

PRODUÇÃO DE GELATINA DE PELE E OSSOS DE BAGRE (*Clarias gariepinus*)

GELATIN PRODUCTION OF SKIN AND BONES CATFISH (*Clarias gariepinus*)

Fabíola Carina Biluca¹, Carline Marquetti², Alexandre da Trindade Alfaro³
^{1,2,3}Universidade Tecnológica Federal do Paraná-UTFPR- Francisco Beltrão- Brasil
fabii_biluca@hotmail.com

Resumo

*O presente estudo teve como objetivo produzir gelatinas de pele e ossos de bagre (*Clarias gariepinus*) e determinar a viscosidade, ponto de fusão, rendimento do processo e pH das gelatinas extraídas. Para a obtenção das gelatinas, as matérias-primas foram submetidas a pré-tratamentos alcalino e ácido, com posterior extração por 12h a 45 °C. A viscosidade da gelatina de pele foi 1,13 cP e ossos 0,66 cP. O valor do ponto de fusão da gelatina de pele foi de 22,16 °C enquanto para gelatina de ossos 21 °C. A gelatina de pele apresentou um rendimento de processo (5,85%) consideravelmente maior que a de ossos (1,18%). O valor de pH das gelatinas foi semelhante.*

Palavras-chave: *Clarias gariepinus*; pele; ossos; gelatina.

1 Introdução

A gelatina é um polipeptídeo obtido pela degradação hidrolítica parcial de ossos, peles e colágeno, principal componente do tecido conjuntivo de animais (GIMÉNEZ, GOMÉZ-GUILLÉN e MONTERO, 2004). Todos os tipos de gelatina possuem composição similar, ou seja, água, pequena quantidade de sais minerais e proteína de tecido conectivo pura.

Segundo IBAMA (2008) a região Sul produziu 62.823,5 t de pescado em 2006 contribuindo com a maior parcela na produção nacional com 32,9%. Os subprodutos separados durante o processamento de peixes chegam em 50-70% da massa de matéria-prima (WANG et al., 2008), e cerca de 30% consistem em cabeças, carcaças, pele, vísceras (KOŁODZIEJSKA et al., 2009).

Neste contexto observa-se grande quantidade de subprodutos, contendo elevada quantidade de colágeno, os quais podem ser utilizados para a manufatura de gelatina. Essa proteína pode ser obtida por meio de lavagens ácida ou básica, resultando na hidrólise de colágeno (KOŁODZIEJSKA et al., 2009). As propriedades e capacidade de geleificação da gelatina

envolvem a parcial renaturação e desnaturação das suas moléculas, e suas características dependem amplamente do colágeno utilizado (BADII e HOWELL, 2006).

Além do aproveitamento de subprodutos do pescado na indústria de transformação, a getatina de pescado por muitas razões socioculturais torna-se fonte alternativa, pois não estão associadas a riscos de encefalopatia espongiforme bovina (BSE) e febre aftosa (FA), que provem de mamíferos, principalmente de suínos e bovinos das quais a maioria das gelatinas comerciais são derivadas (BADII e HOWELL, 2006; GIMÉNEZ, GOMÉZ-GUILLÉN e MONTERO, 2004).

A extração de gelatina vem sendo realizada com peles e ossos de pescados de água fria (bacalhau, pescada, salmão, entre outros) e de água quente (atum, bagre, tilápia, entre outros). Os procedimentos utilizados para produzir gelatina de pescado normalmente envolvem um prévio tratamento químico da matéria-prima, e temperatura branda durante o processo de extração (KARIM e BHAT, 2009).

O objetivo do presente estudo é a produção de gelatina de pele e ossos de bagre (*Clarias gariepinus*), e a determinação da viscosidade, ponto de fusão, rendimento do processo e pH das gelatinas extraídas.

2 Material e Métodos

Material

Peles frescas e carcaças de bagre africano (*Clarias gariepinus*) recém filetadas, foram coletadas, lavadas em água corrente para retirada de impurezas grosseiras e estocadas a $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ até sua utilização. Todos os reagentes que foram utilizados são de grau analítico (P.A.).

