

**UNIOESTE – UNIVERSIDADE ESTADUAL DO OESTE DO PARANÁ**  
**CAMPUS DE TOLEDO - PR**  
**CENTRO DE ENGENHARIAS E CIÊNCIAS EXATAS - CECE**  
**PÓS-GRADUAÇÃO EM RECURSOS PESQUEIROS E ENGENHARIA DE PESCA -**  
**PREP**  
**MESTRADO E DOUTORADO**

**PAULIANA LEÃO DE SOUZA**

**CARACTERIZAÇÃO DE ATIVIDADE DE ÁGUA, TEXTURA E COR DE FILÉS DE**  
**TILÁPIA LIOFILIZADO EM DIFERENTES TEMPOS**

**TOLEDO**  
**2022**

PAULIANA LEÃO DE SOUZA

**CARACTERIZAÇÃO DE ATIVIDADE DE ÁGUA, TEXTURA E COR DE FILÉS DE  
TILÁPIA EM DIFERENTES TEMPOS DE LIOFILIZAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Recursos Pesqueiros e Engenharia de Pesca - PREP – Nível de Mestrado e Doutorado, do Centro de Engenharias e Ciências Exatas da Unioeste – Universidade Estadual do Oeste do Paraná, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre do programa.

Área de concentração: Recursos Pesqueiros e Engenharia de Pesca

Orientador: Prof. Dr. Altevir Signor

**TOLEDO  
2022**

Ficha de identificação da obra elaborada através do Formulário de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da Unioeste.

Leão de Souza, Pauliana  
CARACTERIZAÇÃO DE ATIVIDADE DE ÁGUA, TEXTURA E COR DE  
FILÉS DE TILÁPIA EM DIFERENTES TEMPOS DE LIOFILIZAÇÃO /  
Pauliana Leão de Souza; orientador Altevir Signor. --  
Toledo, 2022.  
28 p.

Dissertação (Mestrado Acadêmico Campus de Toledo) --  
Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Centro de  
Engenharias e Ciências Exatas, Programa de Pós-Graduação em  
Recursos Pesqueiros e Engenharia de Pesca, 2022.

1. Desidratação. 2. Peixe. 3. Tecnologia. 4. Alimento. I.  
Signor, Altevir, orient. II. Título.

Dedico este trabalho aos meus pais, meu namorado e todos os familiares que me apoiaram durante as dificuldades enfrentadas para alcançar mais essa vitória.

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço à Deus por nunca, nunca me desamparar nessa jornada, sem Ele eu não estaria concluindo mais essa etapa na minha vida.

Aos meus pais **Raimundo Pinheiro de Souza e Benedita do Socorro Leão de Souza**, por abrirem mão de tudo para me ajudar na fase mais difícil da minha vida. Se hoje eu venci mais uma vez o câncer foi por causa de vocês. Vocês foram e sempre serão a minha força, o motivo pelo qual eu não desisti de lutar, e nunca vou desistir. Tudo que eu conquistar é nosso, é de vocês e por vocês. Minha imensa e eterna gratidão, lhes amo muito!

Ao meu namorado **Daniel Ladislau** por todo companheirismo, paciência, cuidado, compreensão e amor nesses anos de relacionamento. Sem você ao meu lado tudo seria bem mais difícil. Obrigada por tornar os dias mais difíceis e tristes em dias mais leves, calmos, felizes e esperançosos. Obrigada pelo seu amor, por demonstrar todos os dias que você me ama de todas as formas possíveis, por nunca soltar a minha mão, saiba que tudo é recíproco. Eu vou te amar para sempre, independentemente de qualquer coisa. Você sempre terá a minha admiração e gratidão. Te amo, amor!

Aos meus familiares, meu falecido avô Aminadab, minha avó Florisbela, minha irmã Ana Paula, e meu irmão João Paulo, meus sobrinhos José Aminadab e Yago Samuel. Minhas tias Graças e Nazaré por sempre estarem a disposição para me ajudar no que for preciso. Aos meus tios José Augusto, José Antônio e José Miguel por toda ajuda por mais “simples” que fosse, foram essenciais para eu chegar aqui hoje. As tias, Maria Alice, Maria do Carmo e Terezinha que mesmo não participando diretamente sempre me incentivaram a nunca desistir. Sou agradecida a todos vocês, pela ajuda financeira, pelas orações e cada palavra de incentivo tanto direcionada aos estudos como para vida. Minha gratidão e amor a todos!

As minhas tias Solange, Cristina, Tatiana, Cristiane, Márcia e meus tios Cláudio e Neuton que apesar da distância me ajudaram da forma que foi possível seja financeiramente ou em orações sempre se fizeram presente. Minha gratidão e amor!

Um agradecimento especial para meu orientador Prof<sup>o</sup>. Dr. Altevir Signor, pelos ensinamentos, confiança, apoio, paciência e compreensão nestes anos. Minha gratidão.

Agradeço aos meus colegas do grupo Gemaq, em especial a Janaina, Leonardo, Herivelton, Martinha e Carla, por toda ajuda durante a realização das análises desse estudo. Aos professores do grupo, por toda ajuda sempre que necessário.

Ao Prof. Dr. Antônio Cesar Godoy, pelo auxílio nas análises estatísticas, pela paciência e tempo dedicado para me ajudar. Gratidão!

A minha orientadora de graduação Prof<sup>a</sup>. Me. Marilu Teixeira Amaral por todo suporte científico, financeiro e por todos os conselhos e ensinamentos durante os processos da minha vida acadêmica e pessoal. Minha eterna gratidão!

Aos meus amigos Adriani Cristina, Wane Cristina e Diego Rangel por tudo que já foi vivido nesses anos de amizade, mais principalmente por todas as brincadeiras e risos no momento que eu mais precisei. Obrigada!

Meu agradecimento à CEANMED – Central Analítica Multiusuário da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus Medianeira, Paraná, Brasil, pelos ensaios realizados.

A CAPES, pela concessão da bolsa de mestrado.

## RESUMO

O pescado é um produto perecível e requer muito cuidado em toda sua etapa de produção, assim sendo, é importante se desenvolver técnicas de processamento que permitam um período de armazenamento maior sem causar danos as características físico-químicas do produto final, e a técnica de liofilização que é baseada na desidratação por sublimação pode gerar um produto com altos valores nutritivos e com uma vida de prateleira mais prolongada. Dessa forma, o objetivo deste estudo foi caracterizar os aspectos físico-químicos de filés liofilizados de tilápia do Nilo *Oreochromis niloticus* submetidos a diferentes tempos de processamento. Os procedimentos de liofilização foram realizados em quatro tempos e três processos com massa inicial para cada tempo, utilizando o filé fresco como tratamento controle. Foram analisados os dados de atividade água, textura e cor para os filés grandes e pequenos. O processamento de 36 horas com massa inicial de 2,500 kg foi o que obteve os melhores resultados para atividade água (filé pequeno – 0,741 e filé grande – 0,765) e apresentou a maior força no de cisalhamento (filé pequeno – 53,40 kgf e filé grande – 27,56 kgf) indicando uma maior rigidez no filé liofilizado. Quanto a cromaticidade, os filés liofilizados e o tratamento controle, se enquadraram na tonalidade acinzentada apresentando valores de  $a^*$  positivos e negativos e  $b^*$  apenas valores positivos. Os resultados obtidos não responderam de forma positiva para a desidratação de filés liofilizados, pois não atingiram os valores limitante de  $A_w$  para impedir o desenvolvimento de microrganismos, sugerindo que novos estudos sejam realizados para se obter o tempo e massa inicial adequados para ser ter um produto desidratado de qualidade.

