



PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES FLEXÍVEIS DE COLÁGENO DE TILÁPIA-DO-NILO COM ADIÇÃO DE PLASTIFICANTE E ÓLEO ESSENCIAL DE CRAVO-DA-ÍNDIA.

¹ Matheus Fontes Coutinho (SENAI CIMATEC) – matheus.fontes987@gmail.com; ² Gustavo de Souza dos Santos (SENAI CIMATEC) – gustavo.banks123@gmail.com; ³ Fernanda Almeida (SENAI CIMATEC) – almeida1994.fernanda@hotmail.com; ⁴ Ingrid Lessa Leal (SENAI CIMATEC) – ingrid.leal@fieb.org.br; ⁵ Tatiana Barreto Rocha Nery (SENAI CIMATEC) – tatianabr@fieb.org.br;

Resumo: Produziu-se filmes flexíveis a partir do colágeno da Tilápia, plastificados com glicerol e aromatizados com óleo essencial de Cravo-da-Índia. Ocorreu-se em duas etapas principais: a extração do colágeno, obtendo rendimento de 22,2%, e a produção do filme flexível a partir do colágeno obtido, com adição de plastificante e aromatizante, através do método casting. Caracterizou-se o filme quanto ao teor de umidade, textura, atividade de água (Aw) e espessura. Para a umidade alcançou-se média de $17,13 \pm 2,2\%$ enquanto a atividade de água foi de $0,50 \pm 0,04$. O valor máximo de tensão encontrado foi de $0,755 \pm 0,001$ mPa e deformação máxima de $1,231 \pm 0,44\%$, a espessura foi $0,069 \pm 0,01$ mm. Em comparação à literatura os filmes obtiveram êxito. O teste de textura mostrou que o mesmo é resistente e pode ser aplicado em diversos usos.

Palavras-Chaves: Tilápia, colágeno, óleo essencial.

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF FLEXIBLE FILMS FROM TILÁPIA-DO-NILO COLLAGEN WITH ADDITION OF PLASTICANT AND ESSENTIAL OIL OF CLOVE OF INDIA

Abstract: Flexible films were developed from the collagen present on Tilapia's skin plasticized with glycerol and flavored with essential oil of clove of India. The procedure was divided into two main steps: the extraction of collagen with 22.2% yield and the production of the flexible film from the obtained collagen with addition of plasticizer and flavoring through the casting method. The films were characterized as moisture content, texture, water activity (wa) and thickness. The mean moisture content was $17.13 \pm 2.2\%$ while water activity was 0.50 ± 0.04 . The maximum value of the stress found was $(0.755 \pm 0.001$ mPa) and deformation $(1.231 \pm 0.44\%)$ and the thickness was 0.069 ± 0.01 mm. These results were successful for the film when compared to literature data. The texture test showed that it is resistant and can be applied in several uses.

Keywords: Tilapia, collagen, essential oil.



1. INTRODUÇÃO

Segundo dados da FAO (2010) [1], há um crescimento mundial no consumo de pescados. Essa demanda deve-se à necessidade de oferta de alimentos para uma população cada vez maior e busca por melhor qualidade de vida, principalmente novos hábitos alimentares. A população está consumindo fontes de proteínas mais saudáveis, com menor teor de gordura saturada, o que vem levando o aumento da demanda por carnes de peixes [2].

O Brasil possui uma vasta área para a prática da piscicultura, porém ainda não muito explorada, mas que apresenta grande potencial para o desenvolvimento. A espécie tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*) é a mais cultivada no Brasil, pois é de fácil adaptação e apresenta diversas vantagens para seu cultivo, adapta-se tanto ao cultivo extensivo quanto ao sistema de criação em tanques- rede, robustez, rápido crescimento, fácil produção, carne de excelente sabor e fácil aceitação. Além disso, é apreciada pela indústria de filetagem, graças às propriedades sensoriais e a inexistência de espinhos em "Y" [3].