Pré-tratamento da matéria-prima

Extração da gelatina de pele de bagre

As peles foram lavadas em água corrente para retirada do material superficial aderido e cortadas em peças de aproximadamente de 4cm x 4cm. Então, o material foi imerso em solução salina de NaCl 0,2% (p/v) por 5 minutos sob agitação contínua.

As peles cortadas foram, então, submetidas a tratamento alcalino 1:10 (p/v), em solução de NaOH 0,3% (p/v), por período de 80 minutos a temperatura ambiente. Após esse procedimento, foram lavadas em água corrente para retirada do álcali em excesso, até pH abaixo de 8. A seguir, as peles foram submetidas a tratamento ácido 1:10 (p/v), em solução de H₂SO₄ 0,3% (p/v), por 80

minutos; e, posteriormente, lavadas em água corrente até pH próximo à neutralidade. As peles foram então submetidas a um terceiro tratamento em solução de ácido cítrico 0,7% (p/v) em proporção de 1:10 (p/v), por 80 minutos, e lavadas em água corrente até pH próximo a neutralidade.

A extração da gelatina foi realizada em béquer de 1000 mL contendo água deionizada (2 mL água : 1g de pele) em banho-maria por 12 horas à temperatura de 45°C. Após a extração, o material foi filtrado em funil de Büchner com papel de filtro Whatman nº 4, fracionado em potes de polietileno hermeticamente fechados e armazenados -18°C.

Extração de gelatina de ossos de bagre

Os ossos foram moídos na granulométrica de 4 mm, sendo então, lavados em água corrente para a retirada de impurezas. Os ossos moídos, foram submetidos a tratamento alcalino, em soluções de NaOH 0,1 M (1:2 p/v) por períodos de 24 horas em temperatura de 8 °C. O material foi centrifugado e o procedimento foi repetido. Os ossos então foram lavados em água corrente para a retirada do álcali em excesso, até pH próximo a neutralidade.

Os ossos moídos foram submetidos a tratamento ácido em tratamento de HCl 1M (1:5 p/v) por 24 horas em temperatura de 8 °C. O material foi centrifugado e o procedimento repetido. A osseína (ossos desmineralizados) foi lavada em água corrente com o auxílio de peneira para a retirada do ácido em excesso, até pH acima de 4. Após, realizou-se a extração em duas etapas de 60 minutos a temperatura de 60 e 80 °C, em água destilada com pH 2 e 4, ajustado pela adição de ácido fosfórico mantendo a proporção de 2,5 de solução para 1 de osseína. Após a extração, o material foi filtrado em funil de Büchner com papel de filtro Whatman nº 4, fracionado em potes de polietileno hermeticamente fechados e armazenados -18°C.

Composição da matéria-prima

Foi determinada a composição centesimal para a matéria prima (peles de bagre).

Todas as determinações foram realizadas de acordo com as metodologias da A.O.A.C. 1995. O teor de umidade e cinzas foi determinado por gravimetria (nº. 950.46 e nº. 920.153 respectivamente); o nitrogênio total foi determinado pela metodologia Kjeldahl (nº. 928.08), sendo obtido o total de proteína bruta multiplicando o valor do nitrogênio total por 5,5 (fator de conversão de nitrogênio total em proteína bruta). O teor de lipídeos foi analisado através do método de extração de Soxhlet (nº. 991.36).