**Palavras-chave:** Peixe. Alimento. Desidratação. Tecnologia.

## ABSTRACT

Fish is a perishable product and requires great care throughout its production stage, therefore, it is important to develop processing techniques that allow a longer storage period without causing damage to the physical-chemical characteristics of the final product, and the technique of lyophilization which is based on dehydration by sublimation can generate a product with high nutritional values and a longer shelf life. Thus, the objective of this study was to characterize the physicochemical aspects of freeze-dried fillets of Nile tilapia *Oreochromis niloticus* submitted to different processing times. The lyophilization procedures were carried out in four stages and three processes with initial mass for each time, using fresh fillet as a control treatment. Water activity, texture and color data for large and small fillets were analyzed. The 36-hour processing with an initial mass of 2,500 kg was the one that obtained the best results for water activity (small fillet - 0.741 and large fillet - 0.765) and presented the highest shear force (small fillet - 53.40 kgf and fillet grande - 27.56 kgf) indicating greater stiffness in the freeze-dried fillet. As for chromaticity, the freeze-dried fillets and the control treatment were in the grayish tone, showing positive and negative  $a^*$  values and  $b^*$  only positive values. The results obtained did not respond positively to the dehydration of freeze-dried fillets, as they did not reach the limiting values of  $A_w$  to prevent the development of microorganisms, suggesting that further studies are carried out to obtain the appropriate time and initial mass to have a product quality dehydrated.

Keywords: Fish. Food. Dehydration. Technology.

Dissertação elaborada e conforme as normas da publicação científica *Aquaculture*. Disponível em: <<https://www.journals.elsevier.com/aquaculture>>.

**SUMÁRIO**

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>2 OBJETIVOS.....</b>	<b>3</b>
2.1 OBJETIVO GERAL .....	3
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	3
<b>3. MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>4</b>
3.1 LOCAL DO EXPERIMENTO E MATÉRIA PRIMA.....	4
3.2 PROCESSO DE LIOFILIZAÇÃO DOS FILÉS .....	4
3.3 ANÁLISES DE ATIVIDADE DE ÁGUA, TEXTURA E COR .....	5
<b>3.3.1 Atividade de Água (<math>a_w</math>).....</b>	<b>5</b>
<b>3.3.2 Textura.....</b>	<b>5</b>
<b>3.3.3 Cor.....</b>	<b>6</b>
3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	7
<b>4. RESULTADOS .....</b>	<b>8</b>
4.1 METODOLOGIA DE SUPERFÍCIE DE RESPOSTA.....	8
4.2 COLORIMETRIA .....	10
<b>5. DISCUSSÃO .....</b>	<b>14</b>
<b>6. CONCLUSÃO.....</b>	<b>15</b>
<b>REFERÊNCIA.....</b>	<b>16</b>

# 1 INTRODUÇÃO

A aquicultura vem apresentando um crescimento considerável na produção, se destacando no comércio mundial ao longo das décadas (Milanez et al. 2019). E a importância da piscicultura no abastecimento alimentar é cada vez maior (Rebouças et al. 2014). Esse desenvolvimento é impulsionado pelo crescimento populacional, aumento da renda e urbanização, além da forte expansão da produção pesqueira e distribuição mais eficiente (Vicente et al. 2014).

No Brasil, a tilápia do Nilo *Oreochromis niloticus* é atualmente a espécie mais produtiva na aquicultura do país devido às características relacionadas à genética, reprodução e potencial de comercialização (Bandeira e Nascimento, 2017). É o segundo peixe mais cultivado no mundo, além de uma fonte alimentar sustentável (Conte et al. 2017).

Geralmente sua forma de comercialização é o peixe inteiro ou em filés (frescos ou congelados), sendo que o principal produto de comercialização para mercado interno e para exportação é na forma de filé (Bacelar e Murator, 2020).

Nesse caso, a proteína do peixe é uma das proteínas essenciais por conter aminoácidos essenciais e atender às necessidades do corpo humano. Além disso, é um alimento de fácil digestão, com baixo teor de gordura, rico em ácidos graxos e ômega 3 (Milanez et al. 2019).

Por ser um produto altamente perecível o pescado requer todo um cuidado especial no seu manuseio, desde a captura/despesca até o consumo (Ferreira et al. 2020; Vieira et al. 2021). Quando fresco, possui uma vida útil máxima de 15 dias, sob refrigeração (Ferreira et al. 2002). Em comparação com a conservação de carne de outros animais, a conservação do peixe apresenta problemas mais graves pois se decompõem muito mais rápido (Germano e Germano, 2015). Portanto, é importante desenvolver tecnologias de processamento que permitam o armazenamento por longo prazo e, preferencialmente, à temperatura ambiente, sem causar danos as características físico-químicas do produto.

Assim sendo, existe a necessidade da criação de produtos que conservem por mais tempo as características físico-químicas do pescado. Influenciando em um período maior para consumo, ou transporte e agregando valor a matéria-prima mantendo suas características nutricionais. Neste sentido, o processo de liofilização de filé de tilápia, pode ser uma alternativa de matéria-prima pré-processada, pois além de agregar valor, disponibilizaria uma matéria-prima de excelente qualidade para elaboração de diversos produtos.

O processo de liofilização é baseado na desidratação por sublimação do produto

congelado, caracteriza-se por reduzir a atividade de água ( $A_w$ ) a níveis muito baixos, inibindo o desenvolvimento microbiano (Ratti, 2001; Murgatroyd et al. 1997). Diferentemente de outros métodos de secagem convencionais que removem apenas a água livre presente nos alimentos, a liofilização consegue remover a água combinada e outros componentes, melhorando a eficiência da secagem. Esse processo, além de reduzir a atividade de água, reduz os custos de armazenamento e transporte, prolongando a vida útil do produto.

A atividade de água assim como a cor e a textura são características relacionadas a qualidade do alimento. A cor é um dos principais parâmetros de qualidade avaliado pelos consumidores, pois é o primeiro contato com consumidor – produto, tendo influência direta para aquisição ou não do produto (Rezende-de-Souza et al. 2020; Pathare et al. 2013). Já a textura é determinada quando o alimento sofre uma deformação, mordido, cortado ou prensado, sendo possível se ter noção da sua resistência (Teixeira, 2009), o que indica o grau de maciez ou rigidez do produto. O que torna essas análises essenciais para na produção de alimentos.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Caracterizar os aspectos físicos dos filés de tilápia do Nilo *Oreochromis niloticus* submetidos a diferentes tempos de liofilização.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Analisar a atividade de água dos filés liofilizados em diferentes tempos (18 horas, 24 horas, 30 horas e 36 horas) e massa inicial de processamento (2,500 kg, 3,500 kg, 4,500 kg).
- Determinar as características de cor e textura dos filés liofilizados em diferentes tempos (18 horas, 24 horas, 30 horas e 36 horas) e massa inicial de processamento (2,500 kg, 3,500 kg, 4,500 kg).

