



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE**  
**ALIMENTOS**

**JANAINA DE PAULA DA COSTA**

**CARNE DE RAIA (*Gymnura altavela*) LIOFILIZADA: OBTENÇÃO,  
CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO EM BISCOITO TIPO SALGADO**

**FORTALEZA**

**2020**

JANAINA DE PAULA DA COSTA

CARNE DE RAIA (*GYMNURA ALTAVELA*) LIOFILIZADA: OBTENÇÃO,  
CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO EM BISCOITO TIPO SALGADO

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do título de Doutora em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Área de concentração: Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. José Maria Correia da Costa.

Coorientador: Prof. Dr. Bartolomeu Warlene Silva de Souza.

FORTALEZA

2020

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Universidade Federal do Ceará  
Biblioteca Universitária

Gerada automaticamente pelo módulo catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

---

C873c Costa, Janaina de Paula da.

Carne de raia (*Gymnura altavela*) liofilizada: obtenção, caracterização e aplicação em biscoito tipo salgado / Janaina de Paula da Costa. – 2020.  
88 f. : il. color.

Tese (doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências Agrárias, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Fortaleza, 2020.

Orientação: Prof. Dr. José Maria Correia da Costa.

Coorientação: Prof. Dr. Bartolomeu Warlene Silva de Souza.

1. Pescado. 2. Produto desidratado. 3. Biscoito tipo salgado. I. Título.

CDD 664

---

JANAINA DE PAULA DA COSTA

CARNE DE RAIÁ (*GYMNURA ALTAVELA*) LIOFILIZADA: OBTENÇÃO,  
CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO EM BISCOITO TIPO SALGADO

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do título de Doutora em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Área de concentração: Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Aprovado em: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_.

BANCA EXAMINADORA

---

Prof. Dr. José Maria Correia da Costa (Orientador)  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof. Dr. Bartolomeu Warlene Silva de Souza (Co-orientador)  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof. Dr. Luís Gomes de Moura Neto  
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Pernambuco (IFPE)

---

Profa. Dra. Érica Milô de Freitas Felipe Rocha  
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará (IFCE)

---

Profa. Dra. Andréa Cardoso de Aquino  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Profa. Dra. Denise Josino Soares  
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Pernambuco (IFPE)

---

Profa. Dra. Virna Luiza de Farias  
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará (IFCE)

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus por até aqui ter me sustentado e a Nossa Senhora, pelo amparo e guia nos momentos de dificuldades.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

A Universidade Federal do Ceará e ao Departamento de Engenharia de Alimentos pela oportunidade de realização do doutorado.

A minha família pelo apoio incondicional.

Ao meu orientador prof. José Maria e ao coorientador prof. Bartolomeu pela orientação e oportunidade do desenvolvimento deste trabalho.

Aos meus parceiros de laboratório: Andreza Felipe, Ana Paula Rodrigues, Diácomo Lima, Karla Pimenta e Morgana Cisne pela ajuda e convivência. Ao Diego Alves e à Claudia Cinthia Oliveira pela disponibilidade e colaboração.

Aos meus amigos e parceiros: Luís Moura Neto, Hamilton Souza, Jovan Lara Junior, Luciana Carneiro e Luciana Gama pelas mãos sempre estendidas para ajudar nos momentos oportunos.

Aos membros da banca pela disponibilidade de contribuir com o trabalho.

**GRATIDÃO A TODOS!**

## RESUMO

A maior necessidade por produtos de conveniência, fáceis de preparar, motivada pelo novo estilo de vida e, ainda, a invasão das prateleiras por produtos de alta qualidade e diversificação, vêm modificando o tradicional consumidor de alimentos. Por essa razão, processamentos corretos para garantir a conservação de alimentos altamente perecíveis, como o pescado, e a utilização de novas transformações tecnológicas adquirem importância, que envolvem aumento da vida útil, conveniência para o consumidor e agregação de valor. Este trabalho objetivou desenvolver uma nova forma de disponibilizar carne de raia e com uma vida de comercialização maior, sem haver a necessidade de outro processo de conservação como refrigeração e congelamento, podendo esse produto ser utilizado como matéria-prima para biscoito tipo salgado. Inicialmente, avaliou-se a influência das condições de processo (tempo de congelamento e tempo de liofilização) sobre a atividade de água, umidade e rendimento do produto por meio de dois planejamentos experimentais. Em seguida, foi feito o estudo da estabilidade do produto por meio do monitoramento de parâmetros físico-químicos ( $a_w$ , umidade, pH, N\_BVT, TBARS, cor), microbiológicos e das alterações dos compostos voláteis, por 180 dias, e da influência do tipo de embalagem na conservação do produto, como também do comportamento higroscópico da carne de raia liofilizada. Na última etapa, foi realizada a aplicação do produto na formulação de biscoito tipo salgado e sua avaliação sensorial. Como resultados dos dois planejamentos, foi obtido que 2h de congelamento e 16h de secagem são suficientes para desidratar a carne de raia, havendo uma redução de 96,85% da umidade e atinge-se atividade de água inferior a 0,6, limite para o desenvolvimento de microrganismos. O estudo da estabilidade demonstrou que a carne de raia liofilizada sofre pouca alteração ao longo do período de armazenamento, e que se acondicionada em embalagem laminada sua conservação é maior. O perfil dos compostos voláteis sofre alteração apresentando 29 novos compostos após 180 dias de armazenamento. O modelo GAB foi o que melhor representou as isotermas de adsorção. A carne de raia liofilizada se apresenta como um potencial para a comercialização tendo seu processo de deterioração em baixa velocidade. A incorporação de 5, 10 e 15% de carne de raia liofilizada na formulação de biscoitos não afetou as propriedades físicas dos biscoitos e conferiu elevação do valor nutricional. A incorporação de 5% não diferiu sensorialmente da formulação controle, e, dentre as formulações com adição do pescado, foi a preferida.

**Palavras-chave:** Pescado. Produto desidratado. Biscoito tipo salgado.

## ABSTRACT

The increased need for convenience products, easily prepared, motivated by the new lifestyle and the domination of shelves by products of high quality and diversification, has changed the traditional food consumer. This way, correct processing to guarantee the conservation of highly perishable foods, such as fish, and the use of new technological transformations are of importance, increasing its shelf life, convenience for the consumer and value added. This work aims to develop a new way of making meat available and with a longer commercial life, without the need for another conservation process such as refrigeration or freezing, and this product can be used as raw material for salty biscuit. Initially, the influence of the process conditions (freezing time and freeze-drying time) on the water activity, moisture and yield of the product were evaluated through two experimental designs. Then the product stability study was carried out by monitoring physical-chemical parameters ( $a_w$ , moisture, pH, N<sub>BVT</sub>, TBARS, color), microbiological and changes in volatile compounds, for 180 days, and the influence of type of packaging in the preservation of the product, as well as the hygroscopic behavior of lyophilized ray meat. In the last stage, the product was applied in the formulation of salty biscuit and its sensory evaluation. The results of the two plans indicated that 2h of freezing and 16h of drying are sufficient to dehydrate the ray meat, with a reduction of 96.85% of the moisture and a water activity of less than 0.6, limit for the development of microorganisms. The results of the stability study showed that lyophilized ray meat undergoes little change over the storage period and if it is packed in laminated packaging, the conservation is greater. The profile of volatile compounds changes with 29 new compounds after 180 days of storage. The GAB model was the one that best represented the adsorption isotherms. Lyophilized ray meat presents itself as a potential for commercialization with its deterioration process at low speed. The application of 5, 10 and 15% lyophilized ray meat in the biscuit formulation did not affect the physical properties of the biscuits and increased the nutritional value. The incorporation of 5% did not differ sensorially from the control formulation, and among the formulations with added fish, it was preferred.

**Keywords:** Drying. Dehydrated product. Fish. Salty biscuit.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1	– Consumo mundial per capita de pescado no ano de 2015.....	15
Figura 2	– Alguns tipos de raia.....	18
Figura 3	– Produção de raia (t) marinha no Brasil (2007 – 2011) .....	20
Figura 4	– Processamento de raia .....	22
Figura 5	– Diagrama dos diferentes estados da água, mostrando o ponto triplo .....	26
Figura 6	– Esquema do liofilizador utilizado na pesquisa .....	26
Figura 7	– Micrografia da carne de raia liofilizada que passou por congelamento de 2 h (a,b,c) e 12 h (A,B,C) e liofilização 24h .....	35
Figura 8	– Micrografia da carne de raia liofilizada em diferentes tempos .....	37
Figura 9	– Porcentagem da perda de umidade da carne de raia em função do tempo de liofilização .....	38
Figura 10	– Avaliação colorimétrica da carne de raia comercial e liofilizada .....	42
Figura 11	– Demonstração gráfica da higroscopicidade da carne de raia liofilizada .....	42
Figura 12	– Avaliação colorimétrica da carne de raia liofilizada no início e ao final da estabilidade .....	54
Figura 13	– Isotermas de adsorção carne de raia liofilizada .....	62
Figura 14	– Perfil dos avaliadores dos biscoitos elaborados .....	66
Figura 15	– Biscoitos elaborados com carne de raia liofilizada .....	67
Figura 16	– Resultado do teste afetivo aplicado nos biscoitos elaborados .....	70
Figura 17	– Notas dos provadores quanto ao sabor e aroma ideal dos biscoitos elaborados .....	72
Figura 18	– Determinação da porcentagem exata de carne de raia para conferir sabor e aroma ideal por meio de uma regressão linear .....	73
Figura 19	– Distribuição dos provadores quanto à preferência e atitude de compra dos biscoitos adicionados de carne de raia .....	74



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1	– Aminoácidos em mg/g de nitrogênio para ovo, leite, carne e pescado .....	16
Tabela 2	– Efeito do tempo de congelamento na desidratação da carne de raia .....	33
Tabela 3	– Efeito do tempo de liofilização na desidratação da carne de raia .....	36
Tabela 4	– Composição química da carne de raia comercial e liofilizada .....	39
Tabela 5	– Avaliação da qualidade da carne de raia comercial e liofilizada .....	40
Tabela 6	– Avaliação colorimétrica da carne de raia comercial e liofilizada .....	41
Tabela 7	– Estabilidade da carne de raia liofilizada armazenada em diferentes embalagens para a variável $a_w$ .....	47
Tabela 8	– Umidade (%) da carne de raia liofilizada armazenada por 180 dias em diferentes embalagens .....	49
Tabela 9	– Valores de pH da carne de raia liofilizada durante o armazenamento .....	50
Tabela 10	– Valores de N_BVT (mg/100g) da carne de raia liofilizada, durante o armazenamento em embalagens laminada e plástica .....	51
Tabela 11	– Valores de TBARS (mg malonaldeído/kg) da carne de raia liofilizada, durante o armazenamento em embalagens laminada e plástica .....	53
Tabela 12	– Avaliação colorimétrica da carne de raia liofilizada no início e ao final da estabilidade.....	54
Tabela 13	– Análise da cor da carne de raia liofilizada em função do tempo de armazenamento .....	55
Tabela 14	– Compostos voláteis ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) identificados na carne de raia após a liofilização, tempo 0 (CI) e após 180 dias de armazenamento (CII) .....	56
Tabela 15	– Ajustes das isotermas de adsorção da carne de raia liofilizada .....	60
Tabela 16	– Concentração de insumos das formulações de biscoitos tipo salgado .....	64
Tabela 17	– Efeito físico da adição de pescado na formulação do biscoito pós-cocção ....	68
Tabela 18	– Perfil microbiológico dos biscoitos elaborados com adição de carne de raia	69
Tabela 19	– Médias das notas atribuídas no teste afetivo de escala hedônica .....	71

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AACC	American Association of Cereal Chemists
ABIMAPI	Associação Brasileira das Indústrias de Biscoitos, Massas Alimentícias e Pães e Bolos Industrializados
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
AOAC	Association of Official Analytical Chemists
FAO	Food and Agriculture Organization of the United Nations
FIB	Food Ingredients Brasil
N_BVT	Nitrogênio das Base Voláteis Totais
NMP	Número Mais Provável
pH	Potencial hidrogeniônico
RDC	Resolução de Diretoria Colegiada
RIISPOA	Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal
TBARS	Substâncias Reativas ao Ácido Tiobarbitúrico
UFC	Unidade Formadora de Colônia

## LISTA DE SÍMBOLOS

$a_w$	Atividade de água
%	Porcentagem
t	Tonelada
°C	Graus Celsius

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO GERAL E OBJETIVO.....</b>	<b>13</b>
<b>2</b>	<b>REVISÃO DE LITERATURA .....</b>	<b>15</b>
<b>3</b>	<b>APLICAÇÃO DO PROCESSO DE SECAGEM POR LIOFILIZAÇÃO EM RAIA DESFIADA.....</b>	<b>30</b>
<b>3.1</b>	<b>Introdução.....</b>	<b>30</b>
<b>3.2</b>	<b>Material e Métodos.....</b>	<b>31</b>
<b>3.2.1</b>	<i>Matéria-prima.....</i>	<i>31</i>
<b>3.2.2</b>	<i>Desidratação da carne de raia por liofilização .....</i>	<i>31</i>
<b>3.2.3</b>	<i>Delineamento experimental .....</i>	<i>31</i>
<b>3.2.4</b>	<i>Análises químicas e física.....</i>	<i>32</i>
<b>3.2.5</b>	<i>Análise estatística .....</i>	<i>33</i>
<b>3.3</b>	<b>Resultados e Discussão .....</b>	<b>33</b>
<b>3.4</b>	<b>Conclusão .....</b>	<b>43</b>
<b>4</b>	<b>ESTABILIDADE AO ARMAZENAMENTO DA CARNE DE RAIA LIOFILIZADA.....</b>	<b>44</b>
<b>4.1</b>	<b>Introdução.....</b>	<b>44</b>
<b>4.2</b>	<b>Material e Métodos.....</b>	<b>45</b>
<b>4.2.1</b>	<i>Matéria-prima.....</i>	<i>45</i>
<b>4.2.2</b>	<i>Análises químicas e física.....</i>	<i>45</i>
<b>4.2.3</b>	<i>Avaliação microbiológica.....</i>	<i>45</i>
<b>4.2.4</b>	<i>Comportamento higroscópico.....</i>	<i>46</i>
<b>4.2.5</b>	<i>Compostos voláteis.....</i>	<i>46</i>
<b>4.3</b>	<b>Resultados e Discussão .....</b>	<b>47</b>
<b>4.4</b>	<b>Conclusão .....</b>	<b>62</b>
<b>5</b>	<b>EFEITO DA ADIÇÃO DE PESCADO LIOFILIZADO NA FORMULAÇÃO DE BISCOITO SALGADO.....</b>	<b>63</b>
<b>5.1</b>	<b>Introdução.....</b>	<b>63</b>
<b>5.2</b>	<b>Material e Métodos.....</b>	<b>64</b>
<b>5.2.1</b>	<i>Obtenção da raia liofilizada.....</i>	<i>64</i>
<b>5.2.2</b>	<i>Elaboração do biscoito com carne de raia liofilizada .....</i>	<i>64</i>
<b>5.2.3</b>	<i>Caracterização analíticas dos biscoitos.....</i>	<i>65</i>
<b>5.2.4</b>	<i>Caracterização microbiológica dos biscoitos .....</i>	<i>65</i>

5.2.5	<i>Avaliação sensorial dos biscoitos</i> .....	66
5.2.6	<i>Análise estatística</i> .....	67
5.3	<b>Resultados e Discussão</b> .....	67
5.4	<b>Conclusão</b> .....	74
6	<b>CONCLUSÃO GERAL</b> .....	75
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	76
	<b>APÊNDICE A - TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO.</b>	88
	<b>APÊNDICE B – FICHA DA ANÁLISE SENSORIAL</b> .....	89

## 1 INTRODUÇÃO GERAL E OBJETIVO

O ensino e a pesquisa na área de tecnologia de pescado estão entre os elos mais importantes para o aprimoramento da utilização do pescado em benefício da segurança alimentar e do desenvolvimento econômico. Somente com sua participação ativa será possível garantir a inocuidade do pescado, aprimorar e assegurar sua qualidade, reduzir as perdas pós-captura, diversificar as linhas de produção e de comercialização de pescado e derivados, e aumento de consumo (SANTOS, 2011).

A desidratação de pescado é utilizada como método de conservação e é particularmente importante devido à diminuição do seu potencial de deterioração durante o período de armazenagem. Uma das relevâncias desse trabalho é o uso do processo de liofilização como método de secagem. A liofilização difere de outros métodos de desidratação porque a água é removida do alimento por sublimação, e não por evaporação, sendo uma técnica a frio, preservando as propriedades nutricionais do alimento (FELLOWS, 2017).

Cada vez mais a indústria de alimentos foca na produção e desenvolvimento de produtos fáceis de preparar e consumir, inócuos e que satisfaçam o paladar dos seus consumidores. Em função de sua praticidade e tempo de conservação, os alimentos liofilizados já estão ganhando espaço nas prateleiras de supermercado, no entanto, esse método ainda é pouco aplicado em pescado. A liofilização permite que o alimento/pescado seja desidratado sem ter sua estrutura muscular rompida, podendo também ser feita em filé, posta, cubos e desfiado, como na pesquisa em questão, ampliando o leque de opções de produtos.

A carne de raia, como dos demais pescado, é geralmente comercializada in natura ou congelada, o que despertou o interesse em explorar uma tecnologia inovadora e emergente para a área da tecnologia do pescado. A liofilização aplicada na carne de raia resulta em um alimento com vida comercial prolongada, praticidade para o consumidor, após reidratação se encontra pronto para preparo e consumo, alimento de elevado valor nutricional e com valor agregado. O pescado liofilizado também pode ser inserido em matriz alimentar e enriquecer nutricionalmente o produto, como no caso dos biscoitos, que são alimentos de consumo rápido e, geralmente, possuem baixo valor nutricional, especialmente proteína (SANTOS *et al.*, 2017). A carne de raia ainda tem como vantagem a oferta de um produto natural, sem aromatizantes ou insumos artificiais para sua conservação.

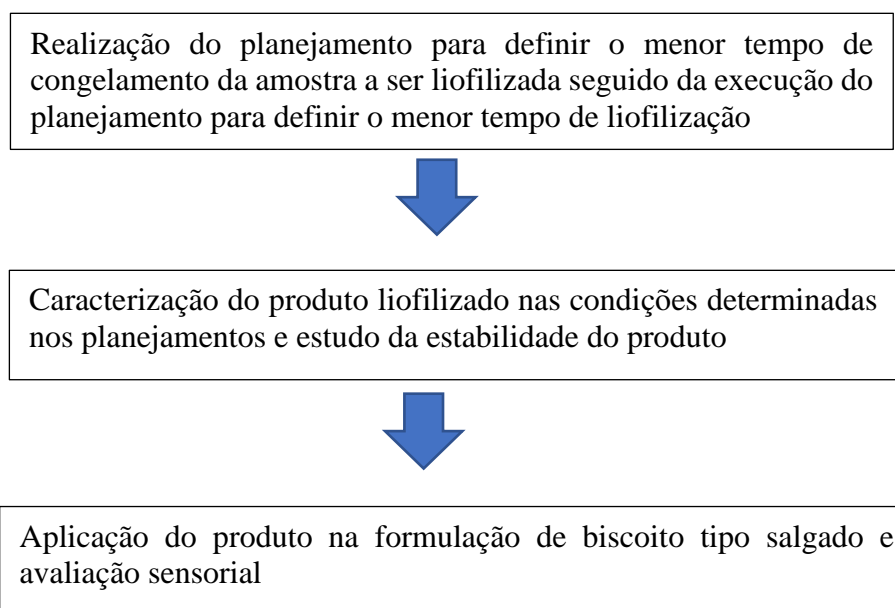
A carne de raia foi escolhida como objeto de estudo pela ausência de espinhos ósseos, o que facilitou o uso da liofilização como método de secagem e pela escassez de estudos com esse recurso pesqueiro. A carne de raia é nutricionalmente semelhante aos demais

pescados, alimentos que se destaca quanto à quantidade e qualidade das suas proteínas, à presença de vitaminas e minerais e, principalmente, por ser fonte de ácidos graxos essenciais ômega-3 eicosapentaenoico (EPA) e docosaexaenoico (DHA) (KIRCHHEIM *et al.*, 2013; SANTORI E AMANCIO, 2012).

A pesquisa teve como objetivo principal obter carne de raia desidratada através da liofilização, caracterizar e aplicar na produção de biscoito tipo salgado. Biscoitos são produtos de panificação populares devido à sua conveniência, sabor único, fácil disponibilidade e vida útil mais longa (FLORENCE *et al.*, 2014). Aliado às facilidades tecnológicas que propiciam incorporar grande variedade de ingredientes às formulações, o biscoito foi escolhido como matriz alimentar para aplicar a carne de raia liofilizada.

Para atingir o objetivo proposto da pesquisa, o trabalho foi estruturado em etapas, cujos resultados foram descritos em alguns capítulos, conforme o fluxograma abaixo:

#### **FLUXOGRAMA DAS ETAPAS DA PESQUISA**



## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### Pescado como alimento

Entende-se por pescado os peixes, os crustáceos, os moluscos, os anfíbios, os répteis, os equinodermos e outros animais aquáticos usados na alimentação humana (RIISPOA, 2017). É uma fonte de proteínas, lipídios e componentes bioativos, o que reafirma a importância do pescado na dieta humana, e com isso a indústria de pescado atua fornecendo uma gama de produtos e subprodutos em que o peixe é o componente principal, sendo eles: peixes inteiros ou em pedaços, resfriados ou congelados, enlatados, secos, curados e óleos de peixes (GONÇALVES, 2011).