Uma quantidade significativa de resíduos orgânicos é gerada nas diferentes etapas da cadeia produtiva da tilápia, que acaba se apresentando como um problema para o abatedouro. O rendimento médio do filé de tilápia é de 30%, enquanto os resíduos representam 70%, distribuído em cabeça 14%, carcaça 35%, vísceras 10%, pele 10% e as escamas 1% [4].

O colágeno do tipo I é encontrado de forma abundante principalmente em peixes de água doce e marinhos e sua extração pode se dar através da pele, escamas e outras partes do corpo do animal [5]. Sendo assim, o aproveitamento do resíduo encontrado na indústria de pescado pode encontrar um produto de valor agregado como resultado.

Os óleos essenciais (OEs) são substâncias oleosas aromáticas obtidas através de material vegetal, que apresentam terpenos e fenólicos em sua composição, os quais, nos últimos anos, vêm sendo estudados devido ao seu uso medicinal e comercial em diversos produtos higiênicos e drogarias devido à erradicação das bactérias [6,7]. Os OEs também têm sido utilizados na composição de filmes e embalagens incorporando ação bioativa e melhorando suas propriedades. O óleo de cravo é excelente inibidor de crescimento de microrganismos, como leveduras e bactéria, atua também como um fungicida natural eficaz, inibindo a atividade dos fungos [6].

Os filmes flexíveis compõem parte relevante do cenário de pesquisa nacional e internacional, com discussões importantes quanto à caracterização, formulação e aplicação destes materiais [8]. Em vista da grave poluição ambiental causada por embalagens plásticas, há um interesse considerável no desenvolvimento de embalagens flexíveis feitas a partir de matérias-primas naturais e biodegradáveis.

O objetivo do presente estudo foi extração do colágeno da pele da tilápia e aplicação no desenvolvimento de filmes flexíveis com adição do óleo essencial de cravo.