### 3. MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 LOCAL DO EXPERIMENTO E MATÉRIA PRIMA

As análises de textura, atividade água e colorimetria foram realizadas no laboratório de alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, campus de Medianeira, Estado do Paraná. A matéria prima utilizada nas análises foram filés de tilápia obtidos por doação das indústrias de pescado da região de Toledo.

#### 3.2 PROCESSO DE LIOFILIZAÇÃO DOS FILÉS

Para o processo de liofilização foi utilizado um protótipo de liofilizador vertical ( Patente de invenção BR 10 2020 010874 3) composto pela câmara de liofilização (de formato cilíndrico, em Aço Inox AISI 304 com volume interno de  $0,065\text{m}^3$ ), prateleiras (permitem alterar o espaço entre suas partes e são perfuradas para facilitar a passagem de vapor originários da sublimação), câmara de sequestro de umidade (constituída na forma cilíndrica em Aço Inox AISI 304 com volume interno de  $0,016\text{m}^3$ ) e a bomba de duplo estágio (realiza a remoção do oxigênio, da umidade e de outros gases presentes no compartimento que está sob o processo de desidratação) (Figura 1). Em torno de 50kg de filé fresco de tilápia foi empregado na realização do experimento.

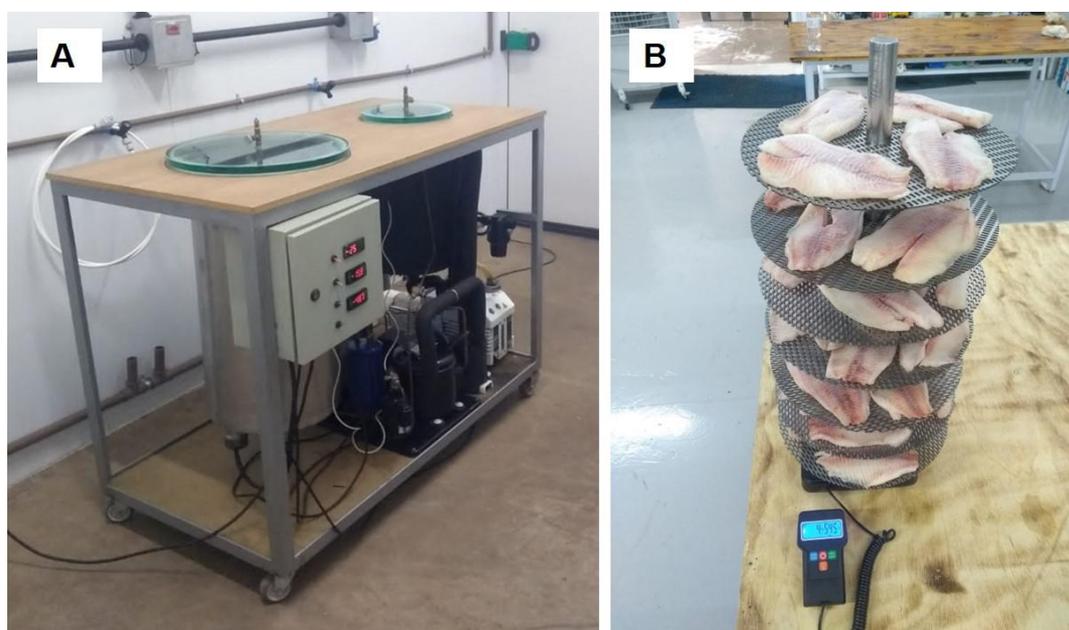


Figura 1. (a) liofilizador em formato cilíndrico; (b) filés distribuídos nas prateleiras do liofilizador.

Previamente os filés frescos foram congelados em freezer (Dynamic 1.030 L) a uma temperatura de  $-30^{\circ}$  antes de iniciar o processo de liofilização. Os procedimentos de liofilização

foram realizados em quatro tempos e três processos com massa inicial para cada tempo, tendo o filé fresco como tratamento controle (Tabela 1).

Tabela 1. Tempo de liofilização dos filés de tilápia e os três processos com massa inicial diferente.

Tempo de liofilização	Massa inicial (kg)		
18 horas	2,500	3,500	4,500
24 horas	2,500	3,500	4,500
30 horas	2,500	3,500	4,500
36 horas	2,500	3,500	4,500

### 3.3 ANÁLISES DE ATIVIDADE DE ÁGUA, TEXTURA E COR

A efeito de comparação, os filés de tilápia foram avaliados em seu estado fresco–congelado e após o processo de liofilização. As análises de atividade de água e cor foram realizadas em triplicata e com a distinção entre filés pequenos (com peso variando de 100 a 250kg) e grandes (com peso variando de 300kg a 500kg).

#### 3.3.1 Atividade de Água ( $a_w$ )

As amostras foram dispostas em recipientes de polietileno para posterior leitura com auxílio do aparelho AquaLab 4 TE, à temperatura de 25 °C. Onde a amostra permaneceu cerca de 10 a 20 minutos para a realização da leitura (Figura 2).



Figura 2. Analisador de atividade de água.

#### 3.3.2 Textura

Foi determinada através da média de resistência ao corte (força de cisalhamento). Onde os filés foram cortados em cubo de 2 cm<sup>3</sup>, transversalmente à direção das fibras musculares. Para a realização dos cortes foi utilizado um texturômetro TA HD PLUS, equipado com lâmina de corte triangular WarnerBratzler de espessura de 3,0 mm e largura de 70 mm, a qual foi aplicada transversalmente às fibras para a obtenção da força de corte da carne, a 5 mm/s de velocidade, com distância de 45 mm (Figura 3). O pico da força registrada foi expresso em gramas de força necessária para os cortes dos filés.

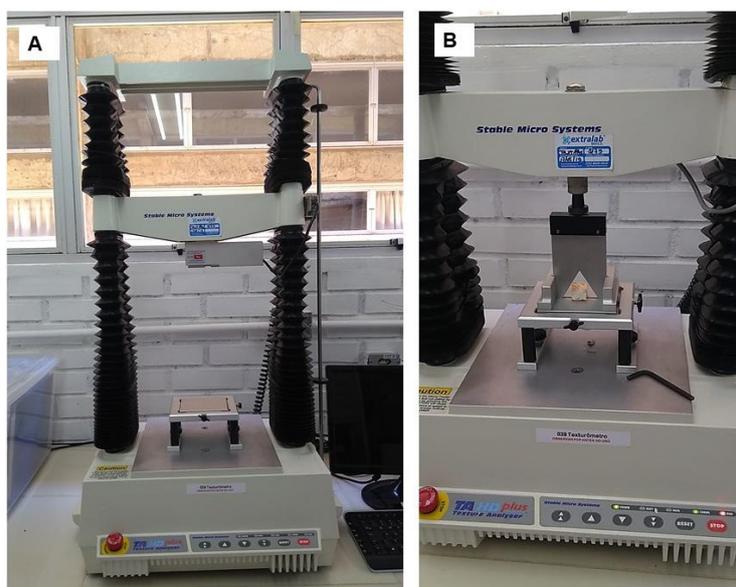


Figura 3. (A) Texturômetro; (B) Lâmina de corte triangular.