Segundo dados da FAO (2018) a produção de pescado no Brasil por meio da pesca e aquicultura foi de 1,28 milhão de toneladas no ano de 2016. Avaliando-se o consumo per capita de pescado no Brasil, tanto a produção quanto o consumo no Brasil vem crescendo a cada ano, mas ainda permanece abaixo (9,8 kg/hab/ano) do recomendado pela FAO (12 kg/hab/ano).

O consumo médio de pescado, per capita, varia significativamente em países e regiões entre si, devido à influência de fatores culturais, econômicos e geográficos, apresentando os países em desenvolvimento consumo inferior ao da população dos países desenvolvidos, conforme apresentado na Figura 1. Em 2015 estima-se que o pescado representou 17% de toda a proteína animal consumida pela população mundial e 7% de toda a proteína, considerando as duas origens, animal e vegetal (FAO, 2018).

Figura 1 – Consumo mundial per capita de pescado no ano de 2015.



Fonte: FAO (2018).



O pescado é considerado um alimento dos extremos, pois ao mesmo tempo que é tido como um dos mais nutritivos, também é o mais perecível. O entusiasmo para o seu consumo, com base nas vantagens nutricionais e o efeito benéfico à saúde, é limitado pela dificuldade em se encontrar no mercado o pescado fresco, com qualidade (GALVÃO E OETTERER, 2014). O pescado por conter diversos componentes com significativo valor nutricional deveria ser mais presente na dieta alimentar da população, sobretudo em países como o Brasil, dotado de grande extensão litorânea e elevado aporte de águas continentais.

Os músculos de pescado apresentam, de maneira geral, conteúdo protéico comparável à carnes em geral e o leite, porém com qualidade superior atribuída a alta digestibilidade e por apresentar todos os aminoácidos essenciais. Na Tabela 1 é mostrada a qualificação e quantificação dos aminoácidos presentes nos ovos, leite, carne e pescado. Os valores demonstram o quanto esses alimentos têm similaridade no teor de aminoácidos, com destaque, no músculo de pescado, para o teor de lisina, um aminoácido iniciador do processo digestivo (OETTERER, 2006).

Tabela 1 - Aminoácidos em mg/g de nitrogênio para ovo, leite, carne e pescado

<b>Aminoácidos</b>	<b>Ovos</b>	<b>Leite</b>	<b>Carne</b>	<b>Pescado</b>
Arginina	400	230	410	360
Cistina	130	50	80	70
Histidina	160	170	200	130
Isoleucina	360	390	320	320
Leucina	560	620	490	470
Lisina	420	490	510	560
Metionina	190	150	150	180
Treonina	330	290	280	280
Triptofano	110	90	80	60
Tirosina	270	350	210	190
Valina	450	440	330	330

Fonte: BOSCOLO; FEIDEN (2007).

O músculo do pescado é composto basicamente por água, lipídios e proteínas, cujas quantidades variam entre as espécies. Ogawa e Maia (1999) referem-se ao músculo do pescado como rica fonte de proteínas, apresentando a seguinte composição química: 60 a 85% de umidade, aproximadamente 20% de proteína bruta, 1 a 2% de cinzas, 0,3 a 1,0% de carboidratos e 0,6 a 36% de lipídios totais.

O valor calórico de pescado, como alimento, depende do teor de gordura. Ogawa e Maia (1999) classificam os peixes em: • Peixes magros, com menos de 1% de gordura, por exemplo: bacalhau (0,14%), carpa (0,5%), pescada (0,6%), truta (0,7%), linguado (0,8%) e outros; • Peixes meio gordos, com 7% a 8% de gordura, por exemplo: salmão, arenque, cavala,

côngrio e outros; • Peixes gordos, com mais de 15% de gordura, por exemplo: atum, enguia e outros.

Deve-se destacar, a importância do valor biológico das gorduras dos pescados na prevenção de doenças como o ateroma, devido à presença do grande número de ácidos graxos poli-insaturados, além dos ácidos palmitoleico, linoleico, linolênico e araquidônico. Os óleos de muitas espécies de peixes marinhos são ricos em EPA (ácido eicosanpentaenoico) e DHA (ácido docosahexaenoico), que são formas longas e poliinsaturadas ativas da série Ômega-3, que podem atuar diretamente no metabolismo do homem (MINOZZO, 2010).

O pescado é uma boa fonte de vitaminas, no entanto, na prática, nos processos de conservação, a exemplo do cozimento, podem ocorrer perdas devido à lixiviação pelo calor, luz, oxigênio, enzimas, entre outros. Substâncias minerais constituem a maior parte do tecido ósseo dos peixes, enquanto o músculo contém uma quantidade muito pequena de tais substâncias. As diferentes espécies de peixes mostram diferenças insignificantes no conteúdo mineral (MINOZZO, 2010). Pode-se considerar que a maioria dos átomos metálicos está presente no músculo do peixe. Em geral Na, K, Ca, Mg, P, Cl, S e Fe são majoritários ao passo que I, Cu, Mn, Zn, Co, Mo, Se, Cr, Sn, V, F, Si, Ni e As, indispensáveis para animais superiores, apresentam-se em níveis mais reduzidos, sendo por isso denominados elementos traços essenciais (MACHADO, 1994).

Apesar disso, para que o consumo de pescado se fixe de forma concreta, faz-se necessário a consolidação dos processos de industrialização, para produzir novos produtos semi-prontos e/ou prontos. Além de agregar valor ao produto, isto permitirá um maior consumo dos mesmos, devido à sua melhor apresentação forma, de forma semelhante ao que ocorreu com a cadeia produtiva do frango (BORGHETTI; OSTRENSKY; BORGHETTI, 2003).

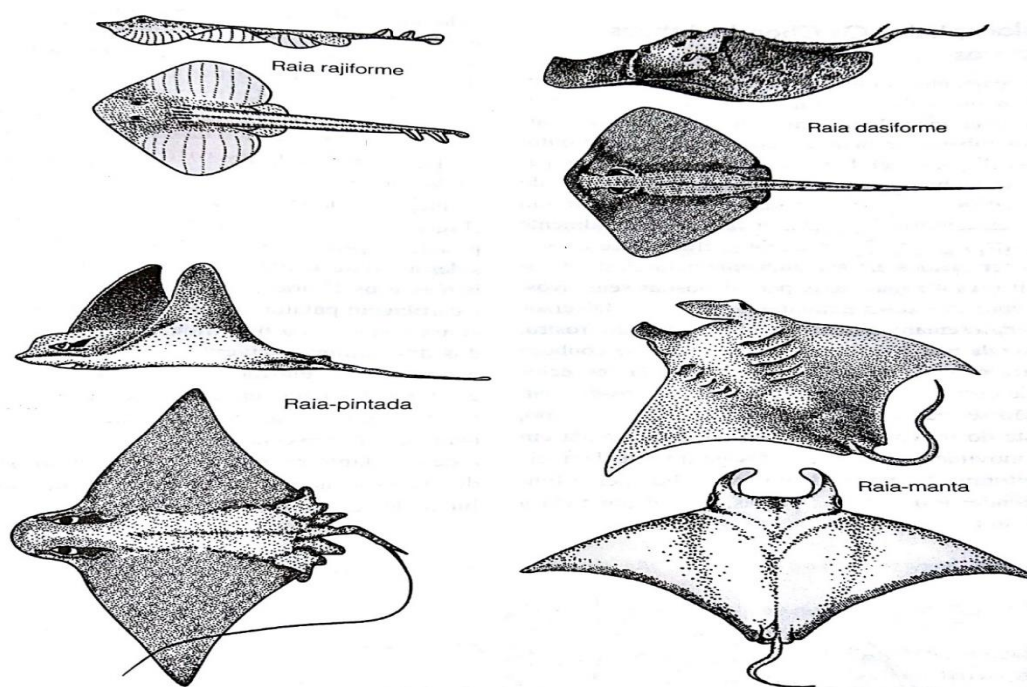
Há tendência ao aumento da demanda por produtos de valor agregado, os quais oferecem como características, maior conveniência, praticidade, disponibilidade e que preservam as características nutricionais e sensoriais dos produtos in natura ou industrializados. Outras características importantes avaliadas pelos consumidores são a segurança do alimento e a extensão do tempo de vida útil (GALVÃO; OETTTERER, 2014).

### **O peixe raia**

Há cerca de 500 espécies de raias descritas pela ciência, a maioria vivendo em água salgada. São peixes muito parecidos com os tubarões e cações e, assim como esses, pertencem à subclasse dos elasmobrânquios (classe *Chondrichthyes*). Acredita-se que surgiram a partir da evolução de tubarões de forma achatada (HOLANDA; SANTOS; ASANO FILHO, 2008).

A subclasse *Elasmobranchii* divide-se em duas superordens: *Batoidea* e *Selachii*. A superordem *Batoidea* inclui as raias, ou arraia como é popularmente conhecida, e seus familiares, enquanto a superordem *Selachii* reúne todos os tubarões. As principais diferenças entre tubarões e raias estão na localização das fendas branquiais, que se encontram na posição lateral e ventral, respectivamente, e nas barbatanas peitorais, que nas raias são coladas à cabeça e nos tubarões não (MARCO-BUENO, 2005). Na Figura 2 é apresentada alguns tipos de raia.

Figura 2 – Tipos de raia.



Fonte: POUGH, 2008.

As raias podem ser encontradas em todo mundo, sendo mais comuns nas zonas tropicais e temperadas. Habitam ambientes pelágicos, demersais, costeiros, estuarinos e dulciaquícolas. Estão nos oceanos, mares, rios, riachos e lagos (NELSON, 1984), sendo as raias marinhas maiores que as de água doce, podendo ultrapassar os sete metros, como por exemplo, a jamanta (*Manta binomial*, também conhecida como morcego do mar ou peixe diabo, que é a maior espécie atual de raia identificada) (DEGANI, 2002). As espécies dulciaquícolas são menores devido à restrição ambiental, sendo que a espécie de maior diâmetro identificada, *Paratrygon aiereba*, pode chegar a mais de 1 metro de largura (HALSTEAD, 1970).

Gadig *et al.* (2000) constataram que na costa cearense ocorrem quatro ordens, nove famílias, dez gêneros e doze espécies de raias, dentre as quais, a família *Dasyatidae* é a mais numerosa, com quatro representantes.

A carne de raia como alimento apresenta composição química semelhante em comparação a outras espécies de peixes e, os elevados percentuais de aproveitamento da carcaça e de seus subprodutos, como a pele, podem subsidiar o processamento e a sua comercialização. Tem-se ainda como fator positivo, a ausência de espinhos ósseos nos cortes, o que pode servir de estratégia de mercado para maior aceitação do produto pelos consumidores (KIRCHHEIM *et al.*, 2013).

O elevado rendimento das partes comestíveis deste pescado, associado à incidência de captura como fauna acompanhante, são fatores que indicam a necessidade de continuidade de estudos relacionados ao seu beneficiamento, além do aperfeiçoamento da utilização deste recurso pesqueiro e de adaptação de métodos de processamento que agreguem valor comercial ao pescado. Tudo isso, devidamente associado a estratégias de “marketing”, poderá minimizar a rejeição por parte dos consumidores, que muitas vezes o fazem por questões culturais e de apresentação final do produto (KIRCHHEIM *et al.*, 2013).

### **Pesca do peixe raia**

Os peixes cartilagosos são comumente capturados em várias artes de pescarias, como nos arrastos de fundo, nos espinhéis e nas redes de emalhe, intencionalmente ou como fauna acompanhante. No entanto, dados sobre o desembarque pesqueiro são escassos (COSTA; CHAVES, 2006).

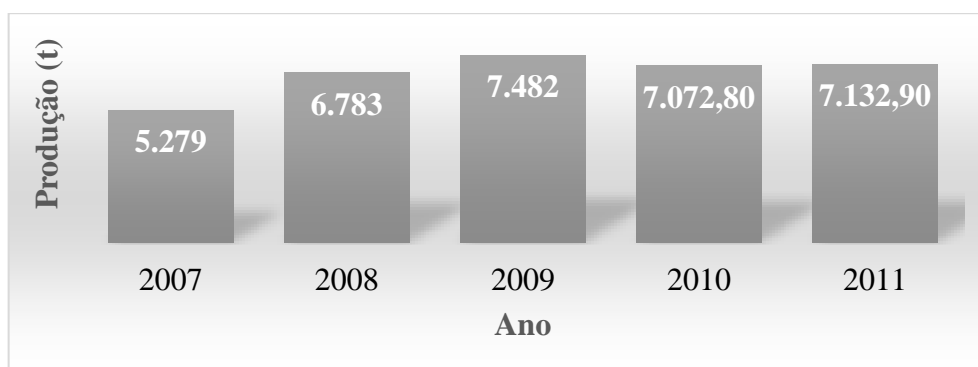
As atividades pesqueiras, em geral, visam determinadas espécies, porém durante a captura destas ocorre a retirada acidental de outras que não as espécies-alvo, as quais caracterizam a chamada “fauna acompanhante” (GRAÇA LOPES, 1996; KELLEHER, 2008). O arrasto de praia é uma das modalidades pesqueiras utilizadas para a captura de camarão, sendo um tipo de petrecho de pesca pouco seletivo e ocasionando a captura das espécies alvo e de diversas outras espécies como fauna acompanhante (*by-catch*). Dados estatísticos de pescarias de arrasto de praia estimam que cerca de 90% do total capturado pelas artes de pesca sejam de fauna acompanhante (LESSA *et al.*, 2015).

A fauna acompanhante, ou *by-catch*, pode ser caracterizada por dois grupos de elementos: 1) os que são desembarcados e ainda apresentam certo valor comercial; 2) aqueles que por serem muito pequenos ou não apresentarem valor econômico são rejeitados (GRAÇA LOPES, 1996). As raias, quando capturadas são tratadas como *by-catch*, a utilização racional desse recurso depende, além de questões de mercado, do aprimoramento das técnicas de processamento de sua carne (KIRCHHEIM *et al.* 2013). A captura de raias ocorre

principalmente por embarcações artesanais que operam com espinhel de anzóis e rede-de-arrasto de fundo (FURTADO-NETO *et al.*, 2001).

A raia embora não seja alvo de uma pescaria direcionada, apresentam certa regularidade nas capturas de outros pescados e mostram ser suficientemente abundantes, como mostra a Figura 3.

Figura 3 – Produção de raia (t) marinha no Brasil (2007 – 2011).



Fonte: Brasil (2009, 2011).

É observado que a produção de raia no Brasil teve um incremento entre os anos de 2007 a 2009 e depois se manteve estável, em torno de 7 mil toneladas/ano nos anos seguintes. Dados sobre o desembarque pesqueiro são escassos, impedindo relatar dados atualizados. Embora seja uma produção tímida, perto de outros peixes, não se deve desprezar esse recurso, uma vez que é um peixe com qualidade nutricional apreciável. São escassas as pesquisas visando ao aproveitamento de Elasmobrânquios (tubarões e raias), se fazendo necessário ter esse peixe como objeto de estudo visando a sua industrialização e forma de agregar valor a esse produto.

O aproveitamento dos recursos pesqueiros de forma racional é um dos grandes desafios da indústria de beneficiamento do pescado, pois se torna necessário que as fontes proteicas disponíveis sejam utilizadas adequadamente, visto que poucas espécies contribuem com uma alta produção e consumo pela população (BATISTA, 2008).

Trefaut (2017) relata que na culinária francesa, a raia é um ingrediente clássico, muito comum no *menu* dos *bistrôs*. Porém, no Brasil, durante muitos anos ela foi desprezada. Os pescadores a devolviam ao mar ou a ofereciam a famílias ainda menos favorecidas que as suas. Nas mesas elegantes, nem se fala: não havia lugar para a raia, no máximo, ela aparecia numa moqueca em algum lugar do Nordeste. Ultimamente, justiça tem sido feita a esse peixe e ele tem dado um toque exótico aos cardápios de restaurantes contemporâneos do eixo Rio de Janeiro-São Paulo, além de inspirar combinações criativas com ingredientes regionais.

A carne de raia no comércio é encontrada cozida desfiada ou em posta, ambas congelas, ou em posta fresta em feiras de pescada. Esse peixe é muito utilizado e famoso por conta de um prato “moqueca de raia”, mas sua apreciação pode ser dar de diversas maneiras: frito, cozido, em sopa e demais pratos.

### **Perecibilidade e métodos de conservação de Pescado**

A deterioração em pescada pode ser definida como uma série de mudanças *post-mortem*, que ocorrem no músculo do pescada. Tais alterações são potencializadas como um resultado de falta de cuidados na manipulação, processamento ou estocagem deficiente (ADAMS e MOTARJEMI, 2002). A maneira de manipular o pescada desde sua captura até o consumidor ou a indústria de beneficiamento será determinante na intensidade com que se apresentam as alterações enzimática, oxidativa e microbiológica, causas da deterioração de pescada.

Procedimentos tecnológicos empregados imediatamente após a captura como manuseio adequado, lavagem e evisceração interferem na conservação e melhoram a capacidade de manutenção da estabilidade do pescada. Conservar estes produtos requer rigoroso controle de qualidade desde a captura até a comercialização (CARDOSO *et al.*, 2003).

O pescada é um dos alimentos mais susceptíveis à deterioração, devido à inúmeros fatores como: elevada atividade de água (fator essencial para o desenvolvimento e sobrevivência de microrganismos), sua composição química, teor de gorduras (excelente para reações como oxidação), pH próximo ao da neutralidade, sendo o mais favorável para a maioria dos microrganismos e, não menos importante, a temperatura. Este último merece atenção especial porque, à medida que se reduz a temperatura, o desenvolvimento de microrganismos torna-se cada vez mais lento. Por isso, recomenda-se que o grau de armazenamentos de pescados e frutos do mar esteja em valores abaixo de -18 °C (LEÃO, 2008).

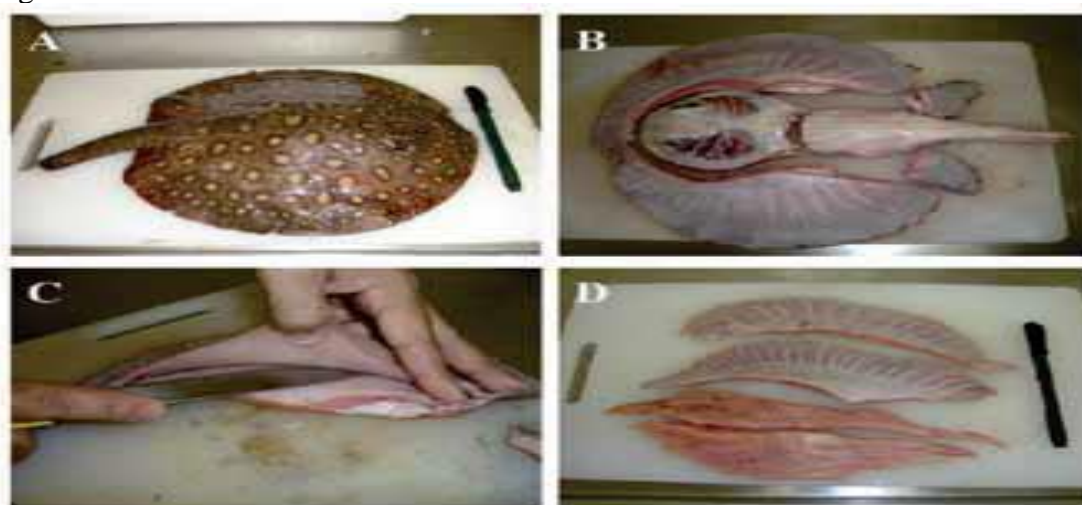
O pescada é um produto altamente perecível, quando fresco, com uma vida útil máxima de 15 dias, sob refrigeração (FERREIRA *et al.*, 2002). Por isso é de suma importância o desenvolvimento de tecnologia de beneficiamento que permita o armazenamento por longos períodos e de preferência à temperatura ambiente. A conservação de peixes apresenta problemas mais agudos que a conservação de carne de outros animais, uma vez que a decomposição se instala muito mais rapidamente em pescados (GERMANO; GERMANO, 2008)

A tecnologia de alimentos vem de encontro a essas questões apresentando barreira para prolongar a vida útil dos alimentos através de métodos de conservação, trabalhados em

cima de cada fator que são favoráveis à deterioração do alimento. O aumento da exploração comercial de raias tem ampliado o interesse pelo desenvolvimento de tecnologia para a conservação desse recurso, o que vem sendo prejudicado pela falta de inovações nos processos de conservação.

Kirchheim *et al.* (2013) relatam que o aproveitamento da carne de raias pode ser realizado indiferentemente do tamanho do animal, apresentando índices de rendimento e qualidade satisfatórios, revelando-se uma espécie importante como recurso pesqueiro. Na Figura 4 são mostrados os diferentes cortes ao realizar o beneficiamento da raia.

Figura 4 – Processamento de raia.



