabelecidas pelas normas ISO (International Organization for Standardization, 2012, 2016a, 2016b, 2020).

Avaliação qualitativa da gelatina de pele de Tambaqui

As propriedades qualitativas das amostras de gelatina foram determinadas de acordo com os procedimentos oficiais descritos no guia de análise padrão do Gelatin Manufacturers Institute of America (2019).

Rendimento

O rendimento do processo de extração foi calculado em relação ao peso de gelatina seca e o peso da pele limpa, em base seca, de acordo com a equação a seguir:

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{\text{massa gelatina seca}}{\text{massa da pele limpa em base seca}} \times 100$$

Composição de aminoácidos

A determinação do teor de aminoácidos totais e livres foi realizada por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) com coluna de fase reversa (Shimadzu Corporation, Tokyo, Japan) equipado com coluna Phenomenex-Luna C18 ($250 \times 4,6$ mm, $5 \mu\text{m}$; Phenomenex Inc., Torrance, USA), com detector DAD $\lambda=254\text{nm}$, de acordo com metodologia descrita por White et al. (1986) e Hagen et al. (1989). Para a identificação e quantificação foram utilizados o padrão externo (Standard H, marca Pierce, P/N 20088) e padrão interno (ácido alfa-aminobutírico - Aldrich, Milwaukee-USA). Fase móvel A: Tampão acetato $0,036 \text{ Mol L}^{-1}$ pH 6,4 com 60 mL de acetonitrila e Fase Móvel B: Acetonitrila 40%. Gradiente de 45 minutos, vazão de $1,0 \text{ mL min}^{-1}$, volume injetado: $50 \mu\text{L}$, com a temperatura da coluna em 50°C . O teor de triptofano foi determinado usando o método enzimático - espectrofotométrico de Spies (1967).

Força de gel

Para a determinação da força de gel, expressa em valores de Bloom (g), soluções com 6.67% (m/v) de gelatina foram preparadas em frascos de Bloom, mantidos sob agitação a 60°C durante 20 minutos. Após resfriamento até temperatura ambiente, as

amostras foram refrigeradas a 10°C por um período de 16 horas para gelatinização completa. A resistência à penetração (4 mm) dos géis foi avaliada utilizando um probe cilíndrico com 125 mm de diâmetro em um texturômetro (Stale Microsystems TA.XT2I) a uma velocidade constante de $0,5 \text{ mm/s}$. As medidas foram feitas em triplicata e o resultado obtido para força máxima expresso em Bloom.

Turbidez

A Turbidez da gelatina filtrada foi avaliada utilizando um turbidímetro portátil 2100Q (Hach, USA). As medidas foram feitas em triplicata e os resultados expressos em unidades nefelométricas de formazina (FNU).

Cor

A cor das amostras de gelatina foi determinada utilizando os parâmetros da escala Cielab L^* , a^* , b^* , onde L^* indica a variação da luminosidade (preto para o branco), o a^* indica a variação de cor entre verde (-) e vermelho (+) e b^* indica a variação de cor entre azul (-) e amarelo (+). As amostras de gelatina em pó foram colocadas em placas de petri com 80 mm de diâmetro e a leitura feita em colorímetro Hunter com iluminante D65, em triplicata.

Análise estatística

Na avaliação estatística dos resultados obtidos para os couros de Tilápia-castanho-escuro (TCE), os dados de tração e rasgamento foram analisados a partir de um delineamento inteiramente casualizado com duas direções (dorso-ventral e ventre-dorsal) de corte dos corpos de prova (DCP). Os dados foram submetidos à análise de variância pelo PROC GLM SAS (2010), considerando o modelo dos efeitos de DCP e peso da pele como covariável. No caso dos resultados obtidos para os couros de Tilápia-castanho-alaranjado (TCA), os modelos consideraram os efeitos fixos das quatro direções de corte dos corpos de prova (DCP): paralela (PR), perpendicular (PP), dorso-ventral (DV), ventre-dorsal (VD) e os lados (L), direito e esquerdo do peixe. Para o Tambaqui foram considerados apenas os efeitos das quatro direções de corte dos corpos de prova (DCP). Para as comparações múltiplas das médias foi utilizado o teste de Tukey em nível de 5% de significância. Os dados coletados na extração de gelatina de Tambaqui foram expressos em relação à média e desvio padrão.

Resultados e Discussão

Análise centesimal das peles

Os valores médios da análise centesimal da pele de Tilápia e Tambaqui estão apresentados na Tabela 8. A Tilápia apresentou valores (em base úmida) de 60,1%, 31,2%, 4,5% e 0,6% para os teores de umidade, proteína, lipídios e cinzas, respectivamente. Para o Tambaqui, os valores foram de 69,7% de umidade, 27,1% de proteína bruta, 1,2% de lipídios e 0,2% de cinzas. Fatores como alimentação, espécie, clima e idade de abate tornam comum as variações na composição da pele dos peixes (Simões et al., 2007, Franco et al., 2013; Li et al., 2018).

Conhecer a composição centesimal das peles, principalmente o teor de lipídios, é muito importante para adequação de algumas etapas dos processos de curtimento e extração de gelatina. Em ambos os processos, altos teores de gordura podem ser prejudiciais à qualidade do produto final. No caso do curtimento, segundo Hoinack (1989), o ideal é trabalhar com peles que apresentem teor máximo de 4% de gordura, em base seca. Valores maiores exigem um processo de limpeza mais demorado e um caleiro mais eficiente. A presença de gordura residual nas peles prejudica a difusão dos produtos químicos no interior dos feixes das fibras de colágeno, comprometendo a qualidade do couro. No caso da gelatina, altos teores de gordura vão exigir pré-tratamento alcalino e filtração mais eficientes. A presença de gordura residual no caldo de gelatina leva à obtenção de um produto turvo, opaco e com odor indesejável.

Análise histológica das peles de Tilápia e Tambaqui

A derme dos peixes é formada por feixes de fibras de colágeno orientados paralelamente entre si, organizados em camadas dispostas de forma helicoidal

ao redor do corpo. Conforme observado na Figura 5, que mostra a estrutura da pele de Tilápia (Figura 5A) e Tambaqui (Figura 5B), as camadas sobrepostas são evidenciadas por feixes de fibra de colágeno brilhantes (seta 1) intercaladas por feixes de fibras de colágeno escuros (seta 2). Os feixes de fibras de colágeno brilhantes indicam que a direção de vibração difere dos feixes de fibras de colágeno escuros.