### 3.3.3 Cor

A análise de cor foi realizada utilizando um colorímetro Konica Minolta Chroma Meter modelo CR400 (Figura 4).

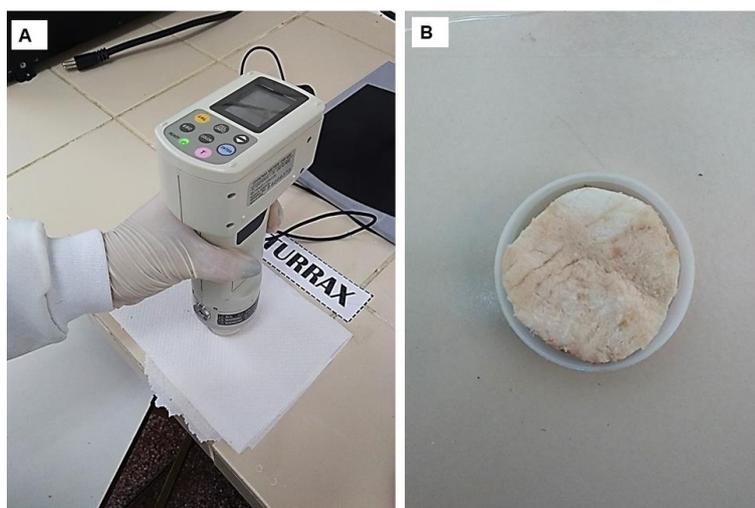


Figura 4. (A) Mensuração da cor com auxílio do colorímetro; (B) Amostra de filé de tilápia liofilizado.

Para determinação da cor utilizou-se o modelo CIEL\*a\*b\* que inclui as variáveis L\*, a\*, b\*, Chroma (C\*) e ângulo Heu (h\*) (Figura 5). Sendo que as coordenadas correspondem:

L\* = luminosidade, que varia de 0 (preto) a 100 (branco).

a\* = cromaticidade vermelho (+a) / verde (-a).

b\* = cromaticidade amarelo (+b) / azul (-b).

C\* = saturação.

h\* = intensidade.

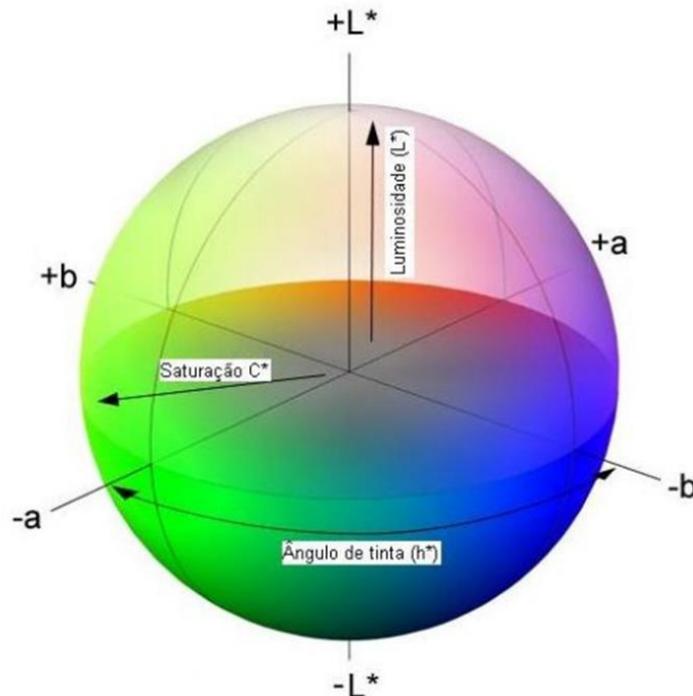


Figura 5: Escala de cor CIEL\*a\*b\*, utilizada nas análises de cor dos filés de tilápia liofilizado. Fonte: CIELab, 1976 (adaptado por Melo, 2012).

### 3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Com os dados obtidos, foram tratados e avaliados pela metodologia de superfície de resposta (MSR), foi utilizada para avaliar os efeitos individuais e as interações entre as variáveis; massa inicial e tempo de liofilização nas respostas estudadas. Para o experimento, as variáveis independentes escolhidas foram: hora de liofilização e massa inicial. Diferentes massas iniciais e tempos foram analisados usando a análise de superfície de resposta para visualizar os efeitos interativos. As variáveis foram modeladas seguindo regressão polinomial. Os coeficientes do modelo descrevem os efeitos estimados de seus respectivos parâmetros na resposta variável no modelo e uma expressão genérica pode ser escrita da seguinte forma:

$$Y = b_0 + b_1A + b_2B + b_3A \times B + b_4A^2 + b_5B^2 \quad (1)$$

Onde Y é a resposta e os parâmetros dependentes previstos das variáveis,  $b_0$ ,  $b_1$ ,  $b_2$ ,  $b_3$ ,  $b_4$  e  $b_5$  representam o efeito linear e constante da massa (A) e o efeito linear do tempo (B). A análise de otimização para as respostas previstas foi realizada usando o software R (R Core Team, 2019) com o pacote descrito por Lenth (2009). A diferença significativa ( $p < 0,05$ ) foi estabelecida para efeito de comparação dos dados.

## 4. RESULTADOS

### 4.1 METODOLOGIA DE SUPERFÍCIE DE RESPOSTA

Os valores de atividade de água ( $A_w$ ) encontrados nos processos de liofilização em filé de tamanho pequeno e grande apresentaram diferença significativa ( $p < 0,05$ ). A relação empírica entre as variáveis independentes e as respostas obtidas pela aplicação da metodologia de superfície de resposta (MSR) é dada pelas funções quadráticas dos respectivos modelos, conforme as equações 2, 3, 4 e 5.

$$A_w (\text{filé pequeno}) = 1,1749 - 0,3017A + 0,0150B + 0,0016AB + 0,0441A^2 - 0,0005B^2 \quad (2)$$

$$A_w (\text{filé grande}) = 0,4262 + 0,0223A + 0,0304B - 0,0034AB + 0,0173A^2 - 0,0005B^2 \quad (3)$$

$$\text{Textura (filé pequeno)} = -119,8682 + 81,7930A - 0,0501B - 1,0665AB - 8,6750A^2 + 0,0824B^2 \quad (4)$$

$$\text{Textura (filé grande)} = 10,0739 + 11,8207A - 1,4355B - 0,0564AB - 2,0987A^2 + 0,0431B^2 \quad (5)$$

Os modelos previstos para  $A_w$  nos filés liofilizados podem ser visualizados através de superfície de resposta, apresentados nas figuras 6A e 6B. Essas amostras demonstraram que houve redução dos valores de atividade de água nos filés (grande e pequeno) com o aumento do tempo de liofilização. Os índices de atividade de água apresentaram intervalos de variação entre 0,991 (4,500 kg-18h) a 0,765 (2,500 kg-36h) para os filés grandes (Figura 6 A). Enquanto para os filés pequenos esse intervalo foi de 0,997 (4,500 kg-24h) a 0,741 (2,500 kg-36h) (Figura 6 B). Além disto, o  $R^2$  real e o  $R^2$  previsto para atividade de água ( $A_w$ ) do filé grande (Figura 6 C) e pequeno (Figura 6 D) demonstraram correlação dentro do esperado.