Rendimento

O rendimento foi determinado segundo método descrito por Yang et al., (2008) . A concentração da solução de gelatina foi determinada em refratômetro de Abbe Escala de Refração 1,300 - 1,720 nD e 95% Brix, Marca Biobrix, Modelo 2 WAJ., e o rendimento calculado segundo a equação 1:

$$R = \frac{C_{\text{gelatina}} \cdot V_{\text{solução}}}{M_{\text{pele/ossos}}} \quad \text{Equação 1}$$

Onde R é o rendimento em gelatina ($\text{g}_{\text{gelatina}} / 100 \text{ g}_{\text{pele/ossos}}$), C_{gelatina} é a concentração de proteínas da solução de gelatina (g/mL), $V_{\text{solução}}$ é o volume da solução de gelatina extraída (mL) e $M_{\text{pele/ossos}}$ é a massa da matéria prima (g).

pH

Para determinação do pH foi utilizado o método da British Standard Institution (B.S.I., 1975). Foi preparada uma solução 1% (p/v) de gelatina em água destilada a 60 °C, sob agitação mecânica constante, por 30 minutos; sendo após, resfriada até temperatura ambiente, aproximadamente 25 °C. A determinação do pH foi realizada em aparelho medidor de pH ORP/Temperatura-mod H.I222.

Viscosidade

A determinação da viscosidade foi feita de acordo com a metodologia descrita por Yang et. al. (2008). Água destilada foi utilizada para ajustar a concentração da solução de gelatina para 3,3%, e as amostras foram transferidas para um viscosímetro capilar Cannon-Fenske (nº 100). O viscosímetro foi colocado em banho a 60 °C e aguardou-se 10 minutos até a estabilização da temperatura. Após, o tempo de escoamento foi determinado, sendo essa medida realizada em triplicata. A viscosidade foi calculada segundo a equação 2:

$$\mu = t \cdot K \cdot \rho \quad \text{Equação 2}$$

Onde μ é a viscosidade da solução de gelatina (cP) a 60 °C, t é o tempo de escoamento (s), K é a constante do viscosímetro (cSt/s) e ρ é a massa específica da solução (g/mL).

Determinação do ponto de fusão

A determinação do ponto de fusão foi baseada na metodologia apresentada por Choi e Regenstein (2000). Alíquotas de 5 mL de soluções de gelatina 3,3% foram transferidas para tubos de ensaio, e aquecidas em banho-maria a 60 °C por 15 min. Posteriormente, os tubos foram resfriados em banho de gelo e armazenados a 10 °C em refrigerador por 17±1h. Para determinação do ponto de fusão, foram adicionadas cinco gotas de indicador (75% de clorofórmio e 25% de corante azul de metileno) sobre o gel. Os tubos foram colocados em banho-maria termostatizado a 15 °C, sendo aquecido 0,5 °C a cada 5 minutos até atingir a temperatura de 30 °C. O ponto de fusão foi determinado, em triplicata, no momento em que as gotas do indicador começaram a se mover para o interior do gel.

3 Resultados e Discussão

Composição centesimal da pele de bagre

A tabela 1 apresenta a composição centesimal para a pele de bagre africano. Observa-se que o teor médio de umidade da pele foi de 74,76%, sendo semelhante aos valores já descritos para peles de outras espécies de pescado, como a tilápia (72,6%) (ALFARO et al., 2009).

O percentual de proteína em base úmida, encontrado na pele de bagre foi de 17,98%, sendo inferior aos valores descritos para peles de tilápias jovens (20,3%) e adultas (21,6%), por Muyonga, Cole e Duodu (2004). É importante observar que o teor de proteína presente na matéria prima representará a quantidade de colágeno presente na gelatina e conseqüentemente seu rendimento.

O teor de gordura encontrado foi bastante elevado (6,65%). Portanto, é necessário que os pré-tratamentos realizados na matéria prima garantam maior eficiência na eliminação do teor de lipídeos. Segundo Haug, Draget e Smidsrod (2004) o odor característico da pele do pescado se deve a compostos nitrogenados e às gorduras.

O valor de cinzas foi de 0,49% mostrando-se semelhantes aos valores descritos na literatura para a espécie do bagre africano (SOUZA et al, 1999).

Tabela 1 – Composição centesimal da pele de bagre africano.

Componentes %	Pele de bagre
Umidade	74,76 ±0,53
Gordura	6,65 ±1,1
Proteína	17,98 ± 1,2
Cinzas	0,49 ± 0,89

Valores médios referentes a três determinações ± desvio padrão.