A: *Potamotrygon motoro*; B: cortes propostos; C: separação do filé e raios cartilagosos; D: raios cartilagosos (acima) e filés (abaixo). Fonte: KIRCHHEIM *et al.*, (2013).

Outro aspecto que contribui para o potencial de aproveitamento deste pescado é o fato de ser uma espécie de peixe cartilaginoso, não apresentando espinhos ósseos, o que favorece a aceitação deste pescado por parte dos consumidores. Além disso, os elevados percentuais de pele obtidos do processamento deste peixe podem apresentar significativa importância para a rentabilidade da atividade pesqueira, quando se considera o curtimento da pele como uma das formas de aproveitamento e agregação de valor ao pescado (BOMBARDELLI; SYPPERRECK; SANCHES, 2005).

Segundo Gagleazzi *et al.* (2002), pouca procura para o pescado pelo consumidor se deve principalmente a problemas sanitários e tecnológicos, produtos pouco elaborados e de difícil preparo. Esta falta de inovação por parte da indústria do pescado levou de certa forma a uma perda de competitividade com relação às processadoras de carnes vermelhas e aves (PEREIRA, 2003). Assim a busca de desenvolvimento das indústrias de processamento de pescado pode levar à popularização e aumento do consumo desses produtos a partir da geração

de produtos mais elaborados ou pré-prontos (BOMBARDELLI; SYPPERRECK; SANCHES, 2005).

### **A desidratação na conservação dos alimentos**

A desidratação é um recurso tecnológico, que consiste basicamente na remoção da maior parte da água do produto, propiciando considerável prolongamento da vida útil desses alimentos, em virtude da redução da atividade de água do mesmo com a consequente diminuição nas razões de reações de deterioração, como desenvolvimento microbiano, processos químicos e atividade enzimática, além de facilitar o manuseio desse alimento, o transporte, a estocagem e o preparo pelo consumidor final.

A desidratação, além de ser utilizada como um método de conservação, impedindo a deterioração e perda do valor comercial, objetiva também o refinamento do alimento, tendo-se como consequência a oferta de um novo produto no mercado, com benefícios monetários que derivam da transformação do produto (SOARES *et al.*, 2001).

Tecnologias que lidam com a extensão, segurança, tempo de vida comercial de alimentos altamente perecíveis e com alto teor protéico como peixes, carnes vermelhas e produtos de aves, são de uma significância econômica enorme por numerosas razões que incluem: a possibilidade de transportes a longas distâncias mais econômicos, para novos mercados onde se encontram as necessidades humanas, redução de perdas devido a deterioração e conveniência para a indústria e para o consumidor (GENIGEORGIS, 1985).

Existem diversos tipos de desidratadores usados normalmente e uma série de outros, patenteados, mas que não representam importância prática muito grande. A escolha de um determinado tipo é ditada pela natureza do produto que vai ser desidratado, pela forma que se deseja dar ao produto processado, pelo fato econômico e pelas condições de operação (FELLOWS, 2006).

Os produtos alimentícios podem ser desidratados por processos baseados na vaporização, sublimação, remoção de água por solventes ou na adição de agentes osmóticos. Os métodos de desidratação utilizados em maior escala são os que têm como base a exposição do alimento a uma corrente de ar aquecida, sendo que a transferência de calor do ar para o alimento se dá basicamente por convecção (FIB, 2016). As tecnologias mais usuais são: desidratação por circulação de ar quente, desidratação a vácuo, desidratação por cilindro rotativo (*drum drying*), secagem por atomização (*spray drying*, leite fluidizado) e secagem por liofilização (*freeze drying*) (FIB, 2013).



Segundo Berk (2009), as questões mais importantes nos aspectos da engenharia e tecnologia na desidratação de alimentos podem ser resumidas em três pontos:

1. A cinética de secagem: com algumas exceções como secagem por atomização, a secagem é um processo relativamente lento. O conhecimento dos fatores que afetam a velocidade de secagem é essencial para a concepção ótima e operação dos sistemas de secagem;
2. A qualidade do produto: a remoção de água não é a única consequência da maior parte das operações de secagem, outras mudanças importantes relacionadas com a qualidade em relação ao sabor, aroma, aparência, textura e valor nutritivo podem ocorrer no decurso da secagem. As consequências de tais mudanças dependem das condições do processo;
3. Consumo de energia: processos de secagem mais comuns usam grandes quantidades de energia com uma eficiência relativamente baixa.

A importância dos alimentos desidratados deve-se à sua versatilidade no manuseio, armazenamento, processo de fabricação, estabilidade química e microbiológica, entre outras. A água é, provavelmente, o fator individual que mais influi na alteração dos alimentos, afetando sua natureza física e suas propriedades. Este tipo de influência mútua é complicado devido à interação entre a água e o meio em que se encontra o produto, o que envolve a estrutura física e a composição química dos diversos solutos, incluindo polímeros e colóides ou partículas dispersas (SILVA *et al.*, 2010).

A disponibilidade de água presente nos alimentos é importante e depende não apenas da sua quantidade, mas também da forma como se encontra ligada aos componentes do produto (GAVA; SILVA; FRIAS, 2014). Nos alimentos, a água existe sob duas formas: água livre e água combinada, sendo a água total a soma dessas duas parcelas. A água livre (ou água não ligada) está presente nos espaços intergranulares e entre os poros do alimento. Essa água mantém suas propriedades físicas e serve como agente dispersante para substâncias coloidais e como solvente para compostos cristalinos (CELESTINO, 2010).

A atividade de água ( $a_w$ ) reflete o teor de água livre que está disponível como solvente para reações que podem deteriorar o alimento e desenvolvimento microbiano. Seu estudo é feito através das isotermas de sorção, que são curvas representativas da relação de equilíbrio entre o conteúdo de umidade no alimento e a atividade de água a uma dada temperatura e pressão (RIZVI, 1995). Contudo, a umidade de equilíbrio pode ser definida como sendo a quantidade de massa de água por unidade de massa total (base úmida) que um produto contém quando é submetido a condições controladas de temperatura e umidade do ar (PRADO *et al.*, 1999). Em resumo, umidade de equilíbrio é a umidade limite a que um sólido pode ser seco para uma determinada condição de temperatura e umidade do ar.

A importância do estudo da quantidade de água em alimentos reside no fato de que por meio desta podem ser previstos reações químicas e enzimáticas indesejáveis e o desenvolvimento de microrganismos. Portanto, por meio do estudo das curvas de isotermas, podem prever o tempo de secagem, a vida útil do produto, os requisitos básicos necessários para que se possa embalar um produto, na determinação de tipo de embalagem e ainda na caracterização de um produto, inclusive quando o mesmo é constituído por componentes de atividade de água distintos (GOMES; FIGUEIREDO; QUEIROZ, 2002; VIEIRA; FIGUEIREDO; QUEIROZ, 2007).

### **Processo de liofilização**

A liofilização (*freeze-drying*) é um processo de secagem em que o solvente (geralmente água) e / ou o meio de suspensão é cristalizado a baixa temperatura e depois sublimado do estado sólido diretamente na fase de vapor (LIU *et al.*, 2008). Como esse processo é realizado à temperatura baixa e ausência de ar atmosférico, as propriedades químicas e sensoriais são pouco alteradas (GAVA; SILVA; FRIAS, 2014).

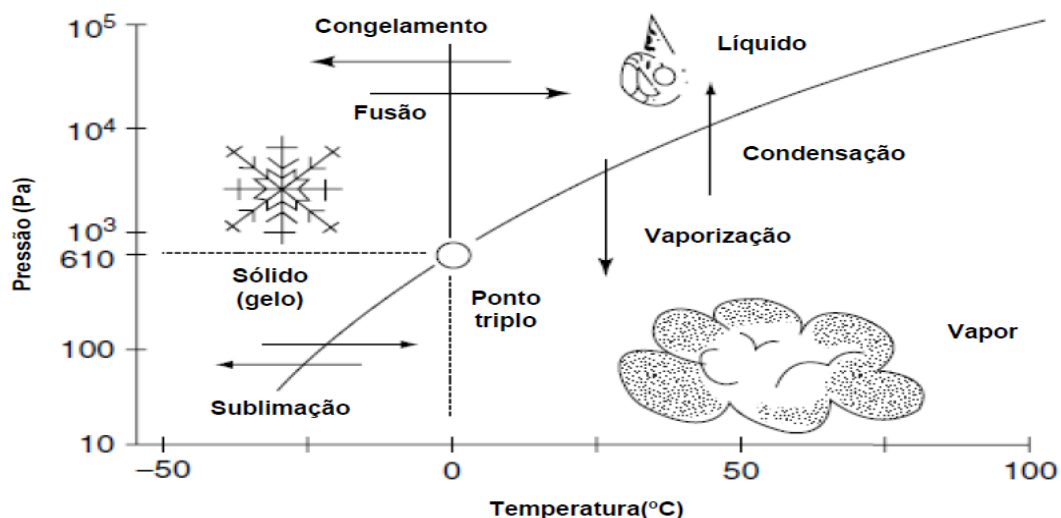
O ciclo do processo de liofilização para se completar passa por três fases: congelamento, sublimação e dessecção, de acordo com Marques e Costa (2015). Na fase de congelamento, ocorre o congelamento da água, formando cristais de gelo. O tipo do processo influencia na qualidade do produto final, pois o congelamento rápido forma cristais de gelo extremamente pequenos, e no processo lento são formados grandes cristais de gelo, definindo a forma, tamanho, distribuição e conexão dos poros na camada seca que será formada na primeira secagem ou sublimação (KATILI; BONASSI; ROÇA 2006).

De acordo com Ordóñez (2005) o processo de liofilização ocorre em duas fases da seguinte forma:

1º *Desidratação Primária*: após congelar o alimento a pressão reduz-se abaixo de 600 Pa. Essa operação deve ser cuidadosamente regulada, pois ela precisa proporcionar a força condutora para a sublimação, porém a temperatura deve ser mantida abaixo do ponto triplo (0,01 °C, pressão: 611,23 Pa) para evitar que o gelo se funda;

A água no ponto triplo é encontrada, simultaneamente, nos estados sólida, líquida e gasosa, como pode ser observado na Figura 5, representado pelo ponto onde as três linhas que representam as mudanças de fase se unem.

Figura 5 – Diagrama dos diferentes estados da água, mostrando o ponto triplo.

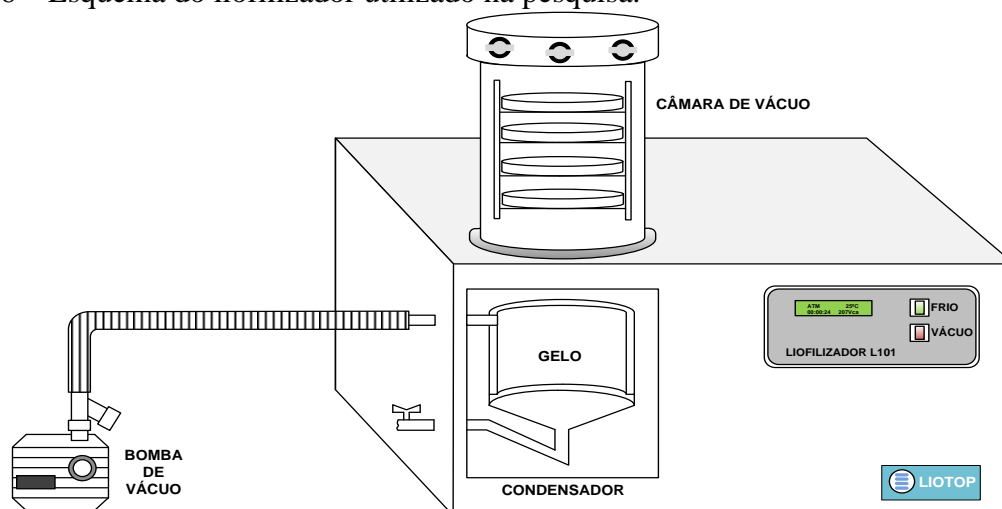


Fonte: RAHMAN, 2007.

*2º Desidratação Secundária ou Dessorção:* depois de eliminado todo gelo do alimento, ele continua restando certa quantidade de água líquida. Para obter um produto estável, o conteúdo de umidade deve ser reduzido à percentagem de 2 a 8%, correspondente à água fortemente ligada, por evaporação ou dessorção.

O liofilizador utilizado na pesquisa, Figura 6, é formado de uma bomba de vácuo, câmara de vácuo e condensador para converter o vapor produzido durante a sublimação em gelo, não há sistema de aquecimento do produto, seja por condução ou radiação, como alguns liofilizadores possuem.

Figura 6 – Esquema do liofilizador utilizado na pesquisa.



Fonte: Adaptado do Laboratório de Controle de Qualidade e Secagem de Alimentos (2018).

O processo de secagem por liofilização apresenta eficiência quando comparado com outros métodos de desidratação em relação às características como diminuição do volume do produto, retenção de voláteis, diminuição da decomposição térmica, além de reações enzimáticas e desnaturação proteica (GARCIA, 2009). De acordo com Shofian *et al.* (2011), a secagem à frio seria o método que consegue atingir o mais alto padrão de qualidade no produto seco em relação a cor, sabor, textura e aspectos nutricionais. No entanto, seu alto custo operacional e o longo tempo de processo são fatores que minimizam seu uso em escala industrial.

No mercado, diversos produtos liofilizados podem ser encontrados nas prateleiras dos supermercados como sopas, leite, café, mariscos, peixes, ervas aromáticas, algumas frutas e hortaliças, considerados como produtos de alto valor agregado (ORDÓÑEZ, 2005; GAVA, SILVA e FRIAS, 2014). Alimentos liofilizados são produtos com alto valor agregado por reter grande parte de seus nutrientes originais, uma vez que emprega baixas temperaturas em seu processamento (VIEIRA; NICOLETI; TELIS, 2012).

Vanaclocha e Requena (2003) citam várias vantagens e desvantagens do processo de liofilização. Como vantagens eles relatam: temperaturas de trabalho muito baixas, provocando poucas alterações em alimentos termosensíveis; não há perigo de oxidação durante o processo; não existe água livre, portanto, não há perigo de hidrólise ou crescimento microbiano; na sublimação do gelo há formação de poros que permitem rápida reidratação e reconstrução; umidade residual baixa; elevada conservação do produto e alta retenção de aromas. Como desvantagens é dito que é um processo lento, necessita de alto investimento em equipamentos, custos elevados com energia e pode ocorrer danos ao produto devido à variação de pH, que acontece devido à concentração de solutos.

As modificações indesejáveis relacionadas à secagem tradicional, que se utilizam de altas temperaturas, são contornadas com o uso da desidratação por liofilização tal como: migração de sólidos solúveis para a superfície durante a secagem, desnaturação de proteínas, perda de compostos voláteis, formação das camadas duras e impermeáveis na superfície, dificuldade de reidratação posterior devido aos fatores anteriormente citados (GAVA; SILVA; FRIAS, 2014).

### **Produtos liofilizados**

O início da liofilização, de forma adequada, ocorreu com o vírus da raiva, em 1911, ficando historicamente como o primeiro produto liofilizado. Durante a Segunda Guerra Mundial a liofilização foi utilizada em escala industrial objetivando suprir as necessidades por

plasmas sanguíneos, e nessa mesma época o processo em alimentos ganhou um grande impulso. O maior destaque foi durante o programa Apollo da NASA, que impulsionou as pesquisas básicas para tornar compreensível os mecanismos de liofilização de alimentos (BARUFFALDI; OLIVEIRA 1998). Os fundamentos adquiridos nestas pesquisas foram a base para o desenvolvimento dos produtos que se encontram nas prateleiras dos supermercados.

A liofilização é utilizada em uma grande variedade de produtos, tais como: alimentos, antibióticos, anticoagulantes, bactérias, vírus, enzimas, hormônios, frações de sangue. Na área de alimentos, a variedade de alimentos que podem ser liofilizados é vasta, como exemplo pode-se citar: carnes (bovina, suína e aves); grãos (milho, ervilha, feijão); hortaliças (espinafre, brócolis, batata, cenoura, aspargos, couve-flor); frutas (morango, maçã, banana, amora, tomate, pêssego, além de polpas e sucos de frutas); condimentos (ervas aromáticas, cebola); derivados do leite (queijo, iogurte); alimentos de conveniência (refeições prontas, alimentos infantis, rações militares, extratos solúveis). O alimento liofilizado mais consumido no mundo é o café solúvel, o emprego desse processo justifica pelo alto valor da matéria-prima, altas taxas de extração e preservação de componentes voláteis (METTA; AYROSA; PALETTA, 2012).

O estudo com alimentos liofilizados tem alcançado uma abrangência cada vez maior. Rocha (2010) avaliou o efeito da liofilização sobre as características do filé de camarão marinho *Litopenaeus vannamei*, e apresentou como conclusão que as características físicas, químicas, microbiológicas e sensoriais foram mantidas no processo de liofilização do camarão, sendo um produto bem aceito pelos consumidores. A carne de peito de frango liofilizada foi objeto de estudo do Cleef *et al* (2010). Aquino *et al.* (2008) avaliaram o efeito da desidratação por liofilização e *spray-dryer* sob a gema de ovo de avestruz quanto a composição centesimal, colesterol e morfologia de partículas.

Oliveira, Afonso e Costa (2011) utilizaram-se do processo de liofilização para desidratar sapoti e fizeram a caracterização do produto quanto à composição físico-química, mineral e comportamento higroscópico por isoterma de adsorção. Oliveira *et al.* (2010) desidrataram ubaia por liofilização. Oliveira, Costa e Afonso (2014) obtiveram e realizaram a caracterização físico-química e o comportamento higroscópico dos pós da polpa de cajá liofilizada.

A diversificação de produtos liofilizados à venda no mercado tem atraído a atenção do consumidor, fazendo crescer sua procura e favorecendo a produção em grande escala. A conveniência desses produtos é uma opção e solução para a falta de tempo para preparar comida

e comodidade para a vida atual, se tornando uma tendência global de consumo destes alimentos (MARQUES; COSTA, 2015).

No Brasil há várias empresas de alimentos industrializados pelo processo de liofilização (Liomeal, Lionutri, &Joy) ofertando produtos como *snacks* de frutas e vegetais, pratos *gourmet* como risoto de frango, macarrão bolonhesa, entre outros. A Lionutri desenvolveu uma linha com 12 produtos como arroz com carne de panela, canja de galinha e carne com batata doce e ervilha. Este fato confirma que há mercado para pescado liofilizado, havendo a necessidade de pesquisa que coloque em foco a inserção do pescado como opção.

### 3 APLICAÇÃO DO PROCESSO DE SECAGEM POR LIOFILIZAÇÃO EM RAIA DESFIADA

#### 3.1 Introdução

O pescado é considerado um alimento dos extremos, pois ao mesmo tempo que é tido como um dos mais nutritivos, também é o mais perecível. O entusiasmo para o seu consumo, com base nas vantagens nutricionais e o efeito benéfico à saúde, é limitado pela dificuldade em se encontrar no mercado o pescado fresco, com qualidade (GALVÃO; OETTERER, 2014). Mangas *et al.* (2016) verificaram que consumidores preferem cortes como filé e posta ao peixe limpo ou inteiro, devido à facilidade no preparo. Brandão *et al.* (2015) relatam além dos benefícios que o consumo de peixe traz, que é importante analisar o comportamento do consumidor para entender e atender suas necessidades.

A carne de raia, como alimento, apresenta composição química semelhante em comparação a outras espécies de peixes, mas diferente quanto à ausência de espinhos ósseos, o que pode servir de estratégia de mercado para maior aceitação do produto pelos consumidores. Outro fator positivo é o elevado rendimento das partes comestíveis, que favorece o beneficiamento, possibilitando à indústria de pescado atuar no fornecimento de uma gama de produtos e subprodutos de várias formas: inteiros ou em pedaços, resfriados ou congelados, enlatados, secos, curados (KIRCHHEIM *et al.*, 2013; GONÇALVES, 2011).

Agregar valor aos recursos pesqueiros, por meio do uso da tecnologia do pescado, pode ser uma importante forma de tornar as espécies de pescados mais atrativas e conseqüentemente, aumentar o seu consumo (SANTOS *et al.*, 2016). A secagem é um dos processos mais usados na conservação de pescado, e tem por finalidade prolongar a vida comercial do alimento por meio da redução da umidade e da atividade de água, fatores determinantes na deterioração dos alimentos. Dentro dos métodos de secagem destaca-se a liofilização, processo realizado à baixa temperatura e na ausência de ar atmosférico, possibilitando poucas alterações nas propriedades químicas e sensoriais do produto (GAVA; SILVA; FRIAS, 2014).

A otimização do processo de secagem vem sendo constantemente estudada, e aperfeiçoada, para obtenção de produtos com melhor qualidade, menor tempo de processamento e menos danos às suas propriedades físicas e químicas no produto final (CASARIN, *et al.*, 2016). Assim sendo, o objetivo deste trabalho foi aprimorar o processo de liofilização da carne de raia em função do tempo de congelamento e do tempo de liofilização,

definindo a condição ótima para obtenção de raia liofilizada e fazer uma avaliação do processo por meio das características do produto.