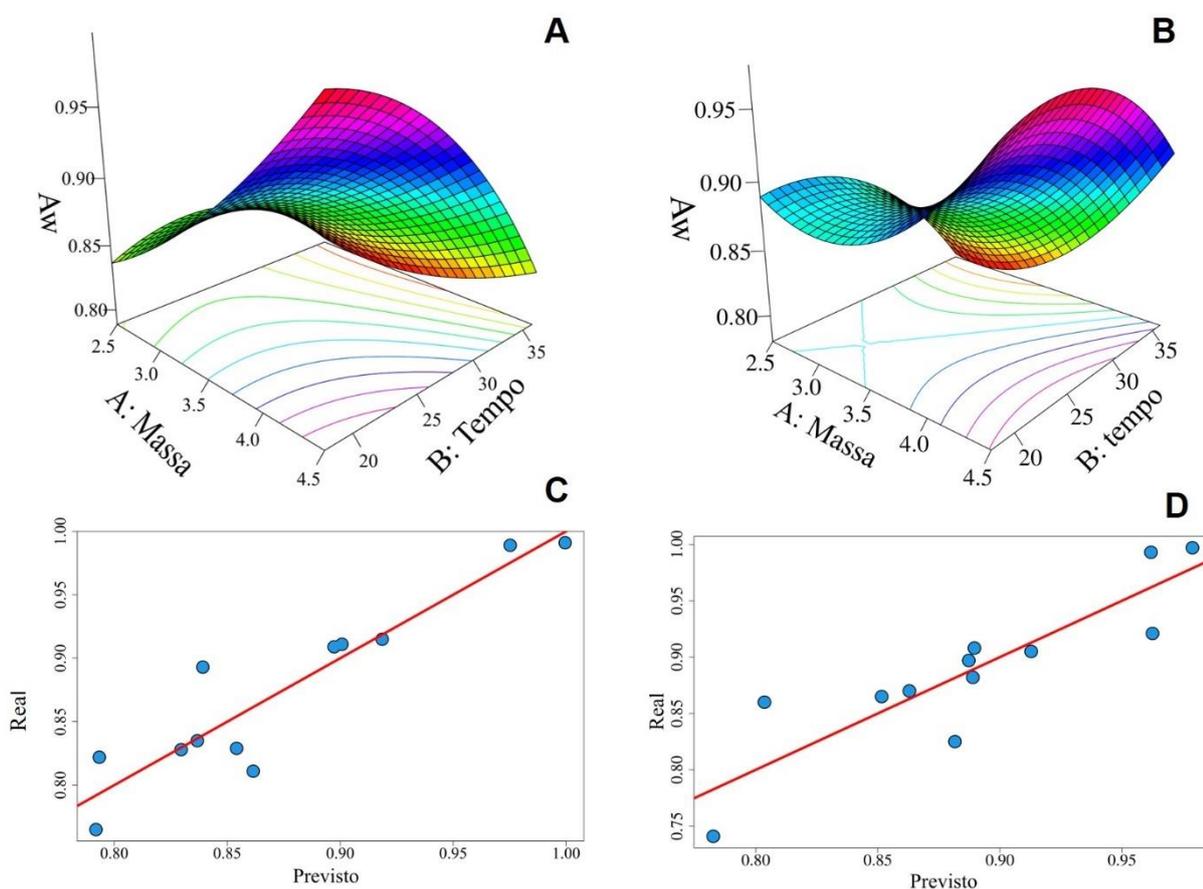


Figura 6. Gráfico de superfície de resposta tridimensional para atividade de água ( $a_w$ ) dos filés liofilizados (A) filé grande; (B) filé pequeno como resposta da interação entre fatores independentes massa e tempo. Gráfico de valor real e previsto do filé grande (C) e pequeno (D).

Observou-se que os valores de textura do filé grande também apresentaram diferença significativa ( $p < 0,05$ ). Diferente da textura do filé pequeno que não apresentou diferença significativa ( $p > 0,05$ ). Os filés com baixos teores de massa quando submetidos a períodos maiores de liofilização tem sua rigidez aumentada (Figura 7).

Em filés grandes com peso de 2,500 kg, a força de cisalhamento apresentou variações entre 9,86 (18h) a 27,56 kgf (36h) (Figura 7 A). Assim como em filés pequenos com mesmo teor de massa, na qual esses valores oscilaram de 8,65 (18h) para 53,40 kgf (36h) (Figura 7 B). Além disso, os menores valores (3,64 e 3,25 kgf para filés grande e pequeno respectivamente) de força de cisalhamento registradas durante o experimento, foram na fase de tratamento de 24 horas, com filés de 4,500 kg (Figura 7 A e B). O coeficiente de determinação  $R^2$  real e previsto da textura dos filés grande apresentaram correlação positiva, estando dentro do cenário esperado (Figura 7 C). No entanto, o coeficiente  $R^2$  real da textura do filé pequeno não esteve de acordo com o  $R^2$  previsto (Figura 7 D).