Rendimento

O rendimento médio da gelatina de pele de bagre africano foi de 5,85%. Esse valor é semelhante aos valores relatados por Jamilah e Harvinder (2002) para gelatinas de pele de tilápia negra e vermelha, que foram de 5,39% e 7,81%. No entanto, o rendimento para a gelatina extraída de ossos foi consideravelmente menor (1,18%). O rendimento para a gelatina extraída de ossos de bagre africano foi semelhante aos apontados por Bandeira (2009), para a primeira extração da fração óssea de cabeça de carpa 1,2 % que se subdividiu em 4 etapas de extração atingindo um total de 4,1%. No entanto, Alfaro et al. (2009) descreveu rendimentos entre 6,3-8,2 para gelatinas extraídas de ossos de pescada-foguete (*Macrodon ancylodon*).

É possível observar diferença entre os rendimentos da gelatina extraída de pele e a gelatina extraída dos ossos, isso pode ser explicado devido aos diferentes de tratamento, onde para a extração de gelatina de ossos o procedimento é mais rigoroso.

pH

O valor médio de pH, determinado na gelatina de pele de bagre foi de 3,20. Esse valor de pH é semelhante aos valores descritos por Jamilah e Harvinder (2002), que relataram valores de pH para gelatinas de pele de tilápia negra (3,81) e vermelha (3,05). Já, a gelatina de ossos apresentou valor de pH de 2,98, estando abaixo dos valores relatados para gelatina de ossos de pescada-foguete (*Macrodon ancylodon*) descritos por Alfaro (2004), que foram 3,85- 4,38. Sabe-se que o pH da solução de gelatina é afetado pelo tratamento químico empregado durante a etapa de extração (GUDMUNDSSON e HAFSTEINSSON, 1997). Deste modo o pH mais elevado demonstra uma melhor eficiência das etapas de lavagem subsequentes aos tratamentos químicos durante a preparação das peles, antes da etapa de extração.

Viscosidade e ponto de fusão

Sabe-se que a viscosidade das soluções de gelatina são influenciadas por sua distribuição de pesos moleculares, onde maiores pesos moleculares geram aumento da viscosidade (GUDMUNDSSON e HAFSTEINSSON, 1997).

Na tabela 2 observa-se que a solução de gelatina apresentou viscosidade de 1,13 cP, mostrando-se semelhante aos valores descritos para outras espécies de pescado como a corvina (*Micropogonias furnieri*) 1,68 cP (SCHIMITZ et. al., 2010), e megrim (*Lepidorhombus boscii*) 1,0 cP (MONTERO e GÓMEZ-GUILLÉN, 2000).

A gelatina obtida de ossos de bagre apresentou viscosidade de 0,66 cP. Esse valor é inferior aos apresentados por Bandeira (2009), que relatou valores de 0,8 a 1,4 cP para gelatina de ossos de carpa. Essa diferença pode ser explicada pelas condições e/ou processo empregados na extração da gelatina, ou ainda pela utilização de diferentes espécies de pescado.

Tabela 2 – Propriedades viscoelásticas de gelatina extraída da pele e ossos de bagre.

Gelatina	Pele	Ossos
Viscosidade (cP)	1,13	0.66
Ponto de Fusão (°C)	22,16 ±0,58	21 ±0,99

Valores médios referentes a três determinações ± desvio padrão.

A temperatura de fusão média da gelatina de pele de bagre foi de 22,16 °C. Valor acima dos citados por e Gómez-Guillén et al.,(2002) que analisaram gelatinas de duas espécies de água quente – megrim e linguado, as quais apresentaram temperaturas de fusão em torno de 21 °C. Alfaro e Silva (2010) relataram ponto de fusão para gelatinas extraídas de pele de tilápia (*Oreochromis niloticus*) em torno de 27 °C, valor consideravelmente superior aos encontrados para gelatina de pele de bagre africano.