## **3.2 Material e Métodos**

### ***3.2.1 Matéria-prima***

A carne de raia (*Gymnura altavela*) foi adquirida desfiada, congelada, em embalagem de 500 g em uma indústria de beneficiamento de pescado localizada em Fortaleza-CE. O material foi transportado em isopor térmico para o Laboratório de Controle de Qualidade de Alimentos e Secagem - LACONSA da Universidade Federal do Ceará, e mantido armazenado em freezer a -18 °C.

### ***3.2.2 Desidratação da carne de raia por liofilização***

Para a realização do processo de secagem, a carne de raia foi retirada do freezer 12 h antes do processo de desidratação e mantida sob refrigeração na temperatura de 8 °C para o seu descongelamento. Em seguida foi distribuída nas bandejas do liofilizador com 115 g de amostra / bandeja e então submetida novamente a congelamento em ultrafreezer (modelo CL 120-86V, marca ColdLab, potência de 1500 watts) a -40 °C. Após esse período, as amostras foram levadas para o liofilizador (modelo L101 da marca Liotop).

Depois da liofilização, as bandejas com as amostras foram pesadas para avaliar o rendimento do processo, e em seguida acondicionadas em embalagem laminada modelo ESA 038, estruturada com materiais de alumínio, e selada a vácuo para posterior avaliação.

### ***3.2.3 Delineamento experimental***

Para otimizar o processo de secagem por liofilização da carne de raia, dois planejamentos individuais foram executados. O primeiro, objetivando avaliar a influência do tempo de congelamento da raia sobre o processo de liofilização, e o segundo para determinar a influência do tempo de liofilização.

Para o primeiro planejamento utilizou-se como variável independente o tempo de congelamento de 2, 4, 8, e 12 h, e mantendo fixo o tempo de liofilização de 24 h. Todas as condições foram realizadas em triplicata, totalizando 12 secagens. Um tempo mínimo de congelamento da amostra foi determinado mediante avaliação das variáveis dependentes: atividade de água, umidade e rendimento.



Após a definição do tempo de congelamento a ser trabalhado, iniciou-se o segundo planejamento, que teve como variável independente o tempo de liofilização de 8, 12, 16, 20 e 24 h. As faixas de tempo utilizadas nos dois planejamentos foram determinadas por meio de testes preliminares. Assim como no primeiro planejamento, as condições de secagem foram realizadas em triplicata e avaliadas as mesmas variáveis dependentes.

A umidade, foi mensurada conforme descrito na seção 3.2.4 deste capítulo. A atividade de água foi determinada utilizando de um analisador AQUALAB da Marca Decagon Devices Modelo 4TE na temperatura de 25 °C. O rendimento da secagem foi determinado por meio da razão entre a massa dos sólidos presentes no produto coletado ao final da secagem e da massa inicial de sólidos presentes na amostra destinada a secagem.

Uma avaliação do efeito do tempo de congelamento e do tempo de liofilização foi realizada por meio da análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) fazendo-se uso de um microscópio INSPECT – S50. A carne de raia liofilizada foi disposta sobre fita adesiva dupla face e fixada em suporte metálico. A placa metálica foi recoberta com platina em metalizadora da marca Emitech, modelo K 550, realizando-se captura das imagens com magnitude 100, 300 e 2 000 x.

### **3.2.4 Análises químicas e física**

A efeito de comparação, a carne de raia foi avaliada em seu estado in natura e após o processo de liofilização na condição determinada como ótima (congelamento por 2 h e liofilização por 16 h). As análises foram realizadas em triplicata, conforme as seguintes metodologias:

**Umidade:** Realizada em uma balança determinadora de umidade série ID-V1.8, modelo ID50, na temperatura de 105 °C, seguindo as recomendações do fabricante.

**Proteína:** realizada com o método de micro *Kjeldahl* (AOAC, 1995).

**Lipídio:** realizada pelo método de *Soxhlet* seguindo as normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008).

**Cinzas:** seguiu as normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008).

**Potencial hidrogeniônico (pH):** para a determinação do pH, foi pesado 1 g da amostra que foi diluída em 10 mL de água destilada sendo realizada a leitura diretamente na amostra com um potenciômetro da marca Químis, previamente calibrado com soluções tampão de pH 4,0 e pH 7,0 conforme o método 017/IV do Instituto Adolfo Lutz (2008).

**Nitrogênio das Base Voláteis Totais – N<sub>BVT</sub>:** seguiu a metodologia, com modificações, descrita por Malle e Tao (1987). Os valores foram expressos em mg de BVT-N/100 g de

amostra e calculados utilizando a equação:  $BVT - N = (14 \text{ g/mol} * a * b * 300) / 25 \text{ mL}$ , onde: a = mL de ácido sulfúrico gasto na titulação; b = normalidade do ácido sulfúrico (0,1).

**Cor:** os parâmetros de cor foram avaliados usando um colorímetro Konica Minolta spectrophotometer modelo CR410 com a determinação no modo CIE L\*a\*b\* que inclui as variáveis L\*, a\*, b\*, Chroma (C\*) e ângulo Hue (H0\*).

**Higroscopicidade:** avaliada de acordo com a metodologia proposta por Cai e Corke (2000), com modificação no tempo, que foi de 240 h ao invés de 90 minutos como determina a metodologia.

### 3.2.5 Análise estatística

Os resultados foram tratados estatisticamente por meio do teste de análise de variância (ANOVA). Apresentando diferenças significativas, foram também tratados pelo Tukey (teste de comparação de médias) com 5% de significância, utilizando o software *Statistica 7.0* (STATSOFT CO., 2007).

## 3.3 Resultados e Discussão

A Tabela 2 mostra os resultados dos parâmetros avaliados no estudo do efeito do tempo de congelamento na desidratação de carne de raia, referente ao primeiro planejamento. Os resultados relatados para o parâmetro de umidade mostraram que com o aumento no tempo de congelamento de 2 para 12 h houve uma variação de 0,89% de umidade, demonstrando não haver a necessidade de um tempo de congelamento superior a 2 h a -40 °C. Este resultado é interessante, uma vez que a liofilização é um processo de secagem de elevado custo, e a diminuição do tempo de congelamento do produto se faz necessário, tendo em vista o consumo de energia e a demanda de tempo do processo.

Tabela 2 – Efeito do tempo de congelamento na desidratação da carne de raia.

Tempo de congelamento (h)	Parâmetros		
	Umidade (%)	Atividade de água	Rendimento (%)
2	3,70 <sup>b</sup> ± 0,27	0,10 <sup>b</sup> ± 0,00	95,09 <sup>a</sup> ± 1,86
4	4,15 <sup>ab</sup> ± 0,09	0,23 <sup>a</sup> ± 0,06	95,65 <sup>a</sup> ± 0,63
8	4,27 <sup>ab</sup> ± 0,17	0,13 <sup>ab</sup> ± 0,03	92,08 <sup>a</sup> ± 0,85
12	4,58 <sup>a</sup> ± 0,37	0,10 <sup>ab</sup> ± 0,03	95,71 <sup>a</sup> ± 4,59

Média seguida por letra minúscula iguais não difere entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de Tukey. Fonte: Elaborada pela autora.

Ao avaliar o efeito do tempo de congelamento sobre a atividade de água ( $a_w$ ) do produto, foi observado que não houve efeito significativo ( $p > 0,05$ ) entre 2 e 12 h, com exceção da amostra congelada por 4 h, que apresentou diferença significativa com a  $a_w$  de 2 h, havendo uma variação de 0,13 entre os resultados obtidos.

O rendimento do processo de liofilização da carne de raia não obteve influência significativa ( $p > 0,05$ ) ao variar o tempo de congelamento, demonstrando que 2 h foi suficiente para obter um produto com rendimento satisfatório, não sendo necessário um congelamento de 24 h, padrão no processo de liofilização.

De acordo com Terrone *et al.* (2013) o desempenho da liofilização depende significativamente do processo de congelamento. Nesta fase, o produto a ser processado é congelado por exposição a temperaturas inferiores ao seu ponto de congelamento.

A literatura relata que há três fases no congelamento. Na primeira fase ocorre o resfriamento, a temperatura é abaixada rapidamente até próximo de 0 °C. Na fase seguinte, a temperatura fica na faixa de -1 a -5 °C que é a zona de formação máxima de cristais, 85% da água se congela. Na terceira fase, a maior parte da água de constituição está congelada (MARQUES; COSTA, 2015). Os resultados deste trabalho evidenciam que 2 h de congelamento da amostra foram suficientes para a ocorrência das três fases e, para com isso, alcançar resultados satisfatórios de umidade,  $a_w$  e rendimento, ficando definido o tempo de congelamento de 2 h como o mais adequado para a liofilização.

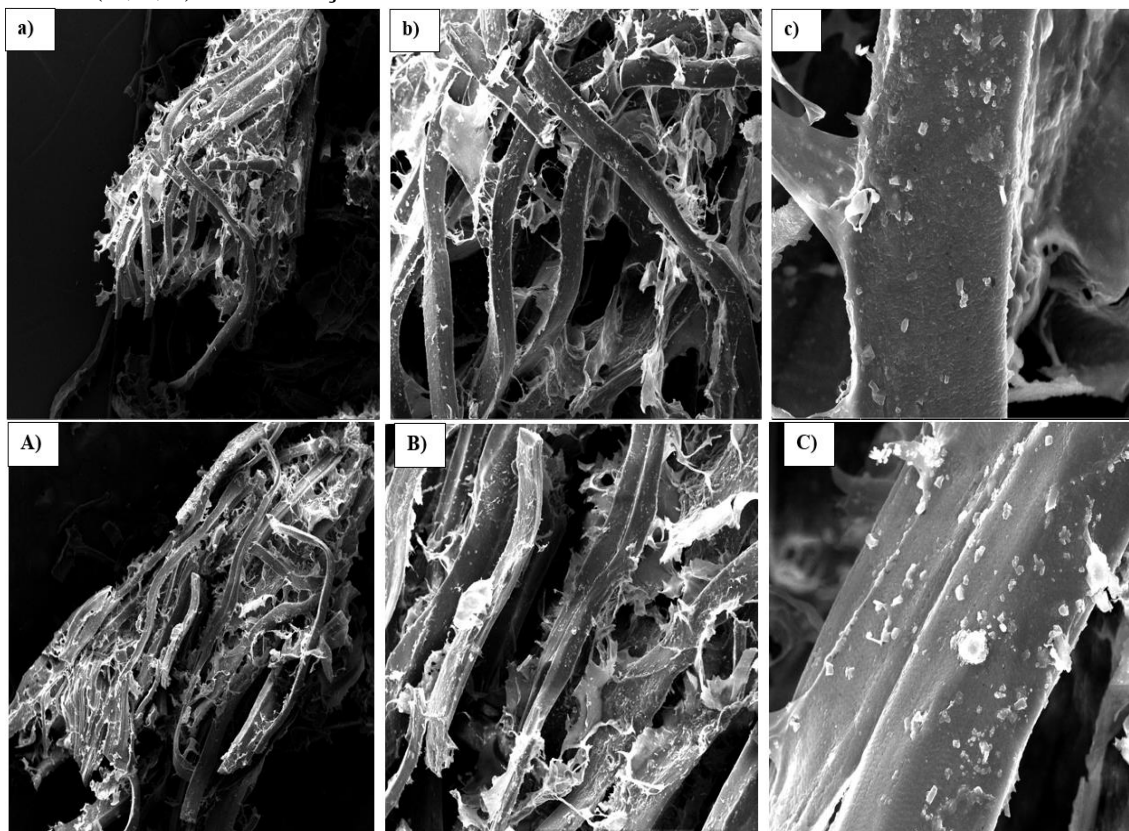
A redução de 24 h, tempo padrão, para 2 h, validada pelos resultados obtidos, revela um ganho de tempo e uma relevante redução no consumo de energia que o processo de liofilização demanda. É válido ressaltar que essa redução é característica do produto em questão, não podendo ser tomada como geral para todos os produtos, mas revela a necessidade de avaliar todas as etapas da liofilização (congelamento, sublimação e dessecção) ao se trabalhar com liofilização.

O efeito do congelamento nas características de microestrutura, físico-química, textura, viscosidade, entre outras, tem sido estudado em diversos alimentos tais como queijo (MEZA, VERDINI, RUBIOLO, 2011), pão (GRAÇA, *et al.*, 2017), polpa de fruta em pó (CAVALCANTE, *et al.*, 2018; SOUSA *et al.*, 2015), despertando o interesse de investigar o efeito do mesmo na carne de raia liofilizada.

Objetivando avaliar o efeito da variação do tempo de congelamento sobre as características morfológica da carne de raia liofilizada, foram analisadas as amostras que foram submetidas ao congelamento por 2 e 12 h, Figura 7. Foi observado que o congelamento de 2 h conferiu uma superfície rugosa (pequenas depressões), encolhimento, aspecto murcho e

enrugado. É sabido que o congelamento rápido proporciona a formação de pequenos cristais de gelo e em grande quantidade, o que pode ser a “rugosidade” observada pela imagem.

Figura 7 – Micrografia da carne de raia liofilizada que passou por congelamento de 2 h (a,b,c) e 12 h (A,B,C) e liofilização 24 h.



A,a) magnitude 100 x; B,b) magnitude 300 x; C,c) magnitude 2 000 x. Fonte: Elaborada pela autora.

Ao observar as Figuras C e c, foi possível notar que 12 h de congelamento resultou em um produto com superfície mais lisa que 2 h, sugerindo que um maior tempo de congelamento confere uma organização dos cristais, acarretando a ligação de um cristal a outro e, conseqüentemente, uma superfície mais lisa. Uma superfície rugosa (pequenas depressões) confere ao produto uma maior superfície de contato, sendo uma característica interessante ao se pensar na reidratação do produto e preparo do mesmo para consumo, podendo a rugosidade observada facilitar a interação do tempero a ser adicionado no ato do preparo da carne de raia para consumo.

A Tabela 3 relata os resultados dos parâmetros avaliados no estudo do efeito do tempo de liofilização na desidratação de carne de raia. Esse estudo se fez com tempo de congelamento de 2 h, conforme determinado no planejamento anterior.

Tabela 3 – Efeito do tempo de liofilização na desidratação da carne de raia.

Tempo de liofilização (h)	Parâmetros		
	Umidade (%)	Atividade de água	Rendimento (%)
8	42,29 <sup>a</sup> ± 1,09	0,91 <sup>a</sup> ± 0,02	96,62 <sup>a</sup> ± 2,82
12	24,09 <sup>b</sup> ± 0,09	0,83 <sup>b</sup> ± 0,04	97,50 <sup>a</sup> ± 1,84
16	6,47 <sup>c</sup> ± 0,17	0,24 <sup>c</sup> ± 0,00	98,97 <sup>a</sup> ± 0,97
20	4,21 <sup>d</sup> ± 0,37	0,12 <sup>d</sup> ± 0,01	98,44 <sup>a</sup> ± 0,64
24	3,70 <sup>d</sup> ± 0,27	0,10 <sup>d</sup> ± 0,00	95,71 <sup>a</sup> ± 1,86

Média seguida por letra minúscula iguais não difere entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de *Tukey*.  
Fonte: Elaborada pela autora.

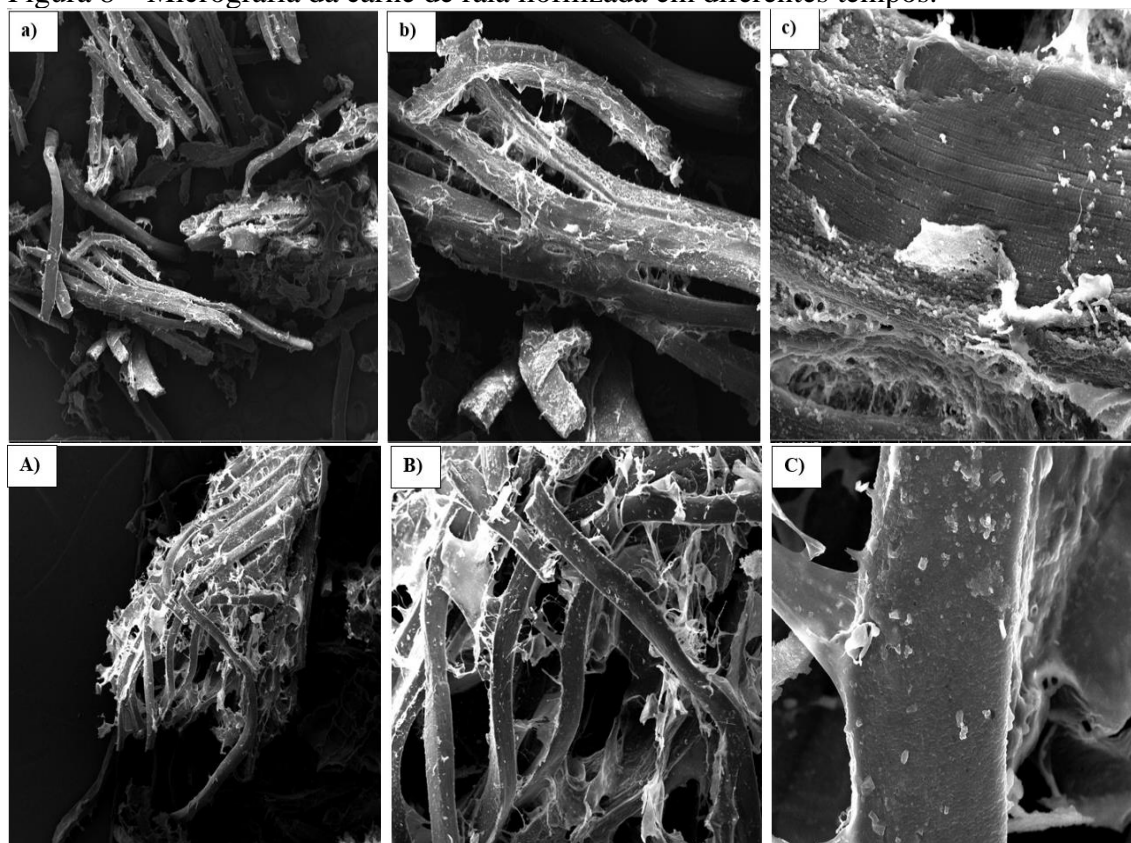
No parâmetro umidade foi observado uma elevada redução entre 8 e 24 h de secagem, variando 38,59%. A partir das 16 h de secagem foram observadas umidades inferiores a 10%, atingindo um mínimo de 3,7% com 24 h. Rocha (2010) relatou em seu trabalho com filé de camarão liofilizado umidades de 6,33 a 2,77%, fazendo-se uso de um período de 24 h de liofilização. Tais valores se encontram próximos a faixa de 16 – 24 h obtidas neste estudo.

O processo de liofilização avaliado em função do tempo de secagem permitiu definir que a carne de raia necessitou de 16 h para alcançar uma  $a_w$  inferior a 0,6, valor limitante para multiplicação de microrganismo (SILVA, 1997), ficando fixo esse tempo de liofilização por minimizar o potencial de deterioração microbiológica do produto e de reações enzimáticas sobre produto.

Ao avaliar a variável rendimento, foi observado que não houve influência significativa ( $p > 0,05$ ) do tempo de secagem sobre a mesma, apresentando valores superiores a 95%. No processo de liofilização há apenas a retirada de água, não havendo perdas de sólidos durante o processo de secagem, o que resulta em um processo com elevado rendimento. Os 5% de “perdas” do processo podem ser atribuídos a questão da umidade do produto antes e após a liofilização, uma vez que, em cada bandeja em um processo de liofilização, há variação da taxa de retirada da água, acarretando em bandejas com amostras mais úmidas que outras, influenciando o cálculo do rendimento.

A avaliação microscópica também foi realizada na avaliação do efeito do tempo de liofilização sobre a carne de raia, Figura 8, sendo as micrografias a, b e c da amostra com tempo de liofilização de 16 h e as A, B e C de 24 h, ambas com tempo de congelamento de 2 h.

Figura 8 – Micrografia da carne de raia liofilizada em diferentes tempos.



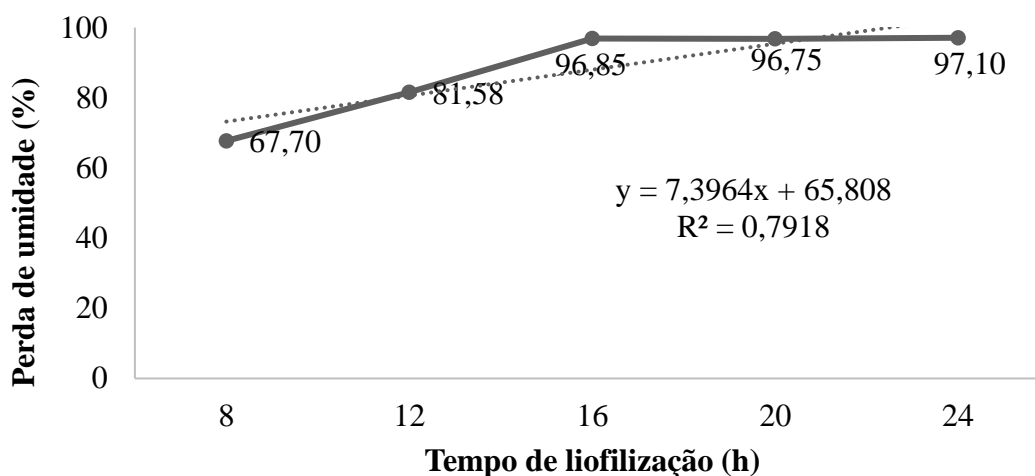
A, a) magnitude 100 x; B, b) magnitude 300 x; C, c) magnitude 2 000 x. Fonte: Elaborada pela autora.