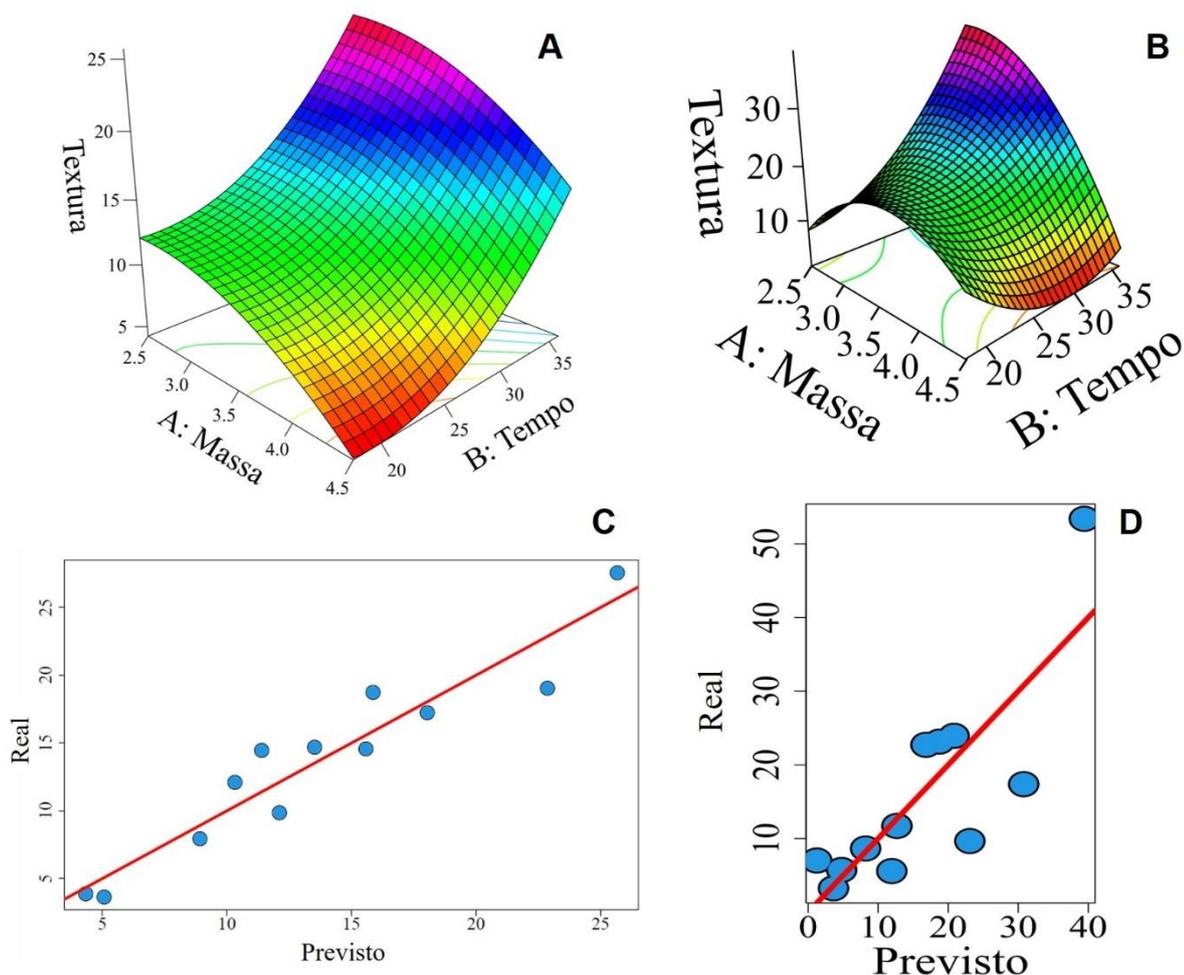


Figura 7. Gráfico de superfície de resposta tridimensional para textura dos filés liofilizados (A) filé grande; (B) filé pequeno como resposta da interação entre fatores independentes massa e tempo. Gráfico de valor real e previsto do filé grande (C) e pequeno (D).

## 4.2 COLORIMETRIA

Em relação as alterações colorimétricas sofrida pelos filés de tilápia liofilizados, observou-se que para filés de tamanhos menores (2,500 kg), as faixas de luminosidade ( $L^*$ ) estiveram entre 57,03 (18h) a 76,02 (36h) (Tabela 2). Indicando assim que estas amostras apresentam tonalidades mais acinzentadas clara, pois a faixa de variação da luminosidade encontra-se localizada acima do centro de escala de luminosidade (50), não categorizando o produto final como sendo preto ( $L^*=0$ ) ou branco ( $L^*=100$ ), situação similar ocorrida com filés grande, com peso em torno de 4,500 kg em 18h (56,87) e 3,500 kg em 36h (79,22) (Tabela 2). Além disso, as coordenadas cromáticas ( $a^*$ ) do teste colorimétrico aplicado sobre a amostras de filés liofilizados, demonstraram que o maior valor para filés pequenos foi de 2,89 (3,500 kg-24h) e o menor -2,91 (4,500 kg-24h) (Tabela 2). Enquanto para filés maiores, esses valores foram menores, concentrando-se entre -2,31 (4,500 kg-30h) e 0,98 (2,500 kg-36h) (Tabela 2).

Não foram encontrados valores negativos da coordenada cromática  $b^*$  para filés de ambos os tamanhos (Tabela 2). Portanto, a presença de apenas valores positivos indica que os processos com valores de  $a^*$  negativos e  $b^*$  positivos se encaixam no quadrante verde – amarelo, enquanto processos que obtiveram valores de  $a^*$  positivos e  $b^*$  positivo se enquadram no quadrante vermelho – amarelo (Tabela 2).

**Tabela 2.** Valores referentes a colorimetria em filé fresco (pequeno e grande) e filés (pequeno e grande) de tilápia liofilizados de acordo com o tempo e massa inicial.

COR - Filé Pequeno													
Tempo (horas)													
		18h			24h			30h			36h		
MASSA (Kg)													
	Controle	4,500	3,500	2,500	4,500	3,500	2,500	4,500	3,500	2,500	4,500	3,500	2,500
L	40,18 ±1,77	68,97 ±9,89	77,10 ±1,79	57,44 ±7,23	55,03 ±0,24	68,18 ±4,15	67,30 ±3,87	64,81 ±3,45	70,83 ±6,24	73,77 ±4,29	75,07 ±4,31	74,04 ±5,43	76,02 ±7,71
a	0,28 ±0,89	-1,71 ±1,60	-0,92 ±0,80	2,84 ±5,71	-1,87 ±0,27	2,89 ±1,76	-1,02 ±1,06	-2,91 ±0,36	-1,75 ±0,82	-2,07 ±0,49	2,54 ±0,78	-1,99 ±0,34	-1,86 ±0,08
b	8,45 ±0,25	15,99 ±2,02	17,33 ±1,22	17,64 ±2,68	14,99 ±1,18	19,07 ±1,36	15,40 ±2,18	12,24 ±0,27	16,10 ±1,53	15,64 ±1,01	15,45 ±1,18	17,19 ±1,36	17,35 ±2,22
C	8,48 ±0,21	16,14 ±1,97	17,37 ±1,18	18,34 ±3,76	15,11 ±1,15	19,33 ±1,56	15,5 ±2,16	12,58 ±0,33	16,22 ±1,42	15,78 ±1,00	15,68 ±1,04	17,31 ±1,36	17,45 ±2,20
h	87,99 ±6,08	96,34 ±5,73	93,13 ±2,84	82,95 ±15,46	97,15 ±1,44	81,62 ±4,78	94,20 ±4,50	103,32 ±1,39	96,41 ±3,64	97,55 ±1,80	99,46 ±3,46	96,59 ±0,98	96,21 ±1,00
COR - Filé Grande													
		18h			24h			30h			36h		
	Controle	4,500	3,500	2,500	4,500	3,500	2,500	4,500	3,500	2,500	4,500	3,500	2,500
L	42,28 ±3,64	56,87 ±0,11	68,46 ±7,79	75,47 ±3,06	65,99 ±9,29	74,21 ±3,46	69,04 ±6,45	66,90 ±3,77	77,40 ±5,45	72,10 ±4,48	70,32 ±3,22	79,22 ±1,25	72,21 ±8,94
a	-0,29 ±1,62	-1,71 ±0,52	-1,17 ±1,14	-0,76 ±2,70	-1,84 ±0,65	-0,93 ±0,43	-1,12 ±1,00	-2,31 ±0,39	-1,07 ±5,45	0,35 ±1,85	0,58 ±1,16	-1,74 ±1,27	0,98 ±1,46
b	7,64 ±1,41	11,07 ±1,18	16,59 ±2,85	17,07 ±3,47	14,08 ±2,58	17,31 ±1,03	15,29 ±0,38	14,01 ±1,35	17,98 ±0,59	16,00 ±1,91	17,00 ±1,97	16,63 ±1,26	18,65 ±1,89