A visualização dessa estrutura por microscopia de luz polarizada é possível devido à propriedade birrefringente do colágeno (Vidal, 2003). Materiais birrefringentes são capazes de decompor o raio de luz polarizado em duas componentes ortogonais. Uma vez que o polarizador e o analisador estão com seus eixos de transmissão orientados em um ângulo de 90°, forma-se um campo escuro e apenas os raios refratados (materiais birrefringentes) podem ser observados no microscópio. Portanto, regiões de maior brilho são observadas quando o material está posicionado a 45° dos polarizadores. Todavia, quando paralelos ou perpendiculares a um dos polarizadores, ocorre a extinção da birrefringência, apresentando regiões escuras (Vidal, 2003; Ribeiro et al., 2013; Liu et al., 2021).

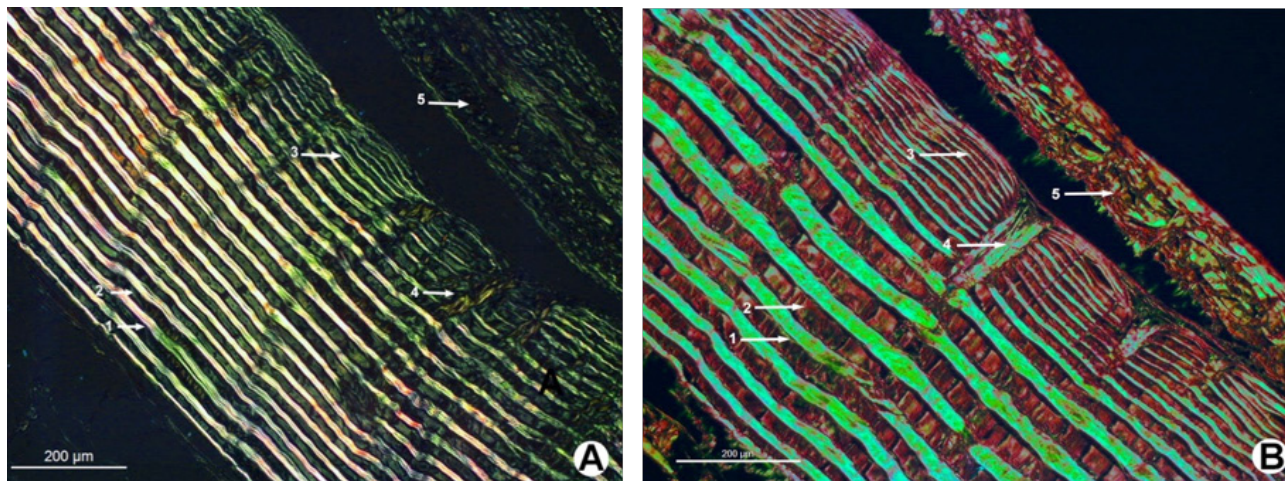
Inserções de fibras de colágeno verticais (seta 4) podem ser observadas em ambas as imagens. Essas estruturas unem as camadas superficiais às mais profundas, impedindo o deslizamento entre elas (Junqueira et al., 1970) e estão presentes também em outros organismos aquáticos como rãs (Greven et al., 1995) e enguias (Fishelson, 1996).

Outros estudos também reportaram a distribuição dos feixes de fibra de colágeno em camadas sobrepostas (Nadol et al., 1969; Junqueira et al., 1983), orientados em diferentes angulações (Hebrank; Hebrank, 1986) para diferentes espécies aquáticas.

Tabela 8. Valores médios da composição centesimal da pele 'in natura' da Tilápia e Tambaqui.

Espécie de peixe	Umidade (%)	Proteína bruta		Lipídios		Teor de cinzas	
		(% b.u.)	(% b.s.)	(% b.u.)	(% b.s.)	(% b.u.)	(% b.s.)
Tilápia	60,07	31,18 ± 0,45	78,07 ± 1,12	4,50 ± 0,12	11,28 ± 0,29	0,56 ± 0,03	1,39 ± 0,08
Tambaqui	69,07	27,10 ± 0,02	89,28 ± 0,07	1,17 ± 0,08	3,84 ± 0,26	0,24 ± 0,03	0,78 ± 0,11

Média de três repetições ± o desvio padrão.
b.u.= base úmida; b.s.= base seca.



Fotos: Manuel Jacintho

Figura 5. Imagens de corte histológico de pele de Tilápia (A) e Tambaqui (B) da região central (entre cabeça, cauda, dorso e ventre), evidenciado por microscopia ótica de luz polarizada. Camadas com feixes de fibras brilhantes apresentam a mesma direção de vibração (seta 1), alternando com camadas de feixes de fibras de colágeno com diferente direção de vibração (seta 2), feixes de fibras de colágeno da derme superficial (seta 3), fibras de colágeno dispostas verticalmente (seta 4), lamélula da escama (seta 5). Coloração com tricrômico de Masson e utilização de filtro de compensação na observação da amostra B.

No couro, essa estrutura é mantida e possui forte ligação com o comportamento físico-mecânico do material, interferindo no seu aspecto qualitativo. Apesar de ter sido abordada em outros trabalhos, falta na literatura estudos recentes que correlacionam a organização dos feixes de fibras de colágeno na pele dos peixes com as propriedades intrínsecas do couro, chamando a atenção para o estabelecimento de normas de amostragem específicas.

Análise dos couros por microscopia eletrônica de varredura

Assim como na pele, o couro de peixe apresenta camadas de feixes de fibra de colágeno sobrepostas, orientadas de maneira oblíqua à camada precedente. Devido à ação dos produtos químicos durante o processo de curtimento, algumas diferenças da pele quanto à espessura e curvatura das camadas podem ser observadas.