A análise microscópica dos alimentos é muito importante para se verificar o efeito dos tratamentos sobre sua estrutura e seus componentes. No presente estudo essa análise revelou que a variação do tempo de liofilização de 16 para 24 h não obteve efeito sobre a estrutura do produto.

A avaliação do processo de liofilização da carne de raia, a fim de identificar as fases (desidratação primária ou sublimação e desidratação secundária ou dessorção) do processo de secagem, se procedeu atribuindo uma umidade média de 75% nas amostras antes do processo de secagem. Finalizadas as secagens, a umidade do produto foi avaliada e realizada o cálculo da porcentagem de perda de umidade. Dados estes expressos na Figura 9.

Os resultados revelam que nas amostras com 8 h de secagem, houve perda de 67,7% de umidade nas amostras analisadas. Entre o período de 12 – 16 h de liofilização, se obteve a conclusão da fase de sublimação e se teve início a fase de dessorção, pois após 16 h de liofilização é observado uma perda de umidade não tão crescente, podendo inferir que houve uma dificuldade na retirada da umidade.

Figura 9 – Porcentagem da perda de umidade da carne de raia em função do tempo de liofilização



Fonte: Elaborada pela autora.

Borgognoni (2009) afirma que a etapa da secagem secundária (dessorção) tem como objetivo a remoção da água residual a um nível ótimo de estabilidade. Esta etapa consiste na remoção da água fortemente ligada à estrutura do produto por dessorção. Ela representa uma pequena porção (10 a 35% do conteúdo total de umidade), quando comparada à água livre do produto, mas pode levar tanto tempo para ser removida quanto toda a água livre, devido às fortes ligações com as moléculas constituintes do produto. Ao final da secagem secundária o conteúdo de umidade chega a níveis abaixo de 3%.

Com 16 h de secagem mais de 95% da umidade da amostra já tinha sido retirada pelo processo de liofilização, indicando que esse período foi suficiente para que a carne de raia liofilizada atingisse uma umidade de 6,47% e  $a_w$  de 0,24, necessária à sua estabilidade, especialmente, no tocante ao desenvolvimentos de microorganismos.

Quando um alimento é desidratado, ele não perde água a uma velocidade constante ao longo do processo. Com o progresso da secagem, sob condições fixas, a taxa de remoção de água diminui. Na prática, sob condições normais de operação, o nível zero de umidade nunca é alcançado (FIB, 2016).

A maioria dos trabalhos com liofilização usam 24 h de secagem. Os resultados até aqui expostos demonstraram que com 2 h de congelamento e 16 h de secagem se obteve carne de raia desidratada com valores de umidade e  $a_w$  que conferem ao produto segurança microbiológica e vida comercial prolongada.

O efeito da liofilização sobre a carne de raia vai além da retirada de água do produto. Na Tabela 4, são apresentados os resultados obtidos da composição centesimal da carne de raia

comercial e liofilizada. Com o processo de secagem a matéria-prima sofreu alterações nos teores de umidade, proteína real, lipídios totais e cinzas devido ao aumento da concentração relativa de soluto e redução da água livre nos tecidos.

Tabela 4 – Composição química da carne de raia comercial e liofilizada.

<b>Análise (%)</b>	<b>Carne de Raia Comercial</b>	<b>Carne de Raia Liofilizada</b>
Umidade	74,06 <sup>a</sup> ± 0,29	6,26 <sup>b</sup> ± 0,24
Proteína real*	23,52 <sup>b</sup> ± 0,07	92,73 <sup>a</sup> ± 0,13
Lipídio totais	1,06 <sup>b</sup> ± 0,72	2,25 <sup>a</sup> ± 0,53
Cinzas	1,03 <sup>b</sup> ± 0,01	4,06 <sup>a</sup> ± 0,07

\*Proteína real (Nitrogênio Total – Nitrogênio Não Protéico); Média seguida por letra minúscula iguais não difere entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de *Tukey*. Fonte: Elaborada pela autora.

O atual Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal – RIISPOA (2017) não estabelece limite máximo de umidade para produtos de pescado liofilizado. Um teor de umidade de 6,26% torna o produto mais estável e com vida de prateleira mais longa.

De acordo com Ogawa e Maia (1999) a composição protéica da carne de pescado pode variar em função da espécie, tamanho, sexo, época do ano, entre outros. Porém, geralmente o músculo contém cerca de 20% de proteínas. Na carne de raia comercial foi obtido valor de 23,52%, ficando próximo ao relatado pelos referidos autores. Com a retirada da umidade do alimento, a amostra teve seu valor protéico concentrado, elevando-se de 23,52 para 92,73%, e como o processo de liofilização não envolve aquecimento, não há a desnaturação da proteína e a qualidade da proteína é mantida.

Em comparação a outras carnes, como a de gado e de frango, a carne de pescado apresenta aproximadamente a mesma quantidade de proteínas, no entanto, especial quantidade dos aminoácidos essenciais lisina e metionina. Outras vantagens da proteína do pescado é a alta digestibilidade atribuída à maior fração miofibrilar, cuja digestibilidade é superior à das proteínas do tecido conjuntivo, menor comprimento da fibra muscular do pescado, que resulta numa maior área de atuação das enzimas digestivas e além das propriedades funcionais, tais como a capacidade de retenção de água, gelificação, emulsificação e propriedades texturais (GONÇALVES, 2011; CONTRERAS-GUZMÁN, 1994; RUSTAD, 2010).

Ackman (1989) dividiu os pescados em quatro categorias quanto ao seu teor de lipídios: magros (menor que 2% de gordura); baixo teor de gordura (2 - 4% de gordura); semi-gordo (4 - 8% de gordura); e altamente gordo (maior que 8% de gordura). Tomando como referência essa classificação, a carne de raia liofilizada pode ser classificada como um produto



com baixo teor de gordura, reforçando seu valor nutricional. Após o processo de secagem o valor de lipídio duplicou, sendo interessante pelo fato que os lipídeos dos pescados são conhecidos como fonte de ácidos graxos poliinsaturados essenciais das séries ômega, mas ainda assim permaneceu baixo, o que é um aspecto positivo ao se observar que a composição lipídica das carnes de pescado é um fator de grande influência na textura, coloração, cheiro e sabor dos produtos delas derivados (TURCHINI; TORSTENSEN; NG, 2009).

O teor de cinzas encontrado na carne liofilizada obteve uma elevação bastante expressiva quando comparado à amostra comercial. O teor de cinzas no pescado encontra-se na faixa de 0,8 a 1,4%, salva exceções. Os cações, pertencentes à mesma família da raia, apresentam os menores teores de minerais, geralmente inferior a 1%, pois fazem uso de compostos orgânicos (óxido de trimetilamina e ureia) para o ajuste osmótico dos fluídos musculares, e provavelmente por essa causa, precisam de quantidades menores de íons inorgânicos (CONTRERAS-GUZMÁN, 1994).

No presente estudo foi utilizado parâmetro físico (pH) e químico (N\_BVT) para avaliar a qualidade do pescado em questão. Na Tabela 5 são relatados os resultados obtidos na avaliação da qualidade da carne de raia comercial e do efeito do processo de secagem sobre esses parâmetros. Observando os valores do pH foi percebido que não houve variação significativa entre a carne comercial e a liofilizada, mantendo seu valor próximo à neutralidade, característicos do pH de pescado. Valor inferior (6,78) foi relatado por Ocano-Higuera *et al.*, (2011) no momento inicial de armazenamento de filé de raia no gelo.

Tabela 5 – Avaliação da qualidade da carne de raia comercial e liofilizada.

<b>Análise</b>	<b>Carne de Raia Comercial</b>	<b>Carne de Raia Liofilizada</b>
pH	7,40 ± 0,03 <sup>a</sup>	7,41 ± 0,01 <sup>a</sup>
N-BVT (mg/100g)	2,24 ± 0,96 <sup>b</sup>	9,52 ± 0,96 <sup>a</sup>

Média seguida por letra minúscula iguais não difere entre si ( $p \leq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de *Tukey*. Fonte: Elaborada pela autora.

De acordo com Rodrigues *et al.* (2012) o perfil do pH é variável em função de características específicas de cada espécie, sobretudo a respeito dos aspectos de composição e metabólitos *post-mortem*, o que configura uma lacuna na regulamentação quanto ao monitoramento desse parâmetro de qualidade do pescado. Algumas espécies de pescado podem apresentar valores elevados de pH logo após o *rigor mortis*, podendo permanecer igual ou superior a 6,5 após o término do mesmo.

Um dos métodos utilizados mundialmente para avaliar a qualidade do pescado é a determinação do N\_BVT, que consiste na quantificação de compostos de baixo peso molecular,

como a trimetilamina, dimetilamina e amônia, que são formados durante o processo de deterioração do pescado (CÍCERO *et al.* 2014). Foi observado que o processo de secagem concentrou os compostos de baixo peso molecular elevando o valor de N\_BVT. Ocano-Higuera *et al.* (2011) relataram ao trabalhar com filé de raia, que os valores médios do conteúdo de N\_BVT aumentaram significativamente de  $21,18 \pm 1,33$  para  $54,47 \pm 1,29$  mg de nitrogênio / 100 g de músculo no dia 0 e após 18 dias de armazenamento em gelo, respectivamente, onde o valor no dia 0 foi superior ao observado no presente estudo.

Nos elasmobrânquios (raias, tubarões, cações), a uréia e outros solutos são reabsorvidos nos túbulos renais e, por isso, seu alto teor ureiano muscular, no sangue, na pele e nas vísceras desses animais. Assim, a uréia é o maior empecilho para a aceitação da carne dessas espécies que, quando frescas, é ligeiramente ácida e, após alguns dias, torna-se alcalina (amoniacal) (GONÇALVES, 2006). Atualmente, a aceitação de elasmobrânquios frescos aumentou, principalmente devido às melhores condições / práticas de manipulação a bordo (sangria pós-captura) e na indústria (GONÇALVES, 2011), podendo justificar a diferença dos resultados relatados na Tabela 5 com os relatados por Ocano-Higuera *et al.*, (2011).

O aspecto físico da carne de raia liofilizada, nas condições determinadas de tempo de congelamento (2 h) e tempo de liofilização (16 h), pode ser caracterizado, ao ser prensado com os dedos, como seco, quebradiço, esponjoso, friável, assemelhando-se a um *snack* de milho.

A alteração colorimétrica sofrida pela carne de raia liofilizada é relatada na Tabela 6, onde foi feita a comparação antes e após o processo de liofilização da condição de processo estabelecida (congelamento por 2 h e liofilização por 16 h). Os valores de L\* estão localizados próximo ao centro da escala de luminosidade (50), o que não caracterizou o produto como preto ( $L^* = 0$ ) ou branco ( $L^* = 100$ ), mas na região de transição do preto para o branco.

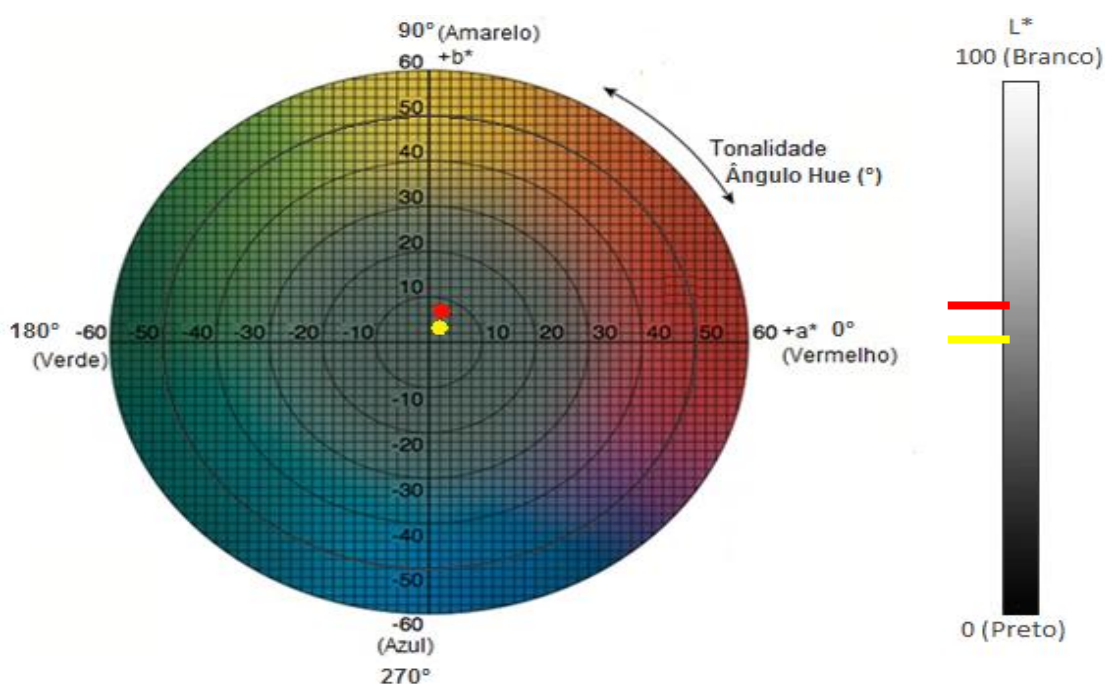
Tabela 6 – Avaliação colorimétrica da carne de raia comercial e liofilizada.

Parâmetro	Carne de Raia Comercial	Carne de Raia Liofilizada
L*	$48,20^b \pm 0,48$	$56,98^a \pm 0,08$
a*	$0,01^a \pm 0,01$	$0,08^a \pm 0,02$
b*	$4,65^b \pm 0,21$	$7,18^a \pm 0,02$
C*	$4,65^b \pm 0,22$	$7,18^a \pm 0,02$
H0*	$91,49^a \pm 2,60$	$89,32^a \pm 0,18$

L\* - luminosidade; a\* - vermelho (+a\*) ao verde (-a\*); b\* - amarelo (+b\*) ao azul (-b\*), C\* - Chroma; H0\* - ângulo Hue; Média seguida por letra minúscula iguais não difere entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de Tukey. Fonte: Elaborada pela autora.

As coordenadas cromáticas  $a^*$  e  $b^*$  apresentaram valores positivos, o que colocam a carne comercial e liofilizada dentro do quadrante amarelo-vermelho, no entanto os baixos valores caracterizaram a carne de raia comercial e liofilizada como opaco, pois apresentaram-se localizados na zona acinzentada do ciclo colorimétrico (Figura 10). Ocano-Higuera *et al.* (2011) relataram baixos valores de  $a^*$  ( $19,33 \pm 5,06$ ) e  $b^*$  ( $13,71 \pm 2,49$ ) e caracterizaram a cor do filé de raia como sendo opaco, pois estava na zona acinzentada.

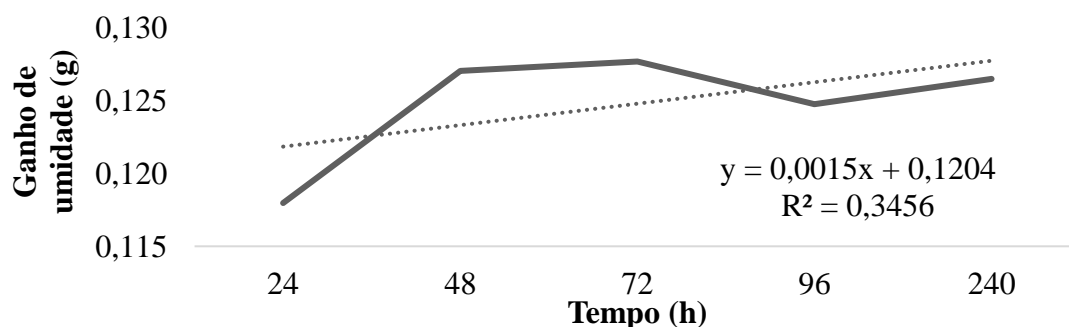
Figura 10 – Avaliação colorimétrica da carne de raia comercial e liofilizada.



● Carne de raia comercial; ● Carne de raia liofilizada. Fonte: Konica Minolta Sensing Americas, Inc., adaptada pela autora.

Na Figura 11 é apresentado, graficamente, o ganho de umidade, caracterizando a higroscopicidade, da carne de raia liofilizada. Verificou-se que a amostra não apresentou afinidade por vapor de água, aumentando 0,126 g de umidade após 240 h em ambiente com UR de 75%, aspecto bastante favorável para o armazenamento do produto.

Figura 11 – Demonstração gráfica da higroscopicidade da carne de raia liofilizada.



Fonte: Elaborada pela autora.

O que determina a hidrosopicidade de um alimento é a sua composição. As proteínas são o constituinte majoritário da composição química da carne de raia, o baixo ganho de umidade pelo produto relava uma que as proteínas presentes na carne de raia liofilizada apresentam uma elevada hidrofobicidade e baixa capacidade de se ligar com o vapor de água.

### **3.4 Conclusão**

As melhores condições, dentre as estudadas, para a liofilização da carne de raia foram de 2 h de congelamento a  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  e de 16 h de desidratação, havendo redução do tempo de processo. A liofilização nessas condições permitiu a retirada de mais de 95% da umidade, o suficiente para que a carne de raia liofilizada atingisse umidade e  $a_w$  favoráveis à sua estabilidade microbiológica.

Com a retirada da umidade do produto, seus demais constituintes foram concentrados, havendo elevação do teor de proteínas, lipídios, minerais e N\_BVT. O processo de liofilização não afetou o pH e a microestrutura do produto. A cor do produto sofreu alteração após o processo de liofilização, mas se manteve na zona acinzentada do ciclo colorimétrico.

A carne de raia liofilizada não é propícia ao ganho de umidade em ambiente com UR de 75% podendo ser manipulada ou armazenada sem conferir sua umidificação/hidratação.

## **4 ESTABILIDADE NO ARMAZENAMENTO DA CARNE DE RAIA LIOFILIZADA**

### **4.1 Introdução**

Manter a qualidade do pescado e prolongar seu tempo de prateleira é um desafio que as indústrias de alimentos vêm buscando, face à crescente demanda por alimentos frescos, de alta qualidade e com uma vida útil prolongada. Com isso, o setor tem intensificado a busca por tecnologias que mantenham a qualidade do pescado, uma vez que a deterioração do mesmo começa imediatamente após a captura, e continua mesmo armazenado a baixas temperaturas, dependendo das condições do processamento e armazenamento.

O processo de liofilização ainda é pouco estudado, para fins na conservação de pescado, no âmbito acadêmico. Em carne de raia ainda não se tem registro de estudos nessa área, e comercialmente ainda não é aplicado no Brasil. Com esta técnica, é possível obter um produto com baixa atividade de água e umidade, portanto, microbiologicamente mais estável, que pode ser armazenado à temperatura ambiente, além de permitir que substâncias sensíveis ao calor, à luz ou à oxidação sejam preservadas.

O produto desidratado apresenta, como vantagens, o aumento da sua vida útil, a redução do volume e, conseqüentemente, dos custos de transporte e armazenamento, e sua maior disponibilidade ao longo do ano, mas demanda cuidados importantes como é o caso do uso de embalagens impermeáveis à umidade (OLIVEIRA, TONON, NOGUEIRA, CABRAL, 2013; YOUSEFI, EMAM-DJOMEH, MOUSAVI, 2011; AZEREDO, 2005).

A carne de raia liofilizada, por se tratar de um produto ainda pouco estudado, necessita de avaliação para identificar as alterações ocorridas durante o tempo de armazenamento, em relação à qualidade inicial do produto. Tais alterações são em decorrências das condições - temperatura e umidade relativa do ambiente, tipo de embalagem – utilizadas durante o armazenamento. O monitoramento da perda de qualidade pode ser realizado por meio da identificação de parâmetros físicos, químicos, microbiológicos e sensoriais.

Nesse contexto, o objetivo deste estudo foi avaliar a estabilidade durante 180 dias da carne de raia liofilizada, diante do efeito da liofilização como método de conservação desse tipo de pescado.

## 4.2 Material e Método

### 4.2.1 Matéria-prima

A matéria-prima utilizada foi a mesma descrita no capítulo 3, subitem 3.2.1. A amostra antes de liofilizada, foi congelada em um ultrafreezer (modelo CL 120-86V, marca ColdLab, potência de 1500 watts) na temperatura de  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$ . Após o período de congelamento, a amostra foi levada para o liofilizador (modelo L101, marca Liotop), onde permaneceu por um período de 16 h.

A carne de raia desidratada foi armazenada à temperatura ambiente de, aproximadamente,  $25 \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $55 \pm 2\%$  de Umidade Relativa (UR) em embalagem laminada (modelo ESA 038) e plástica/transparente (modelo BR 2205). Foram realizadas as análises físico-químicas (atividade de água, umidade, pH, cor, N\_BVT, oxidação lipídica), microbiológica (coliformes totais, fungos filamentosos e leveduras) e compostos voláteis. Esse estudo teve duração de seis meses, sendo o produto avaliado com 0, 15, 30, 45, 60, 90, 120, 150 e 180 dias de armazenamento.