C	7,78 ±1,29	11,22 ±1,09	16,67 ±2,73	17,25 ±3,29	14,21 ±2,59	17,34 ±1,01	15,35 ±0,40	14,20 ±1,26	18,10 ±0,65	16,07 ±2,00	17,03 ±2,02	16,76 ±1,15	18,72 ±1,90
h	93,51 ±13,83	98,98 ±3,69	94,55 ±5,14	93,38 ±9,96	97,45 ±2,66	93,13 ±1,54	94,16 ±3,71	99,54 ±2,57	93,44 ±5,05	89,20 ±6,11	88,32 ±3,52	96,17 ±4,61	87,11 ±4,52

## 5. DISCUSSÃO

Os Resultados dos índices de atividade de água ( $a_w$ ) obtidos nesse estudo diminuíram em filés de ambos os tamanhos durante as etapas do processo de liofilização. Cenário já esperado, visto que esse processo de desidratação tem como uma das principais características a redução dos teores de água livre presente no alimento (Murgatrouyd et al. 1997; Fragoso 2012). No entanto, os valores obtidos de atividade de água ( $a_w$ ) nesse estudo estiveram acima de 0,60, considerado como valor limitante para multiplicação de microrganismos em alimentos (Abbas Saleh et al. 2009), e de 0,3 para alimentos desidratados (Vitali e Quast, 1996). Isto demonstra que o processo de liofilização dos filés de tilápia foi ineficiente nesse estudo, pois os índices ideais de secagem não foram alcançados, o que torna o ambiente propício ao desenvolvimento microbiano, podendo prejudicar o tempo de vida de prateleira do produto final. Porém, devemos considerar o fato do liofilizador ser um protótipo e por isso tais resultados foram obtidos como forma de promover o desenvolvimento de tecnologias para agregação de valor ao pescado.

Os valores de  $a_w$  encontrados neste estudo também estiveram acima aos descritos na literatura para filés liofilizados de tilápia do Nilo *Oreochromis niloticus* onde a média registrada foi de 0,48 para filés com cortes de 2 cm x 2 cm variando sua espessura entre 0,7 a 1,5 cm (Moraes 2007) e para produtos à base da carne de tilápia do Nilo, tal como croquetes liofilizados de carne mecanicamente separada (CMS) com 240 dias (0,5415) (Funchs et al. 2015). Além disto, esses valores estiveram acima da média de estudos envolvendo carne liofilizada com outras espécies de peixes, por exemplo o *Pollachius virens* (0,05 a 0,07) (Shaviklo et al. 2012) e raia *Gymnura altavela* (0,03 a 0,23) (Costa et al. 2021). Em relação aos demais tipos de pescados, os valores de  $a_w$  também foram superiores aos de caranguejo-uçá *Ucides cordatus* (0,13 a 0,43 de 0 a 120 dias) (Lima 2015), camarão marinho *Litopnaeus vannamei* (0,33) (Rocha 2010) e rã-touro *Lithobates catesbeianus* (0,22 a 0,33) (Fragoso 2012). Tais diferenças observadas podem estar relacionadas as propriedades nutricionais específicas dos alimentos alvo dos estudos e das características de cada experimento (tamanho da amostra, utilização de aditivos, etc.).

O processo de liofilização geralmente não causa retração nos alimentos e nem endurecimento da sua camada superficial, no entanto pode vir afetar a textura (Fellows 2017). Nesse estudo, os valores de força de cisalhamento (kgf) dos filés de tilápia do Nilo (ambos os tamanhos) foram maiores para os processos de liofilização com 36h e peso de 2,500 kg. Isto deve-se em razão da baixa massa inicial e do tempo maior de liofilização, o que pode ter

contribuído para alteração da textura pelo processo de desidratação. Lima (2004) em seu estudo com pintado *Pseudoplatystoma corruscans* liofilizado, relata dificuldades na execução dos testes de textura entre amostras liofilizadas e frescas, devido à elevada dureza das amostras liofilizadas, que ultrapassaram o limite de leitura do seu equipamento. De fato, a força de cisalhamento está relacionada diretamente com o teor de maciez da carne, visto que quanto maior a maciez menor será a força de cisalhamento (Moraes 2007). A maciez da carne de peixe também depende de outros fatores, por exemplo idade, teor de gordura, peso, estresse durante o abate, entre outros.

A coloração da carne é um fator de qualidade de grande importância para o produto final, pois é o primeiro contato que liga o produto com o consumidor no momento da compra (Koizumi et al. 1990). Os resultados das análises colorimétricas nesse estudo demonstraram aumento da luminosidade ( $L^*$ ) nas amostras de filé (pequeno e grande) em decorrer do processo de liofilização. Comportamento similar ao descrito na obra de Lima (2004), onde o autor relata que os valores de  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  sofreram alterações durante o processo de liofilização, havendo aumento de intensidade desses valores em amostras liofilizadas de pintado, com as liofilizadas ficando mais claras que as em estado fresco. Costa et al. (2021), porém em seu estudo obteve resultados menores de luminosidade  $L^*$  (56,98) com carne de raia liofilizada, o que limitou a distribuição da luminosidade no quadrante amarelo-vermelho, caracterizando essa carne com aparência opaca. Fragoso (2012) associou em seu estudo o fator variedade (pigmentação normal e albina) como influencia na determinação da coloração da carne liofilizada de rã-touro. Diante disto, pode-se afirmar que o processo de liofilização pode alterar a coloração do produto final em relação a matéria prima *in natura*. Nesse estudo os filés de caracterizaram de forma geral em tonalidades levemente acinzentada.

## 6. CONCLUSÃO

O processo de liofilização aplicado aos filés de tilápia do Nilo não responderam da forma esperada, uma vez que os índices de atividade de água ( $A_w$ ) estiveram acima dos limites considerados adequados aos alimentos submetidos a esse tipo de tratamento. Além disto, os tempos de tratamento e o peso das amostras utilizadas nesse estudo também podem não ter sido adequados ao processo de liofilização, o que pode ter contribuído para a geração de um produto final com qualidade insuficiente para atender as exigências microbiológicas para produtos desidratados. Apesar dos resultados desse estudo não terem sido satisfatórios, credita-se na eficiência do processo de liofilização para o melhoramento e prolongamento do tempo de

prateleira de produtos à base de peixe. Portanto, esperamos que estudos futuros incluam novas análises sobre os aspectos físico-químicos, microbiológico e sensorial, no intuito de proporcionar investigações mais aprofundadas sobre esse tema.