Amostras de couros de Tilápia e Tambaqui foram recortadas nas direções paralela (Figura 6A) e ventre-dorsal (Figura 6B), respectivamente, e analisadas em MEV. As imagens exibem camadas de feixes de fibras de colágeno organizados em uma mesma direção (setas 1), alternadas por camadas com feixes orientados em direção distinta à precedente (setas 2).

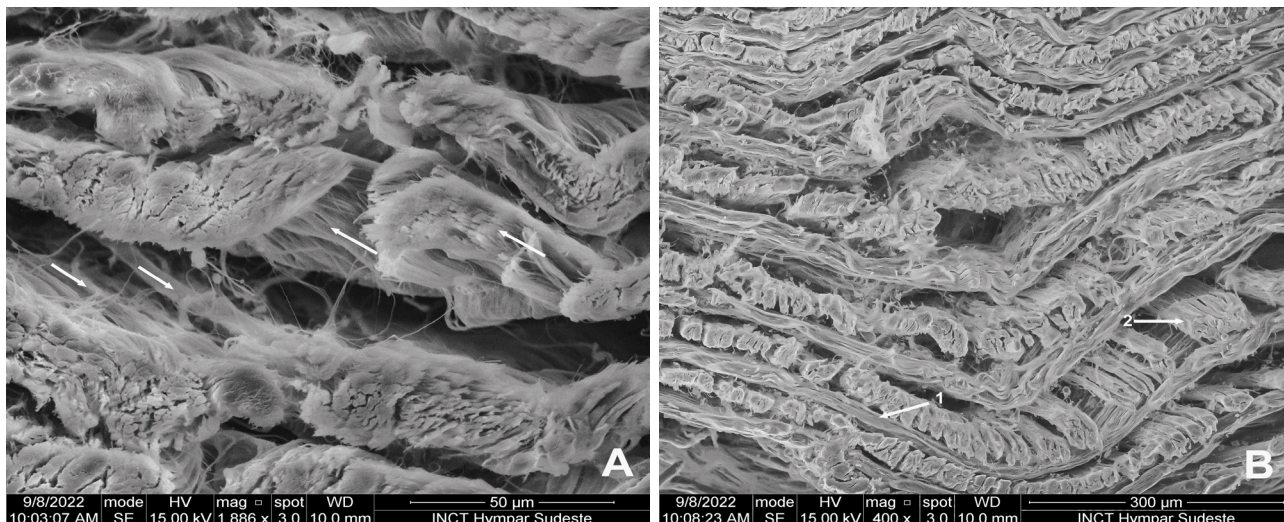
As eletromicrografias evidenciam que diferentes arranjos entre as fibras de colágeno podem ser obtidos dependendo da direção de corte do couro. No couro da Tilápia cortado na direção paralela

ao eixo céfalo-caudal (Figura 5A), as camadas apresentam fibras curtas surgindo na forma de 'topos'. Para o corte ventre-dorsal, camadas de fibras na forma de topos são alternadas por camadas de fibras longas, alinhadas na direção de aplicação da força de tração. Por essa razão, o comportamento físico-mecânico dos couros pode sofrer variações dependendo da direção em que os corpos de prova foram retirados.

Propriedades mecânicas dos couros

Tendo em vista a morfologia da pele e do couro, diferentes arranjos entre os feixes de fibra de colágeno de um corpo de prova (CP) podem ser obtidos, dependendo da direção de corte dos couros. Uma vez que os ensaios mecânicos de tração e rasgamento medem a resistência das fibras submetidas a uma tensão, o tipo de arranjo e entrelaçamento entre elas pode influenciar essa resposta. Nesse estudo, além das direções de corte paralela e perpendicular estabelecidas nas normas para avaliação do couro de mamíferos, cortes oblíquos (dorso-ventral e ventre-dorsal, em relação à linha céfalo-caudal) também foram avaliados.

Na primeira avaliação dos couros de Tilápia castanho escuro (TCE), os corpos de prova foram cortados nas direções dorso-ventral e ventre-dorsal. Os dados obtidos nos ensaios de resistência à tração, alongamento e força de rasgamento estão apresentados na Tabela 9.



Fotos: Luciana dos Reis Fernandes

Figura 6. Imagem de MEV do corte perpendicular à superfície do couro de Tilápia (A) e Tambaqui (B) da região central (entre cabeça e cauda, e dorso e ventre). Couro de Tilápia (A) cortado paralelamente ao eixo céfalo-caudal, apresentando camadas com feixes de fibras de colágeno em direções distintas. Couro de Tambaqui (B) cortado na direção ventre-dorsal apresentando camadas com feixes de fibras de colágeno na mesma direção (seta 1), alternadas com camadas de feixes de fibras de colágeno em outra direção (seta 2).

Tabela 9. Dados das análises de resistência à tração, alongamento, força de rasgamento e espessura de rasgamento do couro de Tilápia castanho escuro.

Direção	Resistência à tração (N/mm ²)	Alongamento (%)	Força de Rasgamento (N)
	Média ± Erro padrão	Média ± Erro padrão	Média ± Erro padrão
Dorso-ventral	9,61 ± 0,21b	54,71 ± 0,69a	92,46 ± 2,30a
Ventre-dorsal	10,76 ± 0,22a	55,94 ± 0,70a	84,39 ± 2,30b
Combinação ⁽¹⁾	10,19 ± 0,18	55,26 ± 0,78	88,42 ± 2,76
Coefficiente de variação (%)	11,45	9,13	20,23

Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença estatisticamente significativa ($p \leq 0,05$).

⁽¹⁾Combinação = média entre os cortes dorso-ventral e ventre-dorsal.

Os resultados indicam que as amostras cortadas nas direções dorso-ventral (DV) e ventral-dorsal (VD) apresentaram diferença estatística significativa para resistência à tração e força de rasgamento ($p \leq 0,05$), mas não para o alongamento ($p > 0,05$).

Para uma avaliação adequada, os corpos de prova para os ensaios físico-mecânicos devem ser retirados de cada amostra em uma mesma posição e direção. Tais limites estão estabelecidos nas normas para avaliação qualitativa do couro de mamíferos (International Organization for Standardization, 2002).

Porém, no caso de peixes, existe uma grande variação de tamanho entre as espécies, o que dificulta a determinação de um local de amostragem padrão para o couro. Em alguns casos, por exemplo, não é possível retirar todos os corpos de prova necessários do mesmo lado.