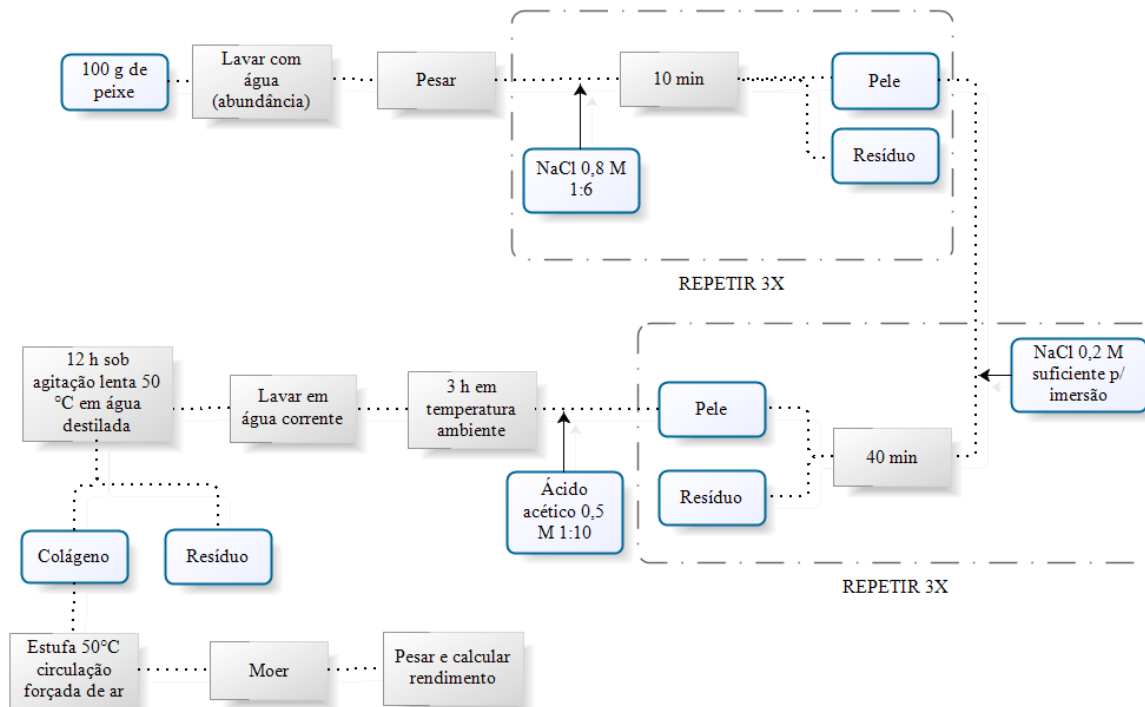


2. METODOLOGIA

2.1 Extração de colágeno

A matéria-prima (pele de tilápia) recebeu pré-tratamento, de acordo com a metodologia descrita em Montero e Gómez-Guillén (2000) [9]. A pele foi lavada em água abundante, em seguida foi submersa em solução NaCl (0,8M) na proporção de 1:6 (peso de pele/peso de solução), deixando-a em repouso por 10 minutos. O processo foi realizado mais duas vezes com posterior enxágue. A seguir, a amostra foi imersa em solução alcalina de NaOH (0,2M) durante 40 minutos. Este processo também foi repetido mais duas vezes. A pele foi retirada da solução de NaOH e foi colocada em solução de ácido acético (0,5M) em proporção 1:10 (peso de pele/peso de solução), durante 3 horas, em temperatura ambiente, com posterior enxágue em água abundante. A amostra foi deixada em água destilada por 12 horas à 50 °C, sob agitação lenta. A esquematização do processo para extração do colágeno da tilápia-do-nilo é ilustrado na Figura 1.

Figura 1: Processo de extração de colágeno



O produto resultante das lavagens foi filtrado, seco em estufa de circulação de ar forçada à 50 °C, e em seguida foi moído e pesado para o cálculo de rendimento do colágeno obtido. O cálculo foi realizado de acordo com a equação (1).

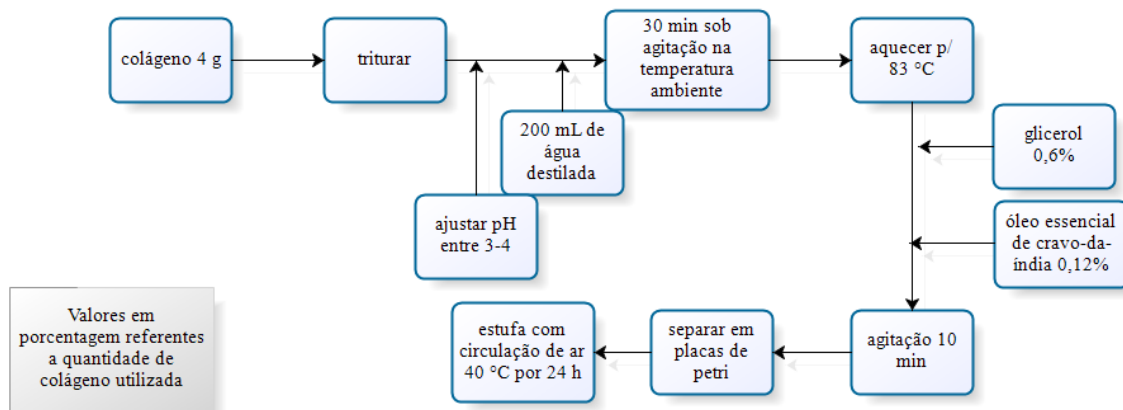
$$R = \frac{\text{Peso seco do colágeno}}{\text{Peso úmido de pele}} \times 100 \quad (\text{Equação 1})$$



2.2 Obtenção do filme

Os filmes flexíveis foram elaborados por casting, em que, inicialmente, o colágeno (4g) foi triturado e posteriormente dissolvido em água destilada (200 mL) e adição de ácido acético foi realizada para que houvesse um pH entre 3 e 4 na solução, o que facilita a dissolução do colágeno sem prejudicar suas estruturas fibrilares, aguardou-se 30 minutos sob agitação na temperatura ambiente. Após a dissolução completa, o material foi aquecido (83 °C) e adicionados o óleo essencial de cravo-da-índia (0,12%) e glicerol (0,6%). A solução permaneceu em agitação por 10 minutos e posteriormente foi espalhada em placas de Petri. A solução (40g) foi desidratada em estufa de circulação de ar (40 °C ± 2) pelo período de 24 horas. A esquematização para a produção do biofilme pode ser observada na Figura 2.