## REFERÊNCIA

Abbas, KA., Saleh, AM., Mohamed, A., Lasekan, O., 2009. The relationship between water activity and fish spoilage during cold storage: A review. *Journal of Food, Agriculture e Environment*, 7, 3 e 4, 86-90.

Bacelar, RGA., Murator, MCS., 2020. Utilização de resíduos de filetagem de tilápia na tecnologia de alimentos: uma revisão. *Revista Científica Rural*, 22, 2.

Bandeira, MGA., Nascimento, JS., 2017. Estudo prospectivo relativo à atividade da tilápia para a indústria de alimentos no período de 2006 a 2016. *Cadernos de Prospecção*, 10, 3, 552-562. <https://doi.org/10.9771/cp.v10i3.23029>

Costa, JP., Souza, JHP., Neto, LGM., Vale, DA., Souza, BWS., Costa, JMC., 2021. Aplicação do processo de secagem por liofilização em raia (*Gymnura altavela*). *Revista Principia*, Early View.

Conte, MA., Gammerdinger, WJ., Bartie, KL., Penman, DJ., Kocher, TD., 2017. A high quality assembly of the Nile Tilapia (*Oreochromis niloticus*) genome reveals the structure of two sex determination regions. *Journal BMC Genomics*, 18, 341. <https://doi.org/10.1186/s12864-017-3723-5>

Ferreira, EM., Lopes, IS., Pereira, DM., Leônico, GG., 2020. Alterações sensoriais, microbiológicas e químicas da pescada amarela (*Cynoscion acoupa*) e do peixe-serra (*Scomberomorus brasiliensis*) desembarcados em portos no Maranhão. *Brasilian Journal of Development*, 6, 5, 26662-26676. <https://doi.org/10.34117/bjdv6n5-210>

Ferreira, MW., Silva, VK., Bressan, MC., Faria, PB., Vieira, JO., Oda, SHI., 2002. Pescados processados: maior vida de prateleira e maior valor agregado. *Boletim de Extensão*, Lavras, Minas Gerais, Universidade Federal de Lavras, p 26.

Fragoso, SP., 2012. Avaliação de características físico-químicas da carne de rã-touro (*Lithobates catesbeianus*) liofilizada de pigmentação normal e albina. Dissertação (mestrado), p. 89.

Funchs, RHB., Ribeiro, RP., Matsushita, M., Tanamati, AAC., Canan, C., Bona, E., Marques, LLM., Droval, AA., 2015. Chemical, sensory and microbiological stability of freeze-dried Nile tilapia croquete mixtures. *CyTA-Journal of Food*, 13, 4, 556-562. <https://doi.org/10.1080/19476337.2015.1014431>

Fellows, PJ., 2017. Freeze drying and freeze concentration. In: Fellows, PJ. (Ed.). *Food processing technology: Principles and Practice*. Woodhead Publishing, 4 ed., p. 929-945.

Forsythe, S.J., 2002. Microbiologia da segurança alimentar. Tradução: maria Carolina Minardi Guimarães e Cristina Leonhardt, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, p. 216

Germano, PML., Germano, MIS., 2015. Higiene e vigilância sanitária de alimentos. 5ª ed. São Paulo: Manole, p. 1027.

Koizumi, C., Oshima, T., Wada, S., 1990. A comparison of the deterioration in quality of freeze dried flesh of Halibut (*Hippoglossus stenolepis*) during storage in air and nitrogen at low water activities. Journal of the Science of Food and Agriculture, 52, p. 561 – 572.

Lenth, R.V., 2009. Response-surface methods in R, using rsm. Journal of Statistical Software, 32, p. 1–17. <https://doi.org/10.18637/jss.v032.i07>

Lima, LK., 2015. Processamento e avaliação da qualidade de produtos liofilizados de caranguejo-uçá (*Ucides cordatus*). Dissertação (mestrado), Universidade Federal do Ceará, p. 89.

Lima, GAMR., 2004. Relações entre migração e redistribuição de umidade, sobre a qualidade e estabilidade do peixe Pintado (*Pseudoplatystoma corruscans*) liofilizado. Tese (doutorado), Universidade de São Paulo, p.103.

Milanez, AY., Guimarães, DD., Maia, GBS., Munoz, AEP., Filho, MXP., 2019. Potencial e barreiras para a exportação de carne de tilápia pelo Brasil. BNDES, Rio de Janeiro, 25, 49, p. 155-213.

Moraes, GMD., 2007. Elaboração de filé de tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*) pré-cozido liofilizado e avaliação das características determinantes de sua qualidade. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal da Paraíba, p. 98.

Murgatroyd, K., Butler, LD., Kinnarney, K., Monger, P., 1997. Good pharmaceutical freezer-drying practice, Peter Cameron, p. 320.

Pathare, PB., Opara, UL., Al-Said, FA., 2013. Colour Measurement and Analysis in Fresh and Processed Foods: A Review. Food and Bioprocess Technology. 6, p. 36–60. <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0867-9>

Ratti, C., 2001. Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review. Journal of Food Engineering, 49, 311-319. [https://doi.org/10.1016/s0260-8774\(00\)00228-4](https://doi.org/10.1016/s0260-8774(00)00228-4).

Rebouças, PM., Lima, LR., Dias, IF., Barbosa Filho, JAD., 2014. Influência da oscilação térmica na água da piscicultura. Journal of Animal Behaviour and Biometeorology, 2, 2, 35-42. <https://doi.org/10.14269/2318-1265.v02n02a01>

Rocha, MMRM., 2010. Liofilização como método de agregar valor ao camarão marinho *Litopenaeus vannamei*. Tese (doutorado), Centro de Tecnologia, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, p. 184.

Shaviklo, GR., Thorkelsson, G., Arason, S., Sveinsdottir, K., 2012. Journal Food Science Technology, 49, 3, 309-318. <https://doi.org/10.1007/s13197-011-0285-4>

Rezende-de-Souza, JH., Souza, COSS., Hoshiba, MA., Abreu, JS., Savay-da-Silva, LK., 2020. Brazilian Journal of Development, 6, p. 23264-23277. <https://doi.org/10.34117/bjdv6n5-034>

Teixeira, LV., 2009. Análise sensorial na indústria de alimentos. Revista do Instituto de Laticínios, 64, 366, p. 12-21.

Vicente, IST., Elias, F., Fonseca-Alves, CE., 2014. Perspectivas da produção de tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*) no Brasil. Revista de Ciências Agrárias, 37, 4, 392-398.

Vieira, DC., Balbinot-Alfaro, E., Martins, VG., 2021. Sistemas Inteligentes para o monitoramento da qualidade de Pescado. Rio Grande, RS: FURG, p. 68.

Vitali, AA., Quast, DG., 1996. Vida de prateleira de alimentos. In: Moura, CSR., Germen, PMM. Reações de transformações e vida de prateleira de alimentos processados. Campinas, São Paulo, Manual Técnico, 6, pp. 3-10.