Dessa forma, a fim de verificar uma possível influência do lado ao qual pertence a pele destinada ao curtimento, uma segunda avaliação foi feita com os couros de Tilápia castanho alaranjado (TCA).

Levando em consideração não apenas o lado, mas também as quatro direções de corte, que resultam em diferentes arranjos dos feixes de fibra de colágeno, uma avaliação mais aprofundada foi feita para os couros TCA e os resultados estão apresentados na Figura 7.

Analisando os dados apresentados da Figura 7, observa-se que não houve diferença estatística significativa entre os lados ($p > 0,05$). No entanto, os resultados mostram que a direção de corte dos corpos de prova influenciou o comportamento mecânico dos couros ($p \leq 0,05$). Para resistência à tração, a direção perpendicular apresentou o maior valor, sendo menor para a direção paralela. No caso do alongamento,

amostras cortadas na direção paralela apresentaram maior alongação, enquanto as amostras cortadas nas direções ventre-dorsal (VD) e dorso-ventral (DV) apresentaram os menores valores médios.

Para a força de rasgamento, as direções perpendiculares e VD apresentaram os maiores valores e similaridade estatística. Esses resultados demonstram a anisotropia mecânica das fibras de colágeno que compõem o couro, conforme identificado por Wairimu et al. (2019).

Os autores avaliaram as propriedades mecânicas do couro de Perca-do-Nilo (*Lates niloticus*) cortado nas direções paralela e perpendicular à linha dorsal do peixe, observando diferença entre elas. Materiais anisotrópicos apresentam diferentes propriedades físicas, dependendo da direção em que são analisados (Sherman et al., 2015).

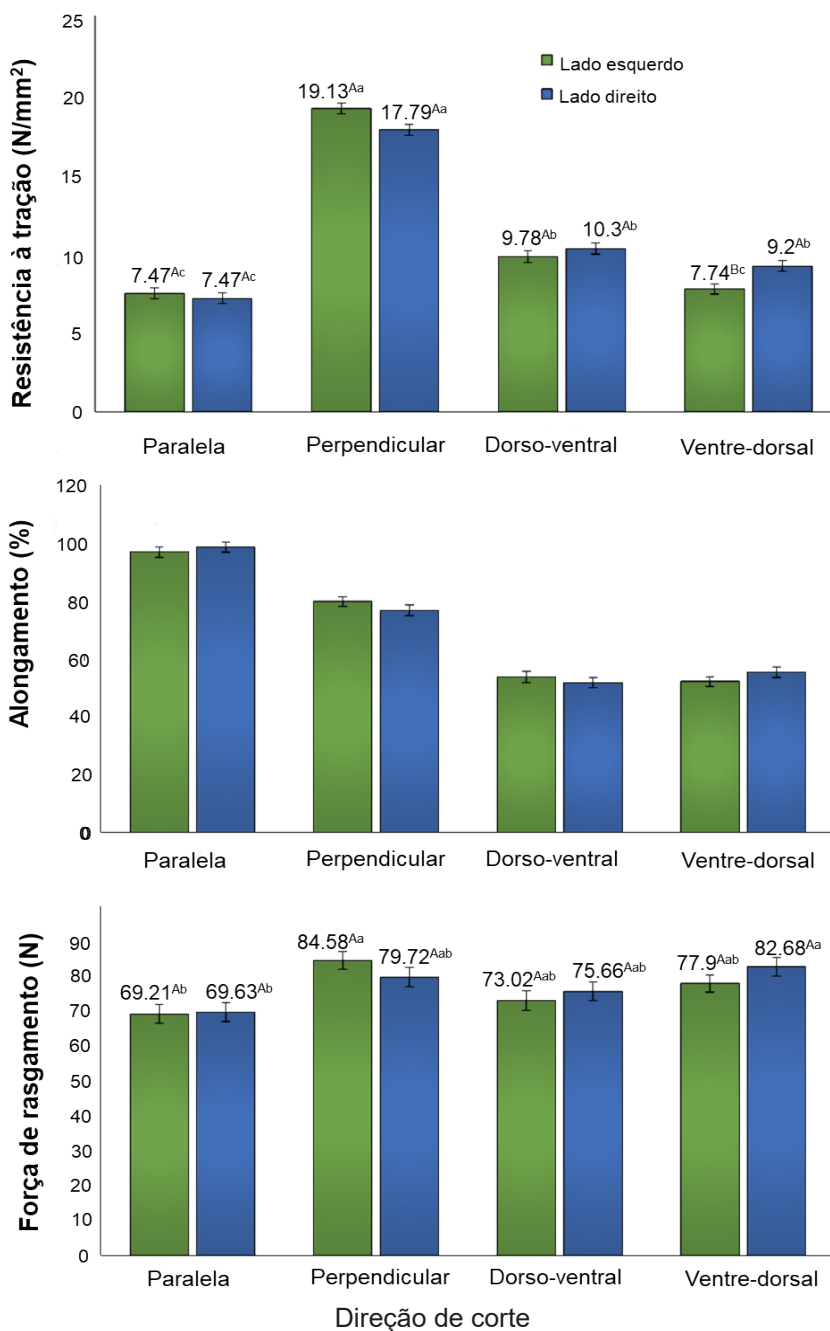


Figura 7. Propriedades mecânicas de resistência à tração, alongamento e força de rasgamento dos couros de Tilápia castanho alaranjado (TCA) cortado nas direções paralela (PL), perpendicular (PP), dorso-ventral (DV) e ventre-dorsal (VD) em relação à linha céfalo-caudal, referentes aos lados esquerdo (verde) e direito (azul) do animal. Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa ($p \leq 0,05$) entre os cortes. Letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa ($p \leq 0,05$) entre os lados.

Com base nos resultados obtidos para os couros de Tilápia, o efeito lado do peixe foi desconsiderado, e no experimento com o couro de Tambaqui, apenas a influência das quatro direções de corte dos corpos de prova foi investigada. Os aspectos qualitativos intrínsecos dos couros de Tambaqui, revelados pelas propriedades mecânicas, estão apresentados na Figura 8.