Figura 2. Produção do biofilme.



2.3 Caracterização da formulação

Determinação das propriedades físicas

Os filmes foram submetidos a análises do teor de umidade (Balança Infravermelho Shimadzu) e da atividade de água (Lab Master – Novasina), de acordo com metodologia proposta por Costa (2013) [10].

Determinação das propriedades mecânicas

A espessura dos filmes foi avaliada por meio de micrômetro digital Digimess de ponta plana (com resolução de 0,001 mm). Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina universal de ensaios da marca BROOKFIELD - BRASEQ, modelo CT310K, com carga máxima de 10 KN, seguindo a norma ASTM D-882 (2001) [11], com velocidade de 0,50 mm/s e temperatura de 25 °C, carga de trigger de 7 g, ponta de prova TA3/100 e dispositivo TA/TPB. Foram realizados ensaios de tração em 6 corpos de prova.



Caracterização morfológica

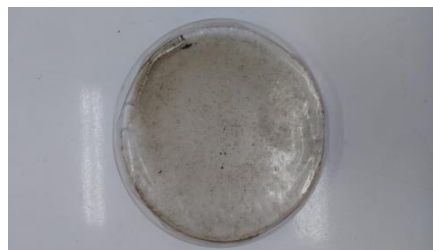
As características de superfície e a dispersão dos elementos dos filmes foram avaliadas através de Microscópio Eletrônico de Varredura (Jeol, modelo JSM 6510LV).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O rendimento de colágeno extraído das peles de tilápia foi de 22,2%, a partir da metodologia aplicada. O rendimento, em peso seco, de colágeno extraído de pescada amarela foi de 8,3% [12]. Bueno et al (2010) [13] obtiveram rendimento de 18,3% de colágeno a partir da pele de tilápia. O rendimento pode variar com o método de extração empregado e com a idade e a espécie do peixe utilizado.

Todos os filmes produzidos neste estudo apresentaram-se inteiros quanto à forma, bem flexíveis e dobráveis ao manuseio (Figura 3).

Figura 3. Filme de colágeno extraído de pele de tilápia adicionado de óleo de cravo.



A umidade relativa é um fator importante, pois teores elevados deste parâmetro torna o filme susceptível a alterações durante o armazenamento. O resultado obtido para umidade neste estudo foi de 17,13% (Tabela 1). Essa formulação apresentou um comportamento não higroscópico, visto que até 13% é considerado uma umidade estável e de 6% a 8% é considerado um comportamento higroscópico [14]. A atividade de água possui grande influência nas propriedades de barreira. O valor de A_w obtido foi de 0,507.

Tabela 1. Análises de caracterização do filme

| F | U ± dp (%) | A_w ± dp | E ± dp (mm) | σ (mPa) | ϵ (%) |
|-------|------------|------------|-------------|----------------|----------------|
| Filme | 17,13±2,02 | 0,507±0,04 | 0,069±0,01 | 0,755 ± 0,001 | 1,231±0,440 |

*F = filme; U ± dp = Umidade ± desvio padrão; A_w ± dp = atividade de água ± desvio padrão; E ± dp = espessura ± desvio padrão; σ = valor máximo de tensão; ϵ = deformação máxima.