Para a gelatina extraída de ossos o valor é 21 °C sendo inferior aos valores citados por Bandeira (2009) que apresenta valores entre 23 a 26 °C para gelatinas extraídas de ossos da cabeça de carpa. Alfaro et al. (2009) relatou superior ponto de fusão para gelatina de ossos de pescada-foguete (*Macrodon ancylodon*), com valor em torno de 23,5 °C.

O ponto de fusão mais elevado caracteriza melhores propriedades físicas e indica a possibilidade de obtenção de gelatina com propriedades mais similares às obtidas de mamíferos, isto provavelmente se deve à quantidade de iminoácidos presentes na gelatina. Os valores de ponto de fusão são diretamente influenciados pela origem da matéria prima ou ainda o processo de extração.

4 Conclusão

O rendimento do processo de extração da gelatina de pele foi superior a de ossos de bagre africano. As gelatinas de pele e ossos apresentaram valor de pH semelhantes e pontos de fusão de 22,16 e 21 °C, respectivamente. A gelatina de pele possui viscosidade superior a de ossos, com valor semelhante aos descritos para outras espécies de pescado.

Abstract

*This study aimed to produce gelatin skin and bones of catfish (*Clarias gariepinus*) and determine the viscosity, melting point, process yield and pH of the gelatin extracted. To obtain the gelatin raw materials were subjected to pre-treatment alkaline and acid, with subsequent extraction for 12 hours at 45 ° C. The viscosity of gelatin skin was 1.13 cP and bones 0.66 cP. The value of the*

melting point of gelatin skin was 22.16 °C while for gelatin bones 21 °C. The skin gelatin showed a process yield (5.85%) considerably greater than that of bone (1.18%). The pH of the gelatins was similar.

Key-words: *Clarias gariepinus*; skin; bone; gelatin.

Referências

ALFARO A. T.; Otimização do processo e determinação das propriedades funcionais da gelatina de ossos de pescado. Rio Grande, 2004. **Dissertação de Mestrado** em Engenharia e Ciências de Alimento, Fundação Universidade Federal do Rio Grande.

ALFARO, A.T.; FONSECA, G.G.; COSTA, C.S.; PRENTICE, C. Effect of extraction parameters on the properties of gelatin from King weakfish (*Macrodon ancylodon*) bones. **Food Science and Technology International**, v. 15, p. 553-562, 2009. DOI: 10.1177/1082013209352921

ALFARO AT, SILVA EF. Propriedades reológicas da gelatina obtida a partir de pele de tilápia (*Oreochromis niloticus*). **Rev Inst Adolfo Lutz**. São Paulo, 2010; 69(4):555-61.

A.O.A.C. **Official methods and recommended practices of the american oilchemist's society**. Washington: D. Feistane, 1995.

BANDEIRAS, S.F. Extração e caracterização da gelatina obtida de cabeça de carpas (*Aristichthys mobilis*). Rio Grande, 2004. **Dissertação de Mestrado**, Engenharia e Ciências de Alimento, Fundação Universidade Federal do Rio Grande, 2004.

BADII, F.; HOWELL, N. K. Fish gelatin: Structure, gelling properties and interaction with egg albumen proteins. **Food Hydrocolloids**, v. 20, p. 630-640, 2006. DOI: 10.1016/j.foodhyd.2005.06.006

B.S.I. (British Standards Institution) **Methods for sampling and testing gelatin (physical and chemical methods)**. London. 1975.

CHOI, S. S.; REGENSTEIN, J.M. Physicochemical and sensory characteristics of fish gelatin. **Journal of Food Science**. v. 65, p. 194-199, 2000. DOI: 10.1111/j.1365-2621.2000.tb15978.x

KARIM, A.A. e BHAT, RAJEEV. Fish gelatin: properties, challenges, and prospects as an alternative to mammalian gelatins. **Food Hydrocolloids**, v. 23, p.563–576, 2009. DOI: 10.1016/j.foodhyd.2008.07.002

KOŁODZIEJSKA, I.; SK IERKA, E.; SADOWSKA, M.; KOŁODZIEJSKI, W.; NIECIKOWSKA, C. Effect of extracting time and temperature on yield of gelatin from different fish offal. **Food Chemistry**, p. 700-706, 2009.