Analisando os resultados de resistência à tração, alongamento e força de rasgamento (Figura 8), observa-se que houve diferença significativa ($p \leq 0,05$) entre os tratamentos. O corte na direção perpendicular apresentou maior resistência à tração, como relatado em outros estudos (Hilbig et al., 2013; Souza et al., 2017, 2021). Cortes na direção ventredorsal (VD) aparecem em segundo lugar com 15,3 N/mm² de resistência à tração.

Esses resultados são atribuídos ao maior alinhamento das fibras em relação ao eixo de aplicação da força de tensão. A direção de corte perpendicular ao eixo céfalo-caudal demonstrou menor valor de resistência (8,38 N/mm²) e maior porcentagem de alongamento (77,92%).

Os resultados de resistência à tração e força de rasgamento, aliados às imagens obtidas em microscopia de luz polarizada e MEV, demonstraram que a orientação característica dos feixes de fibras de colágeno nas peles/couros dos peixes tem influência sobre as propriedades mecânicas do couro.

Esses resultados evidenciam a necessidade de se elaborar normas técnicas para amostragem padronizada desse material para facilitar a comparação científica entre os resultados qualitativos.

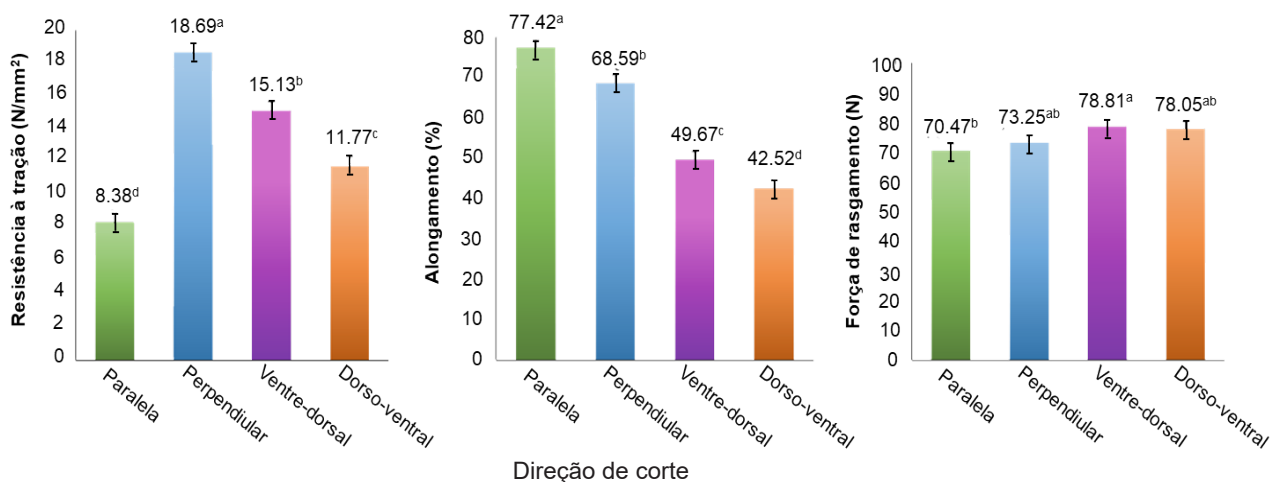


Figura 8. Propriedades mecânicas de resistência à tração, alongamento e força de rasgamento do couro de Tambaqui cortados nas direções paralela (PL), perpendicular (PP), dorso-ventral (DV) e ventre-dorsal (VD) em relação à linha céfalo-caudal do animal. Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa ($p \leq 0,05$) entre os cortes.

Avaliação qualitativa da gelatina de pele de Tambaqui

O aspecto visual e os parâmetros qualitativos encontrados para a gelatina de pele de Tambaqui estão apresentados na Figura 9 e na Tabela 4, respectivamente. O rendimento da extração foi de 52,96%, considerando a matéria seca inicial (pele).

Diferentes valores de rendimento podem ser encontrados na literatura, dependendo de fatores como espécie, tipo de pré-tratamento (alcalino, ácido), temperatura e tempo de extração.

No estudo de Derkach et al. (2022), a extração da gelatina da pele do bacalhau do Atlântico (*Gadus morhua*) apresentou rendimentos de 51-60% (em relação à pele seca), variando as condições de processo.

Silva (2016) encontrou valores de rendimento de 19,7 e 20,24% para gelatina extraída de pele de filhote utilizando pré-tratamento com hidróxido de sódio (NaOH) e calagem (Ca(OH)₂), respectivamente.

Vale ressaltar que a maioria dos estudos avaliou o rendimento da gelatina seca em relação à massa de pele úmida. No entanto, segundo Arnesen e Gildberg (2007), o correto seria calcular o rendimento considerando a matéria seca, pois a umidade da pele de cada espécie pode variar de acordo com fatores intrínsecos e o pré-tratamento utilizado (congelamento, resfriamento, salga, drenagem).

Em relação à composição de aminoácidos, a gelatina de pele do Tambaqui apresentou teores de glicina, prolina e hidroxiprolina de 22,62, 11,97 e 9,59%, respectivamente. Comparando os resultados com dados da literatura para diferentes

espécies (Jamilah; Harvinder, 2002; Silva et al., 2022; Yang et al., 2022), a gelatina de Tambaqui apresentou níveis superiores para a maioria dos aminoácidos.

Fotos: Manuel Jacintho



Figura 9. Aspecto visual da gelatina de pele de Tambaqui.

A determinação do teor de aminoácidos é de grande importância, pois tem forte relação com as propriedades de força de gel. Esses compostos desempenham papel fundamental na reorganização proteica durante a gelificação, contribuindo para manutenção da estrutura (Lin et al., 2017).

Tabela 10. Resultados quantitativos obtidos para a gelatina do Tambaqui.