Quando comparado a outros estudos, a espessura do filme obtido (0,069 mm) foi superior à de filmes de colágeno de tilápia-do-nilo adicionados de nanoargila, glicerol e óleo de cravo (entre 0,02 mm e 0,04 mm) [15]. Uma ampla faixa de valores de espessura para filmes biodegradáveis tem sido reportada na literatura [16]. A

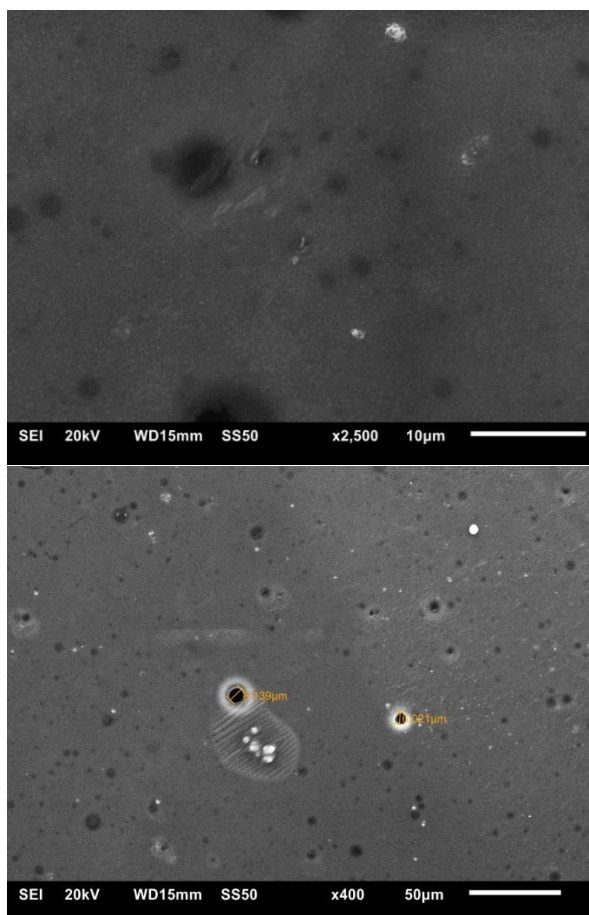


espessura do filme é dependente da sua composição, dos parâmetros de processamento do filme, e sua aplicação. A maior concentração de proteínas utilizada na formulação dos filmes induz ao aumento de sólidos na matriz polimérica formada após a secagem da solução filmogênica e, portanto, aumenta a espessura dos filmes biodegradáveis.

Zavareze et al (2012) [17] encontraram valores de resistência a tração de 5,76 mPa para filmes à base de proteínas miofibrilares de peixe. Os filmes devem ter uma resistência mecânica adequada para garantir a integridade dos mesmos quando utilizados como embalagem, esta resistência pode ser alterada de acordo com a formulação e percentual de colágeno na solução.

Os filmes produzidos neste trabalho se mostraram contínuos, sem fraturas ou rupturas após a secagem. Apresentaram-se com bom aspecto e manuseabilidade Figura 4.

Figura 4: Micrografias dos filmes obtidos com colágeno de tilápia e óleo essencial de cravo



Através da análise de microscopia, foi possível observar a formação de bolhas de ar ao longo da superfície e presença de partículas de colágeno provenientes do processo de dissolução. Em todos os filmes foi possível observar a presença de resíduos da pele do peixe, indicado por pequenos pontos pretos,



proveniente da etapa de filtração do colágeno. A presença de particulados e bolhas influenciam na resistência mecânica dos filmes, agindo como pontos concentradores de tensão. Estas imperfeições podem ser minimizadas com o uso do banho ultrassom para retirada do ar residual e para utilização de filtros com menor porosidade, que garanta total extração de partículas oriundas do processo de extração do colágeno.

4. CONCLUSÃO

O filme flexível obtido a partir do colágeno extraído da pele de tilápia apresentou bons resultados em relação aos ensaios mecânicos, testes de umidade e atividade de água (Aw). A amostra não pode ser considerada higroscópica em relação à umidade relativa, o que é um ponto positivo para o armazenamento. Assim como a atividade de água (Aw), que demonstra que o filme não é suscetível a propagação de fungos e microrganismos. O óleo essencial de cravo inibiu o odor característico do colágeno obtido da tilápia, e pode conferir ao filme propriedades antimicrobianas. O ensaio de tração revelou valores que demonstram resistência do filme, o que é positivo para esse tipo de material em suas diversas aplicações. Quanto à espessura, há a dificuldade em controlar essa variável no método empregado no presente artigo.