### 4.2.2 Avaliações físico-químicas

As análises físico-químicas foram realizadas em triplicata, de acordo as seguintes metodologias:

**Umidade, Cor, pH e N\_BVT:** Realizadas conforme descrito no capítulo 3, subitem 3.2.4.

**Atividade de água ( $a_w$ ):** determinada utilizando AQUALAB da marca Decagon Devices modelo 4TE na temperatura de  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**Oxidação lipídica (Substâncias Reativas ao Ácido Tiobarbitúrico – TBARS):** A determinação da oxidação lipídica da carne de raia desidratada foi realizada pelo desenvolvimento de TBARS conforme Vyncke (1970).

Todos os resultados foram tratados estatisticamente conforme o método descrito no capítulo 3, subitem 3.2.5.

### 4.2.3 Avaliações microbiológicas

A avaliação microbiológica ocorreu pelo monitoramento da identificação da presença de coliformes totais, fungos filamentosos e leveduras. Na identificação de coliformes totais foi utilizada a Técnica do Número Mais Provável, fungos filamentosos e leveduras foram avaliados pela contagem padrão em placa de Petri. Todas as análises foram realizadas conforme

a *American Public Health* (APHA, 1992) no tempo zero e a cada 30 dias de armazenamento até os 180, a fim de verificar a estabilidade microbiológica das amostras.

#### **4.2.4 Comportamento higroscópico**

A avaliação do comportamento higroscópico da carne de raia liofilizada, no dia zero de armazenamento, ocorreu por meio da construção das isotermas de adsorção utilizando-se o método gravimétrico estático, descrito por Wolf, Spiess e Jung (1985), onde as amostras de carne de raia, foram pesadas (0,2 g), em triplicata, em cadinhos de alumínio com dimensões externa 37,40 mm e interna 26,99 mm, previamente tarados, pesados e colocados dentro de células de vidro fechadas, contendo soluções saturadas de sais. Cada célula continha uma UR diferente variando de 21 a 90%.

#### **4.2.5 Compostos voláteis**

Com o interesse em avaliar as alterações do aroma do produto ocorridas durante o tempo de armazenamento, foi realizado o perfil dos compostos voláteis no tempo 0 e após os 180 dias de armazenamento.

A extração dos voláteis ocorreu utilizando a técnica de *Stir Bar Sorptive Extraction* (SBSE) feita no modo *headspace*, conforme metodologia de Moon e Lin-Chan (2004). Os compostos voláteis capturados foram desorvidos no sistema através de uma TDU (*Thermal Desorption Unit*) da marca GERSTEL (Germany), com a seguinte programação: CIS: Temp. inicial: -10°C; Delay: 0,01 min; Taxa de temp.: 10°C/s; Temp. final: 250°C; TDU: Temp. inicial: 40°C; Delay: 0,10 min; Taxa de temp.: 60°C/min; Temp. final: 250°C; Tempo de espera: 3min; Temperatura da *Transferline*: 250°C; *Sample mode*: Standard; Mode de fluxo: *Splitless*.

As amostras foram analisadas em cromatógrafo a gás da marca Agilent (Modelo 7890B GC System) acoplado a espectrômetro de massas da marca Agilent (Modelo 5977<sup>a</sup> MSD) com coluna apolar HP-5ms (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm). As condições utilizadas no sistema de cromatografia a gás foram: temperatura inicial do forno de 40°C, permanecendo nessa temperatura durante 3 minutos, com aumento de 3°C por minuto até atingir 180 °C, seguida de elevação até 250°C a uma taxa de 10 °C por minuto, permanecendo nessa temperatura por 2 minutos, totalizando um corrida de 58 minutos.

A temperatura do injetor foi fixada em 250 °C. Foi empregado hélio como gás de arraste na vazão de 1,0 mL por minuto no sistema de injeção *splitless*. A temperatura da linha de transferência foi de 255 °C e a faixa de *scanning* de massa foi de 35 a 350 u.m.a. Os

compostos foram identificados por meio da comparação dos espectros de massas com o banco de dados “NIST” (*National Institute of Standards & Technology*, E.U.A) e pelos índices de retenção linear, calculados com base nos tempos de retenção de uma série de n-alcenos (C7-C30), analisados nas condições idênticas de separação.

### 4.3 Resultados e Discussão

Na Tabela 7 estão descritos os valores de  $a_w$  obtidos em um intervalo de 180 dias. A carne de raia liofilizada apresentou valores significativamente diferentes ( $p \geq 0,05$ ) ao longo do período de armazenamento, observando-se uma variação de 0,0492 para o produto acondicionado em embalagem laminada e 0,0982 para o uso de embalagem plástica.

Tabela 7 – Estabilidade da carne de raia liofilizada armazenada em diferentes embalagens para a variável  $a_w$ .

Dias	$a_w$	
	Embalagem Laminada	Embalagem Plástica
0	0,3682 <sup>Ca</sup> ± 0,0043	0,3682 <sup>Ga</sup> ± 0,0043
15	0,4060 <sup>Ab</sup> ± 0,0134	0,4139 <sup>Da</sup> ± 0,0047
30	0,3826 <sup>Bb</sup> ± 0,0019	0,3920 <sup>Fa</sup> ± 0,0023
45	0,3599 <sup>Cb</sup> ± 0,0007	0,4018 <sup>Ea</sup> ± 0,0014
60	0,3647 <sup>Cb</sup> ± 0,0015	0,4060 <sup>Ea</sup> ± 0,0006
90	0,3871 <sup>Bb</sup> ± 0,0023	0,4366 <sup>Ca</sup> ± 0,0005
120	0,3880 <sup>Bb</sup> ± 0,0007	0,4493 <sup>Ba</sup> ± 0,0011
150	0,4129 <sup>Ab</sup> ± 0,0005	0,4500 <sup>Ba</sup> ± 0,0012
180	0,4174 <sup>Ab</sup> ± 0,0008	0,4664 <sup>Aa</sup> ± 0,0001
Equação de regressão linear	$y = 0,0002x + 0,3709$	$y = 0,0005x + 0,3838$
R <sup>2</sup>	0,4153	0,8694
R	0,7402	0,9324

Média seguida letra minúscula iguais não difere entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de *Tukey*. Médias seguidas por letras maiúsculas iguais não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de *Tukey*; R<sup>2</sup> = Coeficiente de regressão linear; R = Coeficiente de correlação estatística; Fonte: Elaborada pela autora.

Os resultados demonstraram que a embalagem laminada conferiu uma maior proteção contra o vapor d'água do ambiente, apresentando uma diferenciação de 11,74% da laminada para a plástica ao final dos 180 dias. Na comparação da  $a_w$  do produto armazenado em embalagem plástica e embalagem laminada, Souza *et al.* (2016) e Todisco *et al.* (2013) obtiveram produtos com maior  $a_w$  ao fazer uso da embalagem plástica, reforçando que a embalagem laminada confere uma maior barreira à absorção de vapor d'água pelo produto.



Os valores de  $R^2$  reforçaram a atribuição da variação da  $a_w$  em função do tipo de embalagem, informando que 86% da variação da  $a_w$  se deu em virtude do tempo que passou absorvendo d'água. Houve uma forte correlação, do tempo de armazenamento com o ganho de  $a_w$ , sendo influenciado pelo tipo de embalagem utilizada, no qual a embalagem laminada diminui a correlação, em virtude de conferir uma barreira ao ganho de umidade, que irá refletir na  $a_w$ .

O produto também foi analisado quanto à contaminação microbiológica, no entanto, não foi detectado a presença de coliformes totais ( $< 0,3$  NMP/g), fungos filamentosos e leveduras (0 UFC/g) ao longo e ao final do período de armazenamento. Os valores de  $a_w$  tanto para as amostras acondicionadas em embalagem laminada quanto em embalagem plástica alcançaram valores inferior a 0,5, sendo considerado o valor 0,6 como limite para o desenvolvimento de microrganismos.

A  $a_w$  não é considerada na legislação como parâmetro de qualidade de pescado, no entanto Lima e Sant'ana (2011) sugerem que se utilize o valor de  $a_w$  de 0,75 como limite máximo para peixes salgados e secos, valor este superior aos obtidos ao final do armazenamento.

Aos 180 dias de armazenamento a carne de raia apresentou valores de  $a_w$  que desfavorecem as reações de escurecimento enzimáticas e não enzimáticas. A oxidação lipídica não é favorecida nos valores de  $a_w$  obtidos, apresentando baixa taxa. Outra reação de grande importância na preservação da qualidade dos alimentos é a atividade enzimática, que possui baixa velocidade de reação nos valores de  $a_w$  próximos de 0,4. Com isso, as alterações no produto são mínimas, uma vez que as alterações dos alimentos se produzem como consequência do desenvolvimento microbiano de um lado e da atividade enzimática do outro (GAVA, SILVA e FRIAS, 2014).

Com base no valor de  $a_w$ , a carne de raia liofilizada pode ser enquadrada na categoria de alimentos que não necessitam de armazenamento refrigerado, em razão da baixa suscetibilidade às diversas reações de deterioração e de desenvolvimento de microrganismos, desde que embalada corretamente.

Os resultados referentes às médias das umidades da carne de raia liofilizada e avaliadas durante os 180 dias de armazenamento estão descritas na Tabela 8.

Tabela 8 – Umidade (%) da carne de raia liofilizada armazenada por 180 dias em diferentes embalagens.

Dias	Umidade (%)	
	Embalagem Laminada	Embalagem Plástica
0	8,06 <sup>Aa</sup> ± 0,12	8,06 <sup>ABa</sup> ± 0,12
15	7,83 <sup>ABa</sup> ± 0,15	7,74 <sup>Ba</sup> ± 0,16
30	8,02 <sup>Aa</sup> ± 0,06	8,03 <sup>ABa</sup> ± 0,13
45	7,18 <sup>Ca</sup> ± 0,27	8,01 <sup>ABa</sup> ± 0,55
60	7,47 <sup>ABCb</sup> ± 0,25	8,39 <sup>ABa</sup> ± 0,05
90	7,03 <sup>Ca</sup> ± 0,14	7,77 <sup>Ba</sup> ± 0,55
120	7,36 <sup>BCb</sup> ± 0,44	8,38 <sup>ABa</sup> ± 0,16
150	7,24 <sup>BCb</sup> ± 0,15	7,85 <sup>Ba</sup> ± 0,10
180	7,86 <sup>ABb</sup> ± 0,11	8,71 <sup>Aa</sup> ± 0,09
Equação de regressão linear	$y = -0,0022x + 7,7344$	$y = 0,0026x + 7,9085$
R <sup>2</sup>	0,131	0,2399
R	0,2364	0,4897

Média seguida letra minúscula iguais não difere entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de *Tukey*. Médias seguidas por letras maiúsculas iguais não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de *Tukey*; R<sup>2</sup> = Coeficiente de regressão linear; R = Coeficiente de correlação estatística; Fonte: Elaborada pela autora.

Analisando os dados na Tabela 8, constatou-se que as embalagens utilizadas foram favoráveis à manutenção da umidade do produto, não apresentando ao final do período de armazenamento diferença estatística ( $p \geq 0,05$ ) entre os dias 0 e 180, tornando notório que as embalagens conferiram uma boa barreira à absorção de umidade, destacando-se a embalagem laminada. A maior barreira conferida pela embalagem laminada também foi observada por Costa *et al.* (2019), onde a mesma apresentou maior manutenção das características iniciais do produto armazenado após 90 dias.

Os resultados obtidos são explicados (R<sup>2</sup>) em função do tempo de armazenamento em 13,1 e 23,99% ao se fazer uso de embalagem laminada e plástica, respectivamente. A correlação (R) da alteração da umidade em função do tempo ao se usar embalagem laminada é fraca, podendo ser atribuída ao fato da mesma conferir maior barreira à entrada de vapores d'água.

Oliveira *et al.* (2015), avaliando a estabilidade da polpa do *Cereus jamacaru* em pó durante 50 dias, armazenada em condições ambientais controlada (25 °C, UR de 57,7%), verificaram que as embalagens laminadas não conseguiram impedir a absorção de água e o escurecimento do produto.

Rahman *et al.* (2012) verificaram aumento significativo no teor de umidade de fatias de jaca desidratadas osmoticamente e acondicionadas em embalagens de polietileno de alta densidade, armazenadas por 240 dias. Loureiro *et al.*, (2013) observaram, para o buriti em pó obtido por secagem em estufa, que a embalagem laminada foi mais eficiente que a de polietileno na manutenção do teor de água.

A umidade estatisticamente inalterada, dia 0 e 180, tanto para amostras acondicionadas em embalagem laminada quanto em embalagem plástica, observada no presente estudo, também pode ser atribuída à estrutura química do produto, que pode não se ligar com facilidade à moléculas de água, ou seja, pouco ou não higroscópico, uma vez que o produto é basicamente proteína.

A vida útil da carne de raia liofilizada nas condições do estudo não é limitada pela degradação microbiana, podendo ter alterações oriundas de reações físico-química. Os valores referentes ao pH da carne de raia liofilizada durante o período de armazenamento de 180 dias estão expostos na Tabela 9. Observou-se que o pH permaneceu entre 7 e 8, próximo à neutralidade.

Tabela 9 – Valores de pH da carne de raia liofilizada, durante o armazenamento em embalagens laminada e plástica.

Dias	pH	
	Embalagem Laminada	Embalagem Plástica
0	7,03 <sup>Ca</sup> ± 0,02	7,03 <sup>Ca</sup> ± 0,02
15	7,44 <sup>Fa</sup> ± 0,00	7,43 <sup>Da</sup> ± 0,00
30	7,47 <sup>E<sup>F</sup>a</sup> ± 0,03	7,43 <sup>Da</sup> ± 0,02
45	7,60 <sup>Da</sup> ± 0,00	7,54 <sup>Eb</sup> ± 0,00
60	7,45 <sup>E<sup>F</sup>a</sup> ± 0,07	7,54 <sup>Ea</sup> ± 0,02
90	7,54 <sup>D<sup>E</sup>b</sup> ± 0,00	7,58 <sup>Ea</sup> ± 0,02
120	7,95 <sup>Aa</sup> ± 0,01	7,92 <sup>Aa</sup> ± 0,04
150	7,70 <sup>Ba</sup> ± 0,03	7,74 <sup>Ba</sup> ± 0,03
180	7,50 <sup>E<sup>F</sup>b</sup> ± 0,01	7,61 <sup>Ea</sup> ± 0,04
Equação de regressão linear	$y = 0,0023x + 7,341$	$y = 0,0028x + 7,3279$
R <sup>2</sup>	0,3611	0,5183
R	0,9775	0,7199

Média seguida letra minúscula iguais não difere entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de Tukey. Médias seguidas por letras maiúsculas iguais não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de Tukey; R<sup>2</sup> = Coeficiente de regressão linear; R = Coeficiente de correlação estatística; Fonte: Elaborada pela autora.

O pH do produto, nas diferentes embalagens, apresentou um aumento significativo ( $p \geq 0,05$ ), com variação de 0,92 para o produto acondicionado em embalagem laminada e 0,89

fazendo uso da embalagem plástica. Dos 9 tempos analisados, em 3 deles (33,33%) foi observado que houve diferença significativa entre as embalagens, demonstrando que os tipos de embalagem testadas não exerceram efeito expressivo no parâmetro em questão. O processo de degradação quase sempre altera a concentração de íons hidrogênio livres, devido à formação de compostos como amônia e aminas (SILVA; MATTE; MATTE, 2008) o que reflete no pH.

É observado que há uma correlação forte ( $R > 0,7$ ) do tempo de armazenamento com as alterações do pH, explicadas em 36,11% para a embalagem laminada e 51,83% na plástica, inferindo que o fator tipo de embalagem é determinante na manutenção das características do produto ao longo do seu armazenamento. A embalagem laminada reduziu o efeito que o tempo de armazenamento teria sobre o produto, apresentando menores valores de pH, ao passo que a embalagem plástica favoreceu o desenvolvimento das alterações próprias do tempo de armazenamento.

Ogawa e Maia (1999) relatam que o aumento do valor do pH com o armazenamento é decorrente do acúmulo de N\_BVT, formada a partir de atividades autolíticas e bacterianas. Isto explica a alteração do pH da carne de raia liofilizada, pois, por se tratar de um produto com baixa atividade de água não permitiu o desenvolvimento bacteriano, mas atividades autolíticas continuaram mesmo que em baixa velocidade de reação.

A análise de N\_BVT, Tabela 10, revelou valores na faixa de  $7,00 \pm 0,48$  a  $28,37 \pm 0,32$  mg/100g para o produto armazenado em embalagem laminada, e de  $7,00 \pm 0,48$  a  $33,88 \pm 0,48$  mg/100g, para a embalagem plástica. O N\_BVT é um parâmetro recomendado pela legislação nacional para a avaliação do grau de frescor de pescado e produtos de pescado. A quantidade máxima de N\_BVT permitida no Brasil, segundo a Secretaria de Defesa Agropecuária do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), é de 30 mg N/100 g de pescado para as diferentes espécies de peixes, com exceção dos elasmobrânquios, como os cações e raias, onde a mensuração desses compostos não serve como parâmetro de qualidade (BRASIL, 1997).

Tabela 10 – Valores de N\_BVT (mg/100g) da carne de raia liofilizada, durante o armazenamento em embalagens laminada e plástica.

Dias	N_BVT (mg/100g)	
	Embalagem Laminada	Embalagem Plástica
0	$7,00^{Ea} \pm 0,48$	$7,00^{Fa} \pm 0,48$
15	$6,44^{Ea} \pm 0,48$	$7,28^{Fa} \pm 0,48$
30	$21,00^{Ca} \pm 0,00$	$22,12^{Ea} \pm 0,97$
45	$22,17^{CDb} \pm 0,44$	$25,76^{Da} \pm 0,97$

60	19,04 <sup>Db</sup> ± 0,48	22,68 <sup>Ea</sup> ± 0,84
90	24,64 <sup>Bb</sup> ± 0,48	27,44 <sup>CDa</sup> ± 0,48
120	27,44 <sup>Aa</sup> ± 2,11	29,12 <sup>BCa</sup> ± 0,48
150	27,16 <sup>Ab</sup> ± 0,48	31,36 <sup>ABa</sup> ± 2,11
180	28,37 <sup>Ab</sup> ± 0,32	33,88 <sup>Ab</sup> ± 0,48
Equação de regressão linear	$y = 0,1113x + 11,883$	$y = 0,1349x + 12,615$
R <sup>2</sup>	0,6952	0,7516
R	0,9887	0,8669

Média seguida letra minúscula iguais não difere entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de *Tukey*. Médias seguidas por letras maiúsculas iguais não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de *Tukey*; R<sup>2</sup> = Coeficiente de regressão linear; R = Coeficiente de correlação estatística; Fonte: Elaborada pela autora.

Mesmo o N\_BVT não sendo um parâmetro de qualidade da carne de raia, ele foi mensurado para avaliar o grau de conservação/processo degradativo assim como a influência do tipo de embalagem no armazenamento do produto. Nesse contexto percebe-se que o tipo de embalagem obteve influência, apresentando a embalagem laminada uma diferença estatisticamente significativa ao final do tempo de estudo com valores máximos de  $28,37 \pm 0,32$  e  $33,88 \pm 0,48$  mg/100g, para embalagem laminada e plástica, respectivamente.

As bases voláteis totais representam o conjunto das bases nitrogenadas, como amônia, trimetilamina, dimetilamina, monometilamina, putrescina, cadaveriana e espermidina, normalmente presentes em pescado e oriundas do processo de degradação (SOARES, GONÇALVES, 2012). Jesus, Lessi e Tenuta-Filho (2001) relatam que o nitrogênio das BVT tem sido utilizado para estimar objetivamente a qualidade do pescado (grau de frescor), esperando que, à medida que as contagens microbianas sejam mais elevadas, seus valores aumentem, ultrapassando o limite estabelecido pelo MAPA (30 mg/100 g de músculo). Como não foi detectado desenvolvimento de microrganismos, o aumento de N\_BVT observado no presente estudo, pode ser resultado da oxidação lipídica que em seu processo há formação de hidroperóxidos instáveis.

Outro parâmetro indicador da qualidade do pescado é avaliação da oxidação lipídica. Os hidroperóxidos presentes nos alimentos são instáveis e decompõe-se facilmente em hidrocarbonetos de cadeia curta como os aldeídos, que podem ser avaliados pelo valor de TBARS. Tais substâncias são as responsáveis pelo odor característico de ranço e conseqüentemente pela rejeição dos alimentos oxidados (DAMODARAN et al., 2007).

Devido ao elevado conteúdo de ácidos graxos poli-insaturados, os pescados são bastante suscetíveis a reações de oxidação lipídica durante seu armazenamento (HOSSEINI *et al.*, 2010), sendo, por isso, relevante a sua avaliação. O comportamento do TBARS ao longo

dos 180 dias de armazenamento da carne de raia liofilizada é apresentado na Tabela 11, juntamente com a equação de regressão linear, o  $R^2$  e R.

Tabela 11 – Valores de TBARS (mg malonaldeído/kg) da carne de raia liofilizada, durante o armazenamento em embalagens laminada e plástica.