Gelatina	
Rendimento (% base seca)	52,96
Força de gel (g)	123 ± 20
Turbidez (FNU)	5,95 ± 0,11
L*	74,0 ± 2,0
a*	0,8 ± 0,2
b*	18,0 ± 1,0
Aminoácidos (g/100 g de gelatina)	
Ácido aspártico	5,20 ± 0,03
Ácido glutâmico	9,48 ± 0,06
Serina	3,10 ± 0,02
Glicina	22,62 ± 0,13
Histidina	0,63 ± 0,02
Arginina	8,36 ± 0,05
Treonina	2,27 ± 0,07
Alanina	9,44 ± 0,03
Prolina	11,97 ± 0,07
Tirosina	0,41 ± 0,01
Valina	2,07 ± 0,01
Metionina	1,18 ± 0,02
Cistina	0,44 ± 0,02
Isoleucina	1,24 ± 0,01
Leucina	2,49 ± 0,02
Fenilalanina	1,78 ± 0,05
Lisina	3,44 ± 0,01
Hidroxiprolina	9,59 ± 0,03
Triptofano	ND < 0,05 ⁽¹⁾

⁽¹⁾ND: não detectado

A força de gel das gelatinas comerciais é normalmente expressa em valores de Bloom, seguindo a classificação de alto Bloom (200-300 g), médio Bloom (100-200 g) e baixo Bloom (50- 00 g) (Haug; Draget, 2009). Neste trabalho, a gelatina de Tambaqui apresentou força de gel igual a 123 ± 20 g (Tabela 10), sendo caracterizada como de médio Bloom.

A maior parte da gelatina proveniente de animais aquáticos apresenta valores de força de gel entre 100 e 330 g, variando de acordo com o método de extração utilizado e a quantidade dos aminoácidos prolina e hidroxiprolina. O colágeno de espécies de peixes tropicais possui maior quantidade desses aminoácidos que peixes de climas temperado e polar (Lin et al., 2017).

Em relação à turbidez, a gelatina da pele do Tambaqui apresentou valor de 5,95 ± 0,1 FNU (Tabela 4). Esse tipo de análise, que utiliza a formazina como unidade de referência, mede a luz dispersa da amostra em um ângulo de 90° da luz incidente.

Outros trabalhos avaliaram a turbidez de amostras de gelatina de peixe por meio de análise de absorvância, onde a fonte de luz e o detector estão alinhados em um ângulo de 180° (Nardy et al., 2020). Nesse caso, os resultados são expressos em % de luz transmitida. No trabalho de Alfaro et al. (2014), a turbidez da gelatina do peixe-gato africano foi de 58,01%. Nardy et al. (2020) mostraram que soluções padrões de formazina de 5,00 NTU (unidade de turbidez nefelométrica) correspondem à transmitância de 97,41% a 550 nm.

Com base nessa relação, o valor de turbidez para a gelatina do Tambaqui encontrado neste estudo está bem abaixo dos observados na literatura. Neste caso, o processo de filtração mostrou-se efetivo, porém a presença de compostos inorgânicos, lipídios e pigmentos não removidos durante o processo de extração pode aumentar a turbidez e provocar o escurecimento das amostras de gelatina (Avena-Bustillos et al., 2006).

A cor desempenha papel importante na aceitação do produto pelo consumidor. De acordo com os padrões de qualidade estabelecidos pelo Instituto Americano de produtores de gelatina (GMIA), o produto deve apresentar aspecto de sólido vítreo quebradiço, coloração levemente amarelada e ausência de aroma e sabor. Extrações iniciais dão origem a um produto mais claro, levemente amarelado e de maior peso molecular. Em contrapartida, gelatina mais escura e de menor força de gel indica o final do processo de extração

(Gelatin Manufacturers Institute of America, 2019). A Figura 9 apresenta o aspecto visual da amostra da gelatina seca do Tambaqui. Nota-se que o material apresenta coloração clara, ligeiramente amarelado, com parâmetros colorimétricos (Tabela 10) de $a^* = 0,8 \pm 0,2$ (vermelho-verde), $b^* = 18,0 \pm 1,0$ (amarelo-azul) e luminosidade = $74,0 \pm 2,0$.

Nas gelatinas comerciais de origem bovina e suína é comum a variação entre amarelo pálido até amarelo âmbar (Jamilah; Harvinder, 2002). A diferença de cor observada nesse tipo de produto pode estar relacionada ao tipo de matéria-prima, pigmentação da pele, condições do processo de extração, presença de compostos oriundos de reação de Maillard ou de reações não enzimáticas (Ratnasari et al., 2013; Shyni et al., 2014; Chancharearn et al., 2016).

Conclusões

- 1) Os processos de curtimento e extração da gelatina a partir de pele de peixes foram desenvolvidos como alternativas para redução dos resíduos de processamento de pescado. A composição e estrutura das peles da Tilápia e do Tambaqui mostraram camadas sobrepostas de feixes de fibra de colágeno paralelos. Cada camada está orientada em direção ortogonal à precedente, possibilitando diferentes arranjos entre as fibras de colágeno, dependendo da direção de corte dos corpos de prova.
- 2) Os ensaios físico-mecânicos para determinação da qualidade intrínseca indicaram que os corpos de prova obtidos nos diferentes lados (direito e esquerdo) dos couros de Tilápia-castanho-alaranjado não apresentaram diferença estatística significativa ($p > 0,05$). No entanto, para a Tilápia e o Tambaqui, as direções de corte (paralela, perpendicular, dorso-ventral e ventre-dorsal) em relação à linha dorsal do animal, geraram resultados qualitativos distintos, evidenciando a anisotropia mecânica do colágeno e a influência da morfologia na resistência dos couros. Estes resultados evidenciaram a importância de haver uma padronização nas metodologias das normas técnicas para a obtenção dos corpos de prova, visando à comparação entre os estudos e a avaliação qualitativa adequada dos couros de peixes.
- 3) A extração da gelatina a partir de pele de Tambaqui demonstrou potencial no aproveitamento de resíduos, com rendimento de 52,96% em base seca. O material extraído apresentou aspecto

granular e coloração clara, sendo caracterizado como de médio Bloom, com força de gel de 123 ± 20 g. Além disso, o processo de filtração foi eficiente na remoção de gordura, dando origem a uma gelatina de baixa turbidez (5,95 FNU). O teor de prolina e hidroxiprolina na gelatina do Tambaqui foi maior que o descrito na literatura para outras espécies. Esses resultados demonstram a obtenção de um produto de boa qualidade e propriedades tecnológicas, que pode ser utilizado na produção de micropartículas para incorporação de bioativos, cápsulas macias de medicamentos, filmes para sistemas de embalagens e hidrogéis utilizados para substituição parcial de gordura em alimentos.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro do Banco Nacional de Desenvolvimento Econômico e Social (BNDES), da Secretaria de Aquicultura e Pesca (SAP) do Ministério da Agricultura e Pecuária (MAPA), atual Secretaria Nacional de Aquicultura do Ministério da Pesca e Aquicultura (MPA), da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA) e a parceria do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) para o projeto BRS Aqua - Ações estruturantes e inovação para fortalecimento das cadeias produtivas da aquicultura no Brasil.