GIMÉNEZ, B GOMÉZ-GUILLÉN, M. C.MONTERO, P. The role of salt washing of fish skins in chemical and rheological properties of gelatin extracted. Institute del Frío (CSIC), Ciudad Universitaria, 28040 Madrid, Spain 2004.

GÓMEZ-GUILLÉN, M. C.; TURNAY, J.; FERNÁNDEZ-DÍAZ, M. D.; ULMO, N.; LIZARBE, M. A.; MONTERO, P. Structural and physical properties of gelatin extracted from different marine species: a comparative study. **Food Hydrocolloids**, v. 16, p. 25 - 34, 2002. DOI: 10.1016/S0268-005X(01)00035-2

GUDMUNDSSON, M.; HAFSTEINSSON, H. Gelatin from cod skins as affected by chemical treatments. **Journal of Food Science**, v. 62, p. 37–39, 1997. DOI: 10.1111/j.1365-2621.1997.tb04363.x

HAUG, I. J.; DRAGET, K. I.; SMIDSRØD, O. Physical and rheological properties of fish gelatin compared to mammalian gelatin. **Food Hydrocolloids**, v. 18, p. 203–213, 2004. DOI: 10.1016/S0268-005X(03)00065-1

IBAMA. Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis. Estatística da pesca - grandes regiões e unidades da federação / **Boletim**, Brasília: Ibama, 2008.

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, p. 81–84, 2002. DOI: 10.1016/S0308-8146(01)00328-4

MONTERO, P.; GÓMEZ-GUILLÉN, M. C. Extracting conditions for megrim (*Lepidorhombus boscii*) skin collagen affect functional properties of the resulting gelatin. **Food Chemistry and Toxicology**. v. 65, n. 3, p. 434 – 438, 2000

MUYONGA, J. H.; COLE, C. G. B.; DUODU, K. G. Extraction and physicochemical characterisation of Nile perch (*Lates niloticus*) skin and bone gelatin. **Food Hydrocolloids**, v. 18, p. 581–592, 2004. DOI: 10.1016/j.foodhyd.2003.08.009

SCHMITZ, V. U.; BANDEIRA, S. F.; ESQUERDO, V. M. et. al. Propriedades físicas de gelatinas obtidas a partir de cabeças de corvina. **XII ENPOS – II Mostra Científica**. Universidade Federal do Rio Grande, RS, 4 p., 2010.

SOUZA, M. L. R.; SILVIA LIMA, FURUYA, W. M.; PINTO, ADRIANA A.B.; LOURES, T. R. R.; EPOVH, J. A. Estudo de carcaça do bagre africano (*Clarias gariepinus*) em diferentes categorias de peso.. Departamento de Zootecnia, Universidade Estadual de Maringá, Maringá-Paraná, Brasil. **Acta Scientiarum**. v. 21(3):637-644, 1999.

WANG, LIN; AN, XINXIN; YANG, FANGMEI; XIN, ZHIHONG; ZHAO, LIYAN; HU, QIUHUI. Isolation and characterisation of collagens from the skin, scale and bone of deep-sea redfish (*Sebastes mentella*). **Food Chemistry**, v. 108, p. 616–623, 2008. DOI: 10.1016/j.foodchem.2007.11.017

YANG, H.; WANG, Y.; ZHOU, P.; REGENSTENIN, J. M. Effects of alkaline and acid pretreatment on the physical properties and nanostructures of the gelatin from channel catfish skin.s, **Food Hydrocolloids**. v. 22, p 1541–1550, 2008. DOI: 10.1016/j.foodhyd.2007.10.007

Trabalho selecionado para apresentação oral durante a VIII SETAL- Semana de Tecnologia de Alimentos- Câmpus Ponta Grossa- Universidade Tecnológica Federal do Paraná- 01 a 03 de junho de 2011. Suplemento especial da RBTA.