Dias	TBARS (mg malonaldeído/kg)	
	Embalagem Laminada	Embalagem Plástica
0	1,86 <sup>Ba</sup> ± 0,04	1,86 <sup>Ba</sup> ± 0,04
15	2,35 <sup>Aa</sup> ± 0,18	1,56 <sup>BCDb</sup> ± 0,05
30	1,47 <sup>DEa</sup> ± 0,12	1,77 <sup>BCa</sup> ± 0,22
45	1,56 <sup>Da</sup> ± 0,05	1,49 <sup>CDa</sup> ± 0,13
60	1,08 <sup>Eb</sup> ± 0,04	1,35 <sup>ADa</sup> ± 0,12
90	1,22 <sup>CEb</sup> ± 0,03	1,46 <sup>CDa</sup> ± 0,04
150	1,39 <sup>CDa</sup> ± 0,01	1,44 <sup>CDa</sup> ± 0,13
180	1,14 <sup>Ea</sup> ± 0,05	1,06 <sup>Aa</sup> ± 0,07
Equação de regressão linear	$y = -0,0042x + 1,81$	$y = -0,0031x + 1,7254$
$R^2$	0,4064	0,6713
R	0,5547	-0,8193

Média seguida letra minúscula iguais não difere entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de *Tukey*. Médias seguidas por letras maiúsculas iguais não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de *Tukey*;  $R^2$  = Coeficiente de regressão linear; R = Coeficiente de correlação estatística; Fonte: Elaborada pela autora.

Ao final do estudo da estabilidade foi observado que houve efeito significativo do tempo de armazenamento ( $P \geq 0,05$ ), não havendo efeito significativo ( $P \geq 0,05$ ) do tipo de embalagem utilizada. Avaliando o quanto os dados obtidos são explicados em função do tempo, os mesmos revelam que o tipo de embalagem tem influência sobre os valores de TBARS, mostrando que 40,64% dos resultados obtidos para o produto embalado em embalagem laminada são explicados pela variação do tempo, enquanto que para o uso da embalagem plástica esse valor se eleva para 67,13%. Quanto maior o valor de  $R^2$ , maior a influência do tempo de armazenamento sobre o parâmetro analisado, e quanto menor, maior a influência de outros fatores que não o tempo.

Os resultados apresentaram uma tendência de redução do valor de TBARS, no entanto é sabido que o processo de oxidação lipídica é irreversível, podendo essa variação obtida ao longo do estudo da estabilidade ser atribuída ao fato de os lipídios em um alimento não serem distribuídos de modo homogêneo, uniforme, havendo partes com maiores teores e outras com menores, o que influencia os resultados.

A avaliação colorimétrica da carne de raia liofilizada obteve uma pequena variação em todos os parâmetros, sendo apresentado, em virtude da grande quantidade de dados, somente os resultados do início da estabilidade e do final, Tabela 12.

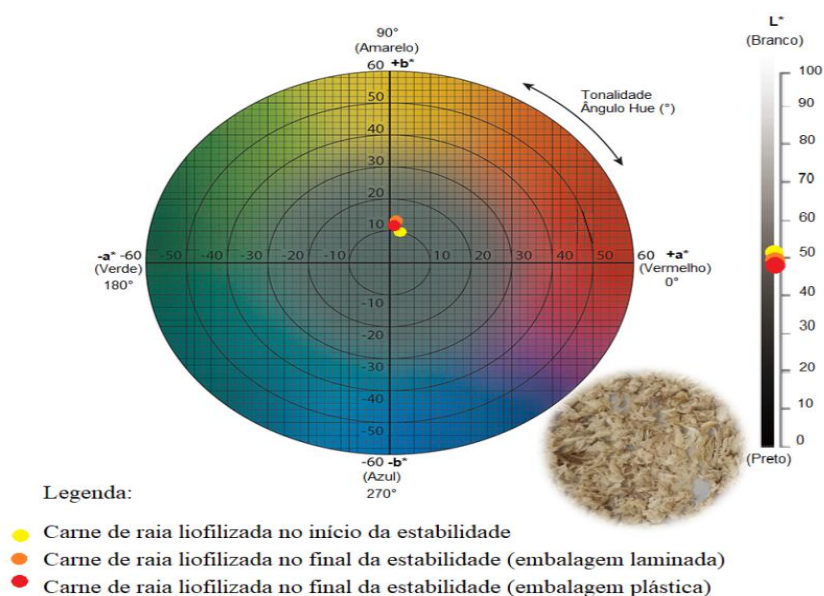
Tabela 12 – Avaliação colorimétrica da carne de raia liofilizada no início e ao final da estabilidade.

Parâmetro	Início da estabilidade (0 dias)	Final da estabilidade (180 dias)	
	Laminada / Plástica	Laminada	Plástica
L*	50,68 <sup>a</sup> ± 0,63	49,58 <sup>b</sup> ± 0,18	49,36 <sup>b</sup> ± 0,05
a*	1,20 <sup>a</sup> ± 0,11	0,28 <sup>b</sup> ± 0,02	0,22 <sup>b</sup> ± 0,02
b*	10,54 <sup>b</sup> ± 0,45	11,26 <sup>a</sup> ± 0,02	11,15 <sup>ab</sup> ± 0,13
C*	10,61 <sup>a</sup> ± 0,44	11,26 <sup>a</sup> ± 0,02	11,15 <sup>a</sup> ± 0,13
H <sub>0</sub> *	83,47 <sup>b</sup> ± 0,78	88,56 <sup>a</sup> ± 0,09	88,88 <sup>a</sup> ± 0,07

L\* - luminosidade; a\* - vermelho (+a\*) ao verde (-a\*); b\* - amarelo (+b\*) ao azul (-b\*), C\* - Chroma; H<sub>0</sub>\* - ângulo Hue. Média seguida letra minúscula iguais não difere entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de Tukey. Fonte: Elaborada pela autora.

A luminosidade (L\*) da carne de raia liofilizada ao longo do período de estabilidade apresentou alteração estatisticamente significativo ( $p \geq 0,05$ ), com decréscimo do valor ao final do tempo de armazenamento, não havendo diferenciação estatística significativa ( $p \geq 0,05$ ), quanto ao tipo de embalagem utilizada, firmando seus valores próximos ao centro da escala de luminosidade (50), região de transição do preto para o branco, mantendo-se na coloração opaca/acinzentada, como demonstrado na Figura 12.

Figura 12 – Avaliação colorimétrica da carne de raia liofilizada no início e ao final da estabilidade.



Fonte: Konica Minolta Sensing Americas, Inc., adaptada pela autora.

Na Tabela 13 é apresentado o coeficiente de correlação estatística (R) para os parâmetros de cor analisados para carne de raia liofilizada em função do tempo de armazenamento. É observado que o L\* do produto na embalagem laminada apresentou valor dentro da faixa de 0,70 a 0,89 caracterizando-se como uma correlação forte. O uso da embalagem plástica resultou, em uma correlação negativa moderada, dentro da faixa de -0,40 a -0,69, conforme classificação de Devore (2006).

Ao avaliar a equação de regressão linear e seu respectivo coeficiente de regressão ( $R^2$ ), foi observado que o tempo de armazenamento explica a variação do L\* em 17% e 29% para a embalagem laminada e plástica, respectivamente. A variação do L\* em 83% para o produto embalado em embalagem laminada decorreu de outro(s) fator(es) que não o tempo de armazenamento. Ao fazer uso da embalagem plástica esse valor reduz para 71% indicando que a exposição do produto à luz afeta o L\*, embora essa alteração não seja perceptível ao olho humano.

Tabela 13 – Análise da cor da carne de raia liofilizada em função do tempo de armazenamento.

Parâmetro	Equação de regressão linear		$R^2$		R	
	Laminada	Plástica	Lam.	Plás.	Lam.	Plás.
L*	$y = -0,005x + 49,489$	$y = 0,0079x + 49,787$	0,17	0,29	0,79	-0,42
a*	$y = 0,0047x + 1,0779$	$y = 0,0043x + 0,9882$	0,94	0,85	0,97	-0,92
b*	$y = 0,0031x + 10,326$	$y = 0,0032x + 10,44$	0,25	0,33	0,77	0,57
C*	$y = 0,0017x + 10,517$	$y = 0,0018x + 10,63$	0,10	0,17	0,68	0,41
H <sub>0</sub> *	$y = 0,0266x + 84,008$	$y = 0,0251x + 84,462$	0,93	0,83	0,97	0,91

L\* - luminosidade; a\* - vermelho (+a\*) ao verde (-a\*); b\* - amarelo (+b\*) ao azul (-b\*), C\* - Chroma; H<sub>0</sub>\* - ângulo Hue;  $R^2$  - coeficiente de regressão; R - correlação estatística. Fonte: Elaborada pela autora.

As coordenadas cromáticas a\* e H<sub>0</sub>\*, ambas com valores indicando tendência ao vermelho, apresentaram ao final da estabilidade valores estatisticamente iguais, ( $p \geq 0,05$ ) ao comparar o uso da embalagem laminada e plástica (Tabela 12). Ao avaliar os valores descritos na Tabela 13, foi observado que os referidos parâmetros apresentaram correlação muito forte como o tempo de armazenamento. As alterações que ocorram durante o armazenamento foram atribuídas ao tipo de embalagem em mais de 90% para a embalagem laminada e acima de 80% para a embalagem plástica, evidenciando que a embalagem laminada pode ter em sua composição algum elemento que degradou esses pigmentos como também a presença de oxigênio dentro da embalagem.

A coordenada cromática b\* apresentou valores positivos durante todo o período de avaliação, enquadrando o produto dentro do quadrante amarelo, Figura 12, mesmo tendo baixos



valores, estando localizados na zona acinzentada do ciclo colorimétrico. Os valores de R revelaram uma correlação moderada para o uso da embalagem plástica, e forte para a embalagem laminada, entre a degradação de  $b^*$  como o tempo de armazenamento. O uso de embalagem plástica favoreceu a degradação, sendo as condições de armazenamento responsáveis em 33%, 8% superior ao se comparar com a embalagem laminada. No entanto, o tempo de armazenamento obteve pouca influência, apresentando valores ao final da estabilidade próximo ao inicial.

A saturação da cor ( $C^*$ ) obteve alteração de 0,65 no produto armazenado em embalagem laminada e 0,54 na embalagem plástica. O tempo de armazenamento com  $C^*$  apresentou uma correlação moderada, independente da embalagem, e os valores obtidos são explicados em 10 e 17%, para a embalagem laminada e a plástica respectivamente, sendo atribuída essa alteração a outros fatores que não o tempo ou o tipo de embalagem.

Na avaliação das alterações sofrida no aroma do produto durante o tempo de armazenamento, um total de 51 compostos voláteis foram identificados na carne de raia recém liofilizada, e 53 após 180 dias de armazenamento, conforme exposto na Tabela 14.

Tabela 14 – Compostos voláteis ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) identificados na carne de raia liofilizada, tempo 0 (CI) e após 180 dias de armazenamento (CII) em embalagem laminada.

Compostos	IRlit <sup>c</sup>	IRcal <sup>c</sup>	CI ( $\mu\text{g}/\text{kg} \pm \text{SD}$ )	CII ( $\mu\text{g}/\text{kg} \pm \text{SD}$ )
<b>Aldeído (7)</b>				
Pentanal <sup>b</sup>	706	708	15,54 $\pm$ 1,18	nd
Hexanal <sup>b</sup>	802	802	316,13 $\pm$ 23,91	6,49 $\pm$ 1,71
Heptanal <sup>b</sup>	902	903	4,77 $\pm$ 0,40	7,98 $\pm$ 1,24
Benzaldeído <sup>b</sup>	960	960	42,07 $\pm$ 5,23	66,68 $\pm$ 7,97
Octanal <sup>b</sup>	1003	1004	3,70 $\pm$ 0,16	nd
Nonanal <sup>b</sup>	1103	1105	6,75 $\pm$ 0,24	5,50 $\pm$ 3,12
Decanal <sup>b</sup>	1205	1206	6,31 $\pm$ 0,28	6,56 $\pm$ 0,16
<b>Cetona (9)</b>				
3-Metil-2-pentanona	750	748	5,65 $\pm$ 0,60	nd
2-Butanona <sup>b</sup>	602	608	14,35 $\pm$ 1,34	47,31 $\pm$ 5,41
2-Heptanona <sup>b</sup>	892	892	8,06 $\pm$ 0,36	15,53 $\pm$ 1,26
Butirolactona <sup>b</sup>	924	927	nd	4,11 $\pm$ 0,20
6-Metil-5-hepten-2-ona <sup>b</sup>	989	989	58,65 $\pm$ 6,40	nd
Acetofenona	1065	1067	nd	5,22 $\pm$ 0,08
2-Nonanona <sup>b</sup>	1092	1093	nd	26,03 $\pm$ 2,18
2-Decanona <sup>b</sup>	1194	1194	nd	7,86 $\pm$ 1,50
2-Undecanona <sup>b</sup>	1294	1295	nd	67,09 $\pm$ 12,54

<b>Álcool (12)</b>				
1-Pentanol <sup>b</sup>	787	789	3,47 ± 0,12	4,25 ± 0,20
1-Hexanol <sup>b</sup>	872	869	11,42 ± 0,44	3,22 ± 0,93
2-Hexenol <sup>b</sup>	874	888	3,35 ± 0,12	nd
1-Octen-3-ol <sup>b</sup>	981	980	543,71 ± 29,14	319,82 ± 31,10
2-Etil hexanol <sup>b</sup>	1030	1030	nd	10,31 ± 1,42
(E)-2-Octenol <sup>b</sup>	1069	1070	3,70 ± 0,04	4,24 ± 0,95
3,7-Dimetil-3-octanol	1089	1099	nd	3,18 ± 0,02
Nonanol <sup>b</sup>	1186	1192	nd	3,55 ± 0,16
Undecanol <sup>b</sup>	1387	1391	nd	5,23 ± 0,96
2-metil-2-Octen-4-ol	1160	1153	nd	3,62 ± 0,20
Levomentol	1172	1173	3,77 ± 0,08	3,66 ± 0,72
2-Hexildecanol	1504	1509	nd	28,08 ± 2,39
<b>Aromático (25)</b>				
Tolueno <sup>b</sup>	780	788	3,79 ± 0,04	7,11 ± 0,16
Metilpirazina <sup>b</sup>	820	821	nd	5,63 ± 0,87
Etilbenzeno <sup>b</sup>	860	859	3,31 ± 0,04	4,02 ± 1,00
1,4-Dimetil benzeno <sup>b</sup>	862	867	nd	7,20 ± 1,24
m-Dimetilbenzeno <sup>b</sup>	888	892	19,02 ± 7,04	43,27 ± 5,14
Estireno <sup>b</sup>	891	891	3,02 ± 0,06	nd
α-Pineno <sup>b</sup>	932	933	7,28 ± 0,08	nd
Propilbenzeno <sup>b</sup>	953	953	29,51 ± 3,80	nd
1-Etil-3-metilbenzeno	960	961	53,75 ± 8,26	nd
Mesitileno <sup>b</sup>	994	993	171,10 ± 23,98	nd
1,2,4-Trimetilbenzeno	994	996	530,02 ± 49,84	10,45 ± 1,20
Trimetilpirazina <sup>b</sup>	1007	1004	nd	19,49 ± 0,89
3-Careno <sup>b</sup>	1010	1010	20,43 ± 2,80	nd
4-Careno	1018	1016	4,06 ± 0,20	nd
1,3-Dietil benzeno	1047	1049	5,41 ± 0,20	nd
α-Felandreno	1042	1058	nd	3,72 ± 0,81
2,6-Dietil pirazine <sup>b</sup>	1085	1090	nd	5,82 ± 0,32
Terpinoleno	1088	1088	1,08 ± 0,12	nd
2-Propionil tiofeno	1189	1202	nd	2,97 ± 0,04
Hidroxitolueno Butilado <sup>b</sup> (BHT)	1518	1521	1340,09 ± 199,22	703,58 ± 57,99
<b>Furans (2)</b>				
3-Metil furano <sup>b</sup>	620	629	2,11 ± 1,57	nd
2-Pentil furano <sup>b</sup>	992	992	nd	7,16 ± 0,12
<b>Ácido Carboxílico (10)</b>				
Butanoato de 2-Propila	820	804	nd	3,18 ± 0,07
Butanoato de etila	805	805	4,67 ± 0,16	nd
Hexanoato de metila <sup>b</sup>	927	927	14,17 ± 1,80	nd

2-metil pentanoato de etila	941	940	3,02 ± 0,01	3,11 ± 0,02
(E)-2-hexenoato de metila	953	967	44,50 ± 0,80	nd
Butanoato de butila	999	998	13,84 ± 0,24	2,90 ± 0,01
Hexanoato de etila	1001	1002	8,38 ± 0,12	3,42 ± 0,20
Etanoato de 2-etil-hexila	1149	1152	nd	6,92 ± 0,22
Octanoato de etila	1200	1199	nd	3,89 ± 0,18
Decanoato de etila <sup>b</sup>	1396	1396	nd	4,07 ± 0,28
<b>Hidrocarboneto (12)</b>				
Cumeno	961	961	89,64 ± 19,92	nd
Sabineno <sup>b</sup>	972	973	18,37 ± 1,20	nd
β-Pineno <sup>b</sup>	975	975	7,76 ± 1,04	nd
2,2,4,6,6-Pentametilheptano <sup>b</sup>	994	989	nd	34,48 ± 1,59
α-Terpineno <sup>b</sup>	1017	1016	13,86 ± 0,80	nd
p-Cimeno <sup>b</sup>	1024	1024	400,43 ± 79,69	nd
o-Cimeno	1024	1024	610,28 ± 119,53	nd
Limoneno <sup>b</sup>	1028	1028	3369,78 ± 112,22	72,35 ± 9,53
(Z)-Ocimeno <sup>b</sup>	1038	1044	nd	3,95 ± 0,20
β-Ocimeno	1040	1049	26,57 ± 3,15	nd
γ-Terpineno <sup>b</sup>	1058	1059	2059,56 ± 318,75	nd
3-Metilundecano	1170	1170	10,53 ± 2,39	11,47 ± 3,38
2,6-Dimetilundecano	1214	1214	nd	5,44 ± 0,08
2,9-Dimetilundecano	1233	1245	nd	9,27 ± 0,49
3-Metiltridecane	1370	1368	8,19 ± 0,24	6,53 ± 0,16
Octilciclohexano <sup>b</sup>	1437	1440	nd	103,15 ± 16,14
Decilciclohexano <sup>b</sup>	1656	1658	nd	7,90 ± 1,65
<b>Compostos contendo enxofre (2)</b>				
Dissulfeto dimetila <sup>b</sup>	770	779	9,91 ± 0,90	3,32 ± 0,04
Dissulfeto trimetila <sup>b</sup>	967	967	nd	2,85 ± 0,01
<b>Éster (1)</b>				
Benzoato de etila	1172	1172	10,12 ± 0,16	nd

CI – Carne de Raia recém liofilizada; CII – Carne de Raia 180 dia de armazenamento; <sup>b</sup>- Compostos voláteis encontrados em carnes no banco de dados da NIST: <https://webbook.nist.gov/>; **IRlit**<sup>c</sup> – índice de retenção da literatura em coluna apolar (HP5-MS); **IRcal**<sup>c</sup> – índice de retenção calculado em coluna apolar (HP5-MS); Fonte: Elaborada pela autora.

Os compostos foram classificados em 9 grupos de acordo com suas propriedades gerais e estrutura química, incluindo aldeídos (7), cetonas (9), álcool (12), compostos aromáticos (25), furanos (2), ácidos carboxílicos (10), hidrocarbonetos (12), compostos contendo enxofre (2) e éster (1).

Durante o armazenamento foram observadas degradação e formação de compostos, sendo que 27 compostos foram perdidos, não sendo identificados ao final do armazenamento,

representando uma perda na ordem de 52,94%. Dentre os grupos, a maior perda ocorreu nos hidrocarbonetos, dentre os quais o  $\gamma$ -terpineno, o-Cimeno e limoneno foram os principais. Os mesmos são da classe dos hidrocarbonetos terpênico. O  $\gamma$ -terpineno e o limoneno são monoterpenos, de baixa massa molecular, configurando volatilidade acentuada (FELIPE & BICAS, 2017), justificando a maior perda observada.

Em termo de formação de compostos voláteis durante o armazenamento da carne de raia liofilizada, foi observada a formação de compostos como cetonas (Acetofenona, 2-Nonanona, 2-Decanona, 2-Undecanona), álcoois (2-Etil hexanol, 3,7-Dimetil-3-octanol, Nonanol, Undecanol, 2-metil-2-Octen-4-ol, 2-Hexildecanol), compostos aromáticos (Metilpirazina, 1,4-Dimetil benzeno, Trimetilpirazina,  $\alpha$ -Felandreno, 2,6-Dietil pirazine, 2-Propionil tiofeno), furano (2-Pentil furano), ácidos carboxílicos (Butanoato de 2-Propila, Etanoato de 2-etil-hexila, Octanoato de etila, Decanoato de etila), hidrocarbonetos (2,2,4,6,6-Pentametilheptano, (Z)-Ocimeno, 2,6-Dimetilundecano, 2,9-Dimetilundecano, Octilciclohexano, Decilciclohexano) e composto contendo enxofre (Dissulfeto trimetila), totalizando 29 novos compostos, representando 54,71% dos compostos voláteis presentes na carne armazenada por 180 dias.