Referências

- ALFARO, A. T.; BILUCA, F. C.; MARQUETTI, C.; TONIAL, I. B.; SOUZA, N. E. DE. African catfish (*Clarias gariepinus*) skin gelatin: extraction optimization and physical-chemical properties. **Food Research International**, v. 65, parte C, p. 416–422, 2014.
- AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **Rapid determination of oil/fat utilizing high temperature solvent extraction**. Urbana: Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society, 2017.
- ARNESEN, J. A.; GILDBERG, A. Extraction and characterisation of gelatine from Atlantic salmon (*Salmo salar*) skin. **Bioresource Technology**, v. 98, n. 1, p. 53–57, 2007.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA PISCICULTURA. **Anuário brasileiro da piscicultura PEIXE BR 2023**. São Paulo: PeixeBR, 2023.

- AVENA-BUSTILLOS, R. J.; OLSEN, C. W.; OLSON, D. A.; CHIOU, B.; YEE, E.; BECHTEL, P. J.; MCHUGH, T. H. Water vapor permeability of mammalian and fish gelatin films. **Journal of Food Science**, v. 71, n. 4, p. E202–E207, 2006.
- CHANCHARERN, P.; LAOHAKUNJIT, N.; KERDCHOECHUEN, O.; THUMTHANARUK, B. Extraction of type A and type B gelatin from jellyfish (*Lobonema smithii*). **International Food Research Journal**, v. 23, n. 1, p. 419–424, 2016.
- COMPÊNDIO brasileiro de alimentação animal 2017. São Paulo: Sindirações, 2017.
- DERKACH, S. R.; KOLOTOVA, D. S.; KUCHINA, Y. A.; SHUMSKAYA, N. V. Characterization of fish gelatin obtained from atlantic cod skin using enzymatic treatment. **Polymers**, v. 14, n. 4, p. 751, 2022.
- FAO. **Achieving blue growth: building vibrant fisheries and aquaculture communities**. Washington, DC: FAO, 2018.
- FISHELSON, L. Skin morphology and cytology in marine eels adapted to different lifestyles. **Anatomical Record**, v. 246, n. 1, p. 15–29, 1996.
- FRANCO, M. L. R. S.; FRANCO, N. P.; GASPARINO, E.; DORADO, D. M.; PRADO, M.; VESCO, A. P. D. Comparação das peles de tilápia do Nilo, pacu e tambaqui: histologia, composição e resistência. **Archivos de Zootecnia**, v. 62, n. 237, p. 21–32, 2013.
- GELATIN MANUFACTURERS INSTITUTE OF AMERICA. **Standard testing methods of edible gelatin**. South Hamilton: GMIA, 2019.
- GREVEN, H.; ZANGER, K.; SCHWINGER, G. Mechanical properties of the skin of *Xenopus laevis* (Anura, Amphibia). **Journal of Morphology**, v. 224, n. 1, p. 15–22, 1995.
- HAGEN, S. R.; FROST, B.; AUGUSTIN, J. Precolumn phenylisothiocyanate derivatization and liquid chromatography of amino acids in food. **Journal Association of Official Analytical Chemists**, v. 72, n. 6, p. 912–916, 1989.
- HAUG, I. J.; DRAGET, K. I. Gelatin. In: PHILLIPS, G. O.; WILLIAMS, P. A. **Handbook of hydrocolloids**. 2. ed. Boca Raton: CRC Press LLC, 2009. p.142–163.
- HEBRANK, M. R.; HEBRANK, J. H. The mechanics of fish skin: lack of an “external tendon” role in two teleosts. **Biological Bulletin**, v. 171, n. 1, p. 236–247, 1986.
- HILBIG, C. C.; FOCKINK, D. H.; MALUF, M. L. F.; BOSCOLO, W. R.; FEIDEN, A. Resistência do couro de tilápia e composição centesimal da pele nas operações de ribeira e curtimento. **Scientia Agraria Paranaensis**, v. 12, n. 4, p. 258–266, 2013.
- HAINACKI, E. **Peles e couros: origens, defeitos, industrialização**. 2. ed. Porto Alegre: Senai, 1989.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 2418:2002. **Leather: chemical, physical and mechanical and fastness tests: sampling location**. Vernier: ISO, 2002.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 3377:2016. **Leather: physical and mechanical tests: determination of tear load**. Vernier: ISO, 2016b.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 3376:2020. **Leather: physical and mechanical tests: determination of tensile strength and percentage elongation**. Vernier: ISO, 2020.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 2589:2016. **Leather: physical and mechanical tests: determination of thickness**. Vernier: ISO, 2016a.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 2419:2012. **Leather: physical and mechanical tests: sample preparation and conditioning**. Vernier: ISO, 2012.
- JACINTO, M. A. C.; FERRARI, W. A. **Pele de peixe: uma matéria prima abundante e inesgotável**. Revista do Couro, v. 18, n. 87, p. 30–31, 1992.
- JAMILAH, B.; HARVINDER, K. G. Properties of gelatins from skins of fish: black tilapia (*Oreochromis mossambicus*) and red tilapia (*Oreochromis nilotica*). **Food Chemistry**, v. 77, n. 1, p. 81–84, 2002.
- JUNQUEIRA, L. C. U.; JOAZEIRO, P. P.; MONTES, G. S.; MENEZES, N.; PEREIRA-FILHO, M. The collagen fiber architecture of Brazilian naked catfish skin. **Brazilian J. Med. Biol. Res.**, v. 16, p. 313–316, 1983.
- JUNQUEIRA, L. C. U.; TOLEDO, A. M.; PORTER, K. R. Observations on the structure of the skin of the teleost *Fundulus heteroclitus* (L). **Arch Histol Jpn.**, v. 32, n. 1, p.1-15, 1970.
- LI, J.; WANG, M.; QIAO, Y.; TIAN, Y.; LIU, J.; QIN, S.; WU, W. Extraction and characterization of type I collagen from skin of tilapia (*Oreochromis niloticus*) and its potential application in biomedical scaffold material for tissue engineering. **Process Biochemistry**, v. 74, p. 156–163, 2018.
- LIN, L.; REGENSTEIN, J. M.; LV, S.; LU, J.; JIANG, S. An overview of gelatin derived from aquatic animals: properties and modification. **Trends in Food Science & Technology**, v. 68, p. 102–112, 2017.