Agradecimentos

À FAPESB – Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado da Bahia pelo apoio financeiro às bolsas de Iniciação Científica concedida.

5. REFERÊNCIAS

¹ FAO – Organização das Nações Unidas para a Agricultura e Alimentação. The State of World Fisheries and Aquaculture, 2010. Disponível em: <<http://www.fao.org/fishery/sofia/en>>.

² C.A.F. Júnior, A. S. V Júnior. Cultivo de tilápias no Brasil: origens e cenário atual, sociedade Brasileira de Economia, Administração e Sociologia Rural, Fortaleza, 2008.

³ K. Fitzsimmons. The most important aquaculture species of the 21 century. In: K. Fitzsimmons, J. Carvalho Filho (Eds.) Proceedings from the fifth international symposium on tilapia aquaculture. Rio de Janeiro: Panorama da Aquicultura Magazine, p. 3-8, 2000.



- ⁴ R.M. Vidotti, G.S. Gonçalves. Produção e Caracterização de Silagem, Farinha e Óleo de Tilápia e Sua Utilização na Alimentação Animal. Instituto de Pesca. Disponível em: <www.pesca.sp.gov.br>.
- ⁵ V.M. Oliveira, M.N.C. Cunha, T.P. Nascimento, C.R.D. Assis, R.S. Bezerra, A.L.F. Porto. Colágeno: características gerais e produção de peptídeos bioativos - uma revisão com ênfase nos subprodutos do pescado. *Acta of Fisheries and Aquatic Resources*, 5(2), 70-82. Doi 10.2312/ActaFish.2017.5.2.70-82.
- ⁶ MAGALHÃES, R. M. F. Atividade antimicrobiana de óleos essenciais e Incorporação em filme de acetato celulose na conservação de carne resfriada de frango. (Dissertação) Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Goiás. 87p. 2012.
- ⁷ MACHADO, B. A. S. et al. Chemical Composition and Biological Activity of Extracts Obtained by Supercritical Extraction and Ethanolic Extraction of Brown, Green and Red Propolis Derived from Different Geographic Regions in Brazil. v. 11, p. e0145954, 2016.
- ⁸ F.O. Faria, A.E.S. Vercelheze; S. Mali. *Química Nova*. 2002, 35, 492.
- ⁹ T.R. Basso; R.M. Urnau; C. Brandalize; M.R. Simões in Anais do III Encontro Paranaense de Engenharia e Ciência, Paraná, 2013, Vol. 1, 193.
- ¹⁰ S.S. Costa. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal da Bahia: Faculdade de Farmácia, 2013.
- ¹¹ ASTM (American Society for Testing and Materials). Standard Test Method for tensile properties of thin plastic sheeting ASTM D882-00, 1, 2001.
- ¹² F.T.D.M. Dissertação de mestrado: Universidade Federal de Pernambuco, 2016.
- ¹³ C.M. Bueno. *Brazil Journal Food Technology*, Campinas, 14, n. 1, p. 65-73. 2011.
- ¹⁴ C.G.B, Cole. *Encyclopedia of food Science and Technology*. 2. ed. New York: John Wiley & Sons, 2000.
- ¹⁵ A.Y. Nakashima, R.C. Chevalier, W.R. Cortez-Vega. *Journal of Bioenergy and Food Science*, 3, n.1, p.50-57, 2016.
- ¹⁶ M.A. García, A. Pinotti, M.N. Martino, N.E. Zaritzky in *Edible Films and Coatings for Food Applications*, M.E. Embuscado, K.C. Huber, ed.: Springer, New York, 2009, p. 169-210.
- ¹⁷ E.R, Zavareze. *Brazilian Journal Food Technology*, p. 53-57. 2012.