- LIU, J.; XU, M.-Y.; WU, J.; ZHANG, H.; YANG, L.; LUN, D.-X.; HU, Y.-C.; LIU, B. Picosirius Polarization Method for collagen fiber detection in tendons: a mini review. **Orthopaedic Surgery**, v. 13, n. 3, p. 701–707, 2021.
- NADOL JR., J. B.; GIBBINS, J. R.; PORTER, K. R. A reinterpretation of the structure and development of the basement lamella: an ordered array of collagen in fish skin. **Developmental Biology**, v. 20, n. 4, p. 304–331, 1969.
- NARDY, J. F.; PEREIRA, J. G.; RAGHIANTE, F.; PINTO, J. P. A. N. Spectrophotometric study of water turbidity for the beverage and food industries of animal origin. **Revista Brasileira de Higiene e Sanidade Animal**, v. 14, n. 3, 2020.
- PROPHET, E. B.; MILLS, B.; ARRINGTON, J.; SOBIN, L. **Manual de métodos histotecnológicos del Instituto de Patología de las Fuerzas Armadas de los Estados Unidos de América**. 5. ed. Washington, DC: ARP, 1995.
- RATNASARI, I.; YUWONO, S. S.; NUSYAM, H.; WIDJANARKO, S. B. Extraction and characterization of gelatin from different freshwater fishes as alternative sources of gelatin. **International Food Research Journal**, v. 20, n. 6, p. 3085–3091, 2013.
- RIBEIRO, J. F.; ANJOS, E. H. M. DOS; MELLO, M. L. S.; VIDAL, B. C. V. Skin collagen fiber molecular order: a pattern of distributional fiber orientation as assessed by optical anisotropy and image analysis. **Plos One**, v. 8, n. 1, e54724, 2013.
- SAS Institute (Cary, NC). **SAS version 9.3**. Cary: SAS, 2010.
- SHERMAN, V. R.; YANG, W.; MEYERS, M. A. The materials science of collagen. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 52, p. 22–50, 2015.
- SHYNI, K.; HEMA, G. S.; NINAN, G.; MATHEW, S.; JOSHY, C. G.; LAKSHAMANAN, P. T. Isolation and characterization of gelatin from the skins of skipjack tuna (*Katsuwonus pelamis*), dog shark (*Scoliodon sorrakowah*), and rohu (*Labeo rohita*). **Food Hydrocolloids**, v. 39, p. 68–76, 2014.
- SILVA, C. G. DA; RODRIGUES, A. S.; LIMA, A. C.; MELLO, R. DE O.; MORISSO, F. D. P.; DORNELLES, R. C. P.; KIBOTA, E. H. Gelatin extracted from jundiá skin (*Rhamdia quelen*): an alternative to the discarded by-product. **Food Research International**, v. 161, 111829, 2022.
- SILVA, E. V. C. DA. **Otimização das condições de extração da gelatina de pele de peixes amazônicos por diferentes métodos**. 2016. 106 f. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, 2016.
- SIMÕES, M. R.; RIBEIRO, C. DE F. A.; RIBEIRO, S. DA C. A.; PARK, K. J.; MURR, F. E. X. Composição físico-química, microbiológica e rendimento do filé de tilápia tailandesa (*Oreochromis niloticus*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, n. 3, p. 608–613, 2007.
- SOUZA, M. L. R. DE; GASPARINO, E.; PENHA, B. G.; CORADINI, M.; GOES, E. S. DOS R.; GONÇALVES, A. A. Physicochemical and mechanical characteristics of cobia (*Rachycentron canadum*, Linnaeus, 1766) leather submitted to different tanning agents in the retanning step. **International Journal of Latest Research in Science and Technology**, v. 6, n. 2, p. 8–13, 2017.
- SOUZA, M. L. R. DE; VIEGAS, E. M. M.; NAKAGHI, L. S. O.; DOURADO, D. M.; KRONKA, S. DO N.; GOES, E. S. DOS R. Morfologia, composição centesimal e alterações ocorridas no processo de curtimento da pele da Tilápia do Nilo. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 8, e35810817240, 2021.
- SPIES, J. R. Determination of tryptophan in proteins. **Analytical Chemistry**, v. 39, n. 12, p. 1412–1416, 1967.
- VIDAL, B. DE C. Image analysis of tendon helical superstructure using interference and polarized light microscopy. **Micron**, v. 34, n. 8, p. 423–432, 2003.
- WAIRIMU, P. M.; OLLENGO, M. A.; NTHIGA, E. W. Physical properties of chrome-tanned Nile Perch (*Lates niloticus*) fish leather. **Journal of Society of Leather Technologists and Chemists**, v. 103, n. 6, p. 314–317, 2019.
- WHITE, J. A.; HART, R. J.; FRY, J. C. An evaluation of the Waters Pico-Tag system for the amino-acid analysis of food materials. **Journal of Automatic Chemistry**, v. 8, n. 4, p. 170–177, 1986.
- YANG, L.; YANG, M.; XU, J.; NIE, Y.; WU, W.; ZHANG, T.; WANG, X.; ZHONG, J. Structural and emulsion stabilization comparison of four gelatins from two freshwater and two marine fish skins. **Food Chemistry**, v. 371, 131129, 2022.



MINISTÉRIO DA
AGRICULTURA E
PECUÁRIA