Alguns desses compostos identificados, tais como acetofenona, 2-nonanona, 2-decanona, 2-undecanona são considerados produtos secundários da oxidação de álcoois. Butanoato de 2-propila, etanoato de 2-etil-hexila, octanoato de etila, decanoato de etila são considerados produtos da oxidação dos aldeídos. De acordo com Franco (2004) os compostos voláteis do aroma são, em sua maioria, substâncias termolábeis, sujeitas a rearranjos, ciclizações e oxidações quando submetidas a qualquer aumento de temperatura ou mudanças físico-químicas. São atribuídas aos compostos oxigenados (álcoois, aldeídos, cetonas, esteris) as principais características aromáticas dos alimentos, por serem mais estáveis.

Outro ponto bastante interessante acerca dos compostos voláteis observados na carne de raia no início e final do tempo de armazenamento é a presença de compostos contendo enxofre, sendo o dissulfeto de dimetila degradado e o dissulfeto de trimetila formado. A quantificação da concentração dos voláteis com enxofre é considerada de grande importância para o aroma de pescado em geral. Estes compostos apresentam limites de detecção extremamente baixos e aromas bem potentes e característicos (odor pútrido), tendendo, a dominar o aroma total do produto no qual estão presentes. Em pescado, a origem dos compostos contendo enxofre está geralmente relacionada à degradação direta de aminoácidos sulfurados (cistina, cisteína e metionina) (CONTRERAS-GUZMÁN, 1994; OGAWA E MARIA, 1999), podendo ser em decorrência de reações oxidativas.

Com o intuito de conferir uma maior validação dos dados obtidos no estudo da estabilidade, o comportamento higroscópico da carne de raia liofilizada foi avaliado por meio das isothermas de adsorção. Tal avaliação tem por finalidade informar a respeito da estocagem desse produto, dentre os quais podem-se destacar: o tempo de comercialização e as melhores condições de armazenamento e embalagem. Também é importante para predizer as características finais de um produto, quando o mesmo for adicionado de ingredientes com diferentes valores de atividade de água.

Os dados de adsorção de umidade para a carne de raia liofilizada, obtidos a 25, 30, 35 e 40 °C, são apresentados na Tabela 15. Pedro *et al.* (2010); Moreira *et al.* (2013); Oliveira *et al.* (2013); Oliveira, Costa e Afonso (2014) e Rocha *et al.* (2014) consideraram um modelo com ajuste aceitável quando apresenta erros médios relativos (E (%)) inferior a 10%. Labuza *et al.* (1985) informam que um modelo matemático com E (%) inferior a 5% tem uma representação de isothermas extremamente boa.

Tabela 15 - Resultados dos ajustes das isothermas de adsorção da carne de raia liofilizada.

Modelos	Parâmetros	25 °C	30 °C	35 °C	40 °C	Média E (%)
GAB	$X_m$	0,0986	0,1091	0,1258	0,1614	
	C	2,7385	2,2965	1,7535	1,1195	
	K	0,9541	0,9463	0,9336	0,9084	
	R <sup>2</sup>	0,9999	0,9990	0,9995	0,9988	
	E (%)	0,7859	0,2645	2,3758	4,8437	2,0675
BET	$X_m$	0,0814	0,0879	0,0966	0,1092	
	C	4,2881	3,5169	2,6680	1,8259	
	n	24,8637	22,6980	20,3684	17,9908	
	R <sup>2</sup>	0,9997	0,9999	0,9998	0,9994	
	E (%)	2,4779	1,3717	1,0303	3,5941	2,1185
Henderson	a	0,7613	0,7646	0,7566	0,7323	
	b	3,3149	3,2184	3,0879	2,9177	
	R <sup>2</sup>	0,9967	0,9975	0,9979	0,9979	
	E (%)	8,3131	7,4862	7,3936	8,1134	7,8266
Oswin	a	0,1357	0,1413	0,1459	0,1482	
	b	0,7266	0,7324	0,7460	0,7745	
	R <sup>2</sup>	0,9999	0,9999	0,9990	0,9977	
	E (%)	1,0666	1,7473	2,8643	4,1356	2,4534

$X_m$  - conteúdo de umidade na monocamada molecular (g de água por g de sólidos secos); R<sup>2</sup> - coeficiente de determinação; E (%) - erro médio relativo; C, K - constante de sorção da camada molecular; n - número de camadas moleculares; a, b - parâmetros de ajuste dos modelos.

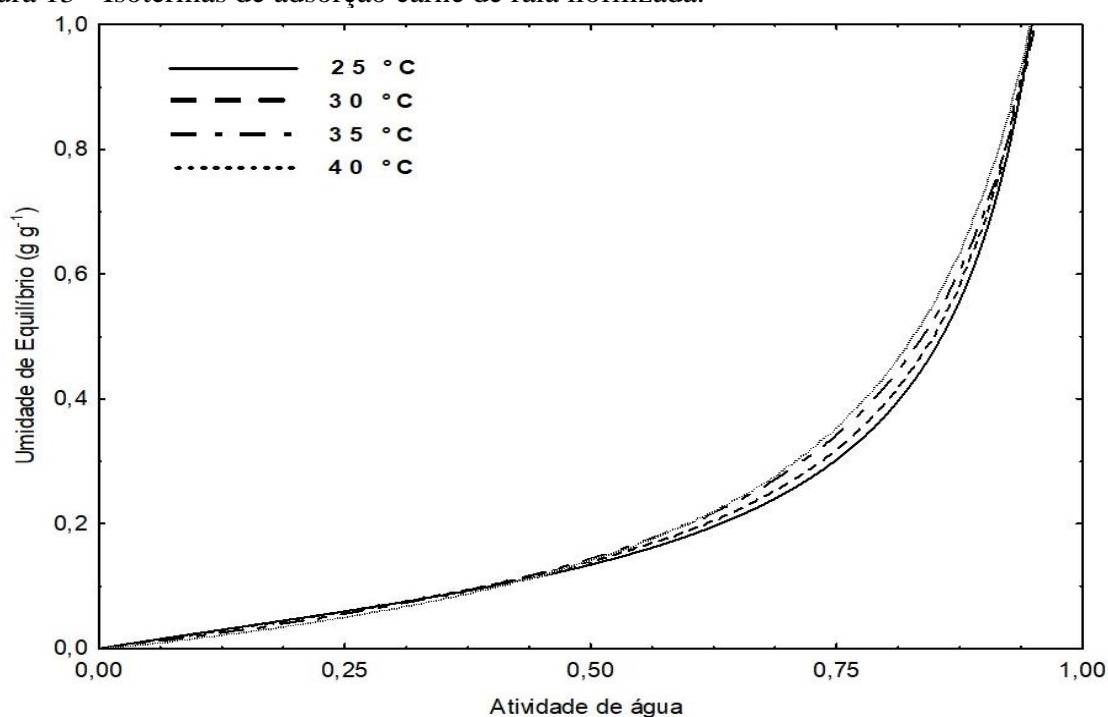
Tomando como referência o valor do E (%) e do coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para escolher o modelo matemático com melhor ajuste para a carne de raia liofilizada, se tem o modelo de GAB como o melhor, com uma menor média de E (%). A média dos E (%) foi utilizada no intuito de uniformizar os dados, uma vez que há variação dos valores com a alteração da temperatura, sem haver uma linearidade.

O modelo de BET e Oswin obtiveram uma boa representatividade, com valores de médios de E (%) de 2,1185 e 2,4534, respectivamente, e  $R^2$  superior a 0,99 em ambos os modelos e temperaturas.

Segundo Pavan *et al.* (2012), os modelos de GAB e BET baseiam-se no conceito de umidade na monocamada, um parâmetro importante para avaliação da estabilidade dos alimentos. O conteúdo de umidade na monocamada ( $X_m$ ) expressa em g de  $H_2O.g^{-1}$  de matéria seca e corresponde à quantidade de água na monocamada, ou seja, fortemente adsorvida a sítios específicos na superfície dos alimentos, não participa de reações, é de difícil eliminação pela secagem e também não é congelável por estar fortemente ligada ao produto (ALVES *et al.*, 2015). É considerado um valor crítico, acima do qual as taxas de algumas reações de degradação aumentam e a estabilidade da matriz alimentar diminui (COMUNIAN *et al.*, 2011; OLIVEIRA *et al.*, 2013).

As isotermas de adsorção são apresentadas na Figura 13, evidenciando o efeito da temperatura. Observou-se que a variação na umidade de equilíbrio foi linear até uma  $a_w$  de 0,6, aumentando exponencialmente a partir deste valor. Isso indica que o produto requer maiores cuidados ao ser manipulado ou armazenado em ambientes com umidades relativas superiores a 60%, pois estará mais susceptível à umidificação, e em função do nível de  $a_w$  atingido, mais propício a deteriorações causadas por reações indesejáveis ao desenvolvimento de microrganismos.

Figura 13 - Isotermas de adsorção carne de raia liofilizada.



Fonte: Elaborada pela autora.

#### 4.4 Conclusão

A carne de raia liofilizada manteve a estabilidade no que se refere à umidade e à atividade de água nas condições estudadas do trabalho. As embalagens utilizadas conferiram uma boa barreira ao ganho de umidade do produto. O produto até 180 dias de armazenamento pode ser considerado seguro em razão da baixa atividade de água e ausência de microrganismos. O tempo não é um fator determinante na cor do produto, sendo as alterações ocorridas por outros fatores.

O tipo de embalagem foi um fator mais determinante que o tempo de armazenamento na estabilidade da carne de raia liofilizada, sendo a embalagem laminada mais eficaz para o aumento do tempo de comercialização do produto, embora não tenha tido expressiva diferença da embalagem plástica, podendo se optar pela de menor valor comercial.

Durante o tempo de armazenamento o produto teve maior acréscimo (54,71%) de compostos voláteis do que perda (52,94%), apresentando após 180 dias de armazenamento um novo perfil de compostos voláteis.

O modelo de GAB foi o que melhor ajustou os dados das isotermas de adsorção da carne de raia liofilizada, onde em  $a_w$  inferior a 0,6 a umidade de equilíbrio é linear, e acima desse limite há aumento exponencial da umidade de equilíbrio.

## **5 EFEITO DA ADIÇÃO DE RAIA LIOFILIZADA NA FORMULAÇÃO DE BISCOITO TIPO SALGADO**

### **5.1 Introdução**

Segundo os dados da FAO (2018) referentes ao ano de 2015, o consumo mundial de pescado per capita foi registrado em 20,2 kg, e para América Latina, grupo em que o Brasil está inserido, o consumo registrado foi de 9,8 kg/hab/ano, abaixo do valor recomendado para a manutenção da boa saúde (12 kg/hab/ano). Tais resultados sugerem a necessidade de um maior esforço/estímulo para o consumo de pescado por parte dos brasileiros e demais latino-americanos.

A produção de 1,36 milhão de toneladas em 2018 levou o Brasil a ocupar o quarto lugar no ranking global dos fabricantes de biscoitos. Entre os cerca de 200 tipos disponíveis nas gôndolas dos mercados, os mais consumidos foram os biscoitos secos doces, com 39% do total, correspondente a 452,4mil toneladas, seguidos dos salgados, com 33% (382,9 mil toneladas) e os recheados, com 19,5% (225,6 mil toneladas), resultando em um consumo per capita/ano de 5,55 kg/hab (ABIMAPI, 2019).

Muitos produtos de confeitaria são usados como veículos para incorporação de nutrientes e compostos bioativos. Entre estes, os biscoitos se destacam pelas facilidades tecnológicas que propiciam ao comportarem grande variedade de ingredientes e formulações, assim como grande flexibilidade quanto a matérias-primas e características do produto final (MARETI; GROSSMANN; BENASSI, 2010). A adição de outros ingredientes para incrementar o valor nutricional do biscoito se faz necessária para atender à complementação nutricional da população brasileira, a qual, em geral, possui deficiência calórico-proteica (FEDDERN; DURANTE; MIRANDA 2011).

Diversos estudos vêm sendo realizados visando incrementar o valor nutricional de biscoitos com adição de pescado. Rebouças, Rodrigues e Castro (2012) elaboraram biscoito salgado com adição de concentrado proteico de peixe, Haj-Isa e Carvalho (2011) desenvolveram biscoitos, tipo salgado, enriquecidos pela adição de merluza, Mohamed *et al.* (2014) avaliaram o efeito nutricional da incorporação de concentrado proteico de peixe na fabricação de biscoitos, Abraha *et al.* (2018) adicionaram filé de esturjão em pó (*Acipeneser sinensis*), Nascimento *et al.* (2019) avaliaram a adição de surimi e tomate em pó na aceitação de biscoito salgado.



O pescado como alimento, estando a raia incluída, se destaca pela qualidade e quantidade de suas proteínas e aminoácidos essenciais, além da presença de vitaminas, minerais e, principalmente, pelos seus ácidos graxos essenciais (da família ômega 3) (SANTONI; AMANCIO, 2012). A adição de carne de raia em biscoito, produto de elevado consumo, é uma forma de estimular o consumo de pescado e com isso se aproximar do valor recomendado pela FAO.

Este trabalho teve por objetivos adicionar carne de raia liofilizada em biscoitos, e realizar a caracterização física, microbiológica e sensorial, verificando a intenção de compra dos consumidores.

## 5.2 Material e Métodos

### 5.2.1 Obtenção da raia liofilizada

A matéria-prima utilizada foi a descrita no capítulo 3, subitem 3.2.1. liofilizada nas condições descritas no capítulo 4, subitem 4.2.1. A amostra foi triturada em almofariz e peneirada em uma peneira com abertura de 500 µm para padronizar o pó e facilitar a incorporação na massa dos biscoitos.

### 5.2.2 Elaboração do biscoito com carne de raia liofilizada

Foram elaboradas 4 formulações, conforme a Tabela 16.

Tabela 16 - Concentração de insumos das formulações de biscoitos tipo salgado adicionado com diferentes proporções de carne de raia liofilizada.

Ingrediente	g*	Formulações (%)**			
		F0*	F1	F2	F3
Farinha de trigo	40	100	100	100	100
Carne de raia liofilizada	0, 2, 4 e 6	0	5	10	15
Margarina	15	37,5	37,5	37,5	37,5
Água	10	25	25	25	25
Açúcar	2	5	5	5	5
Gema de ovo (in natura)	2	5	5	5	5
Fermento químico	2	5	5	5	5
Sal	0,5	1,25	1,25	1,25	1,25
Tempero desidratado (salsa, cebola e alho)	1	2,5	2,5	2,5	2,5

F1: Formulação com 5% de carne de raia; F2: Formulação com 10% de carne de raia; F3: Formulação com 15% de carne de raia. \*Haj-Isa e Carvalho (2011); \*\* Em relação à farinha de trigo. Fonte: Elaborada pela autora.

Foi preparada uma formulação base (F0) a qual foi adicionado 5 (F1), 10 (F2) e 15% (F3) de carne de raia liofilizada. Tais porcentagens foram baseadas no trabalho de Costa *et al.*, (2019) no qual foi relatado que a adição superior a 15% de pescado desidratado confere ao produto sabor mais forte que o ideal.

Os insumos foram misturados a fim de se obter uma massa homogênea e lisa. A massa foi então espalhada com ajuda de um rolo até a obtenção de uma fina camada de aproximadamente 3 mm. Foi realizado o corte da massa em formato redondo, de aproximadamente 30 mm de raio. Os biscoitos foram levados para um forno elétrico por 15 minutos a 220 °C sendo, em seguida, resfriados e armazenados em potes hermeticamente fechados.

### **5.2.3 Caracterização analítica dos biscoitos**

Foram realizadas determinações pré e pós-cocção dos biscoitos para determinar perda de massa, rendimento, fator térmico, diâmetro, espessura e fator de expansão, conforme procedimentos descritos no macro método 10-50D da AACC (1995). Para análise da perda de massa, os biscoitos foram pesados antes e depois da cocção em balança digital da marca SHIMADZU, modelo AY220. A espessura e o diâmetro pré e pós-cocção foram determinados por meio de paquímetro digital da marca PANTEC METROLOGIA DIMENSIONAL, modelo 11108GP – 200, conforme fabricante, e o fator de expansão foi determinado pela razão entre os valores de diâmetro e espessura dos biscoitos pós-cocção.

A força de cisalhamento também foi avaliada utilizando um texturômetro TAXT.Plus Texture Analyser, auxiliado pelo software XTRAD. Para isso, quinze amostras de cada formulação foram cisalhadas por uma lâmina tipo Warner-Bratzler, com as seguintes condições de trabalho: velocidade do pré-teste = 2,0 mm.s<sup>-1</sup>; pós-teste = 10 mm.s<sup>-1</sup>; teste = 2,0 mm.s<sup>-1</sup> e distância de 25 mm, tendo como referência o trabalho de Moraes *et al.* (2010).

A atividade de água, a umidade e a proteína foram determinadas conforme descrito no capítulo 3, subitem 3.2.4.

### **5.2.4 Caracterização microbiológica dos biscoitos**

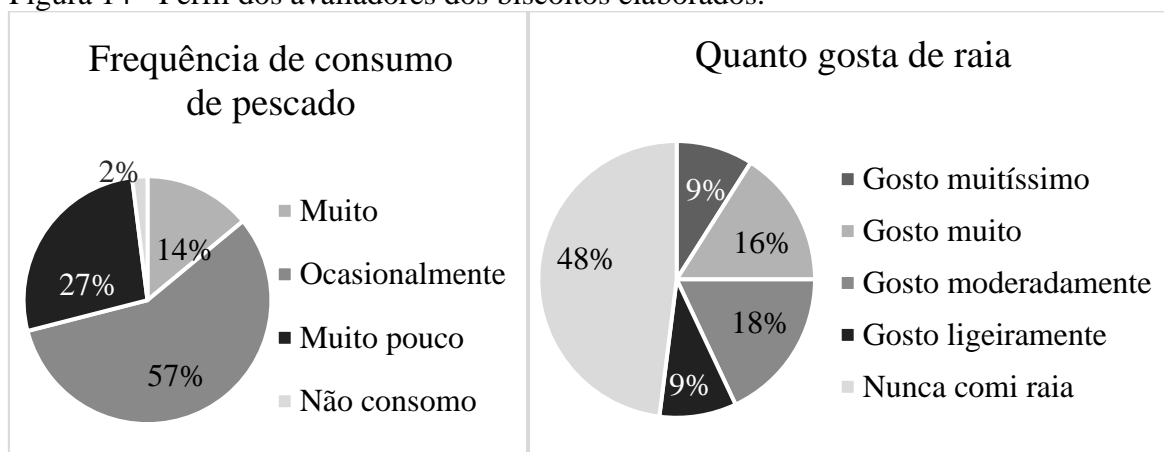
Os biscoitos, após assados e estocados em temperaturas ambientes, foram submetidos às análises microbiológicas de coliformes a 35 e 45 °C, bolores e leveduras, *Salmonella* spp. e Estafilococos coagulase positiva (BRASIL, 2001).

### 5.2.5 Avaliação sensorial dos biscoitos

A avaliação sensorial foi realizada no Laboratório de Controle de Qualidade e Secagem da Universidade Federal do Ceará, em cabines individuais. O protocolo experimental foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal do Ceará, Parecer nº 3.098.599, por atender às exigências de proteção e privacidade dos voluntários, mediante termos de consentimento livre e esclarecido (apêndice A).

Foram recrutados 100 provadores não treinados (voluntários), do gênero masculino e feminino, e maiores de 18 anos. Ao analisar as Ficha de Identificação do Provador, foi realizado o levantamento do perfil da população de provadores sendo obtido que 52% dos provadores foram do sexo masculino e 48% feminino, com faixa etária predominante de 18 a 25 anos (79%). Ao serem questionados quanto ao consumo de pescado, 57% dos avaliadores responderam que consomem ocasionalmente, 27% consomem muito pouco, 14% consomem muito e 2% não consomem pescado, Figura 14.

Figura 14 - Perfil dos avaliadores dos biscoitos elaborados.



Fonte: Elaborada pela autora.

As amostras, com uma unidade de biscoito de cada formulação, foram servidas em bandejas codificadas com números aleatórios de 3 (três) dígitos. Foram realizados testes afetivos com análise de aceitação e usando a escala do ideal, intenção de compra, além do teste de ordenação de preferência, conforme a ficha apresentada no apêndice B.

O teste de aceitação avaliou os atributos de sabor, aroma, cor, textura e aceitação global das amostras, por meio de escala hedônica de 9 (nove) pontos (1 = desgostei muitíssimo; 5 = nem gostei, nem desgostei e 9 = gostei muitíssimo) proposta por Peryam e Pilgrim (1957).

O Índice de Aceitação (IA) dos biscoitos foi avaliado por meio da seguinte equação (TEIXEIRA *et al.*, 1987):

$$IA \% = \frac{\text{média hedônica do atributo aceitação global}}{9} * 100 \quad (1)$$

No teste usando a escala do ideal foram avaliados os atributos de sabor e aroma usando escala de 9 (nove) pontos (+4 = Extremamente mais forte que o ideal e -4 = Extremamente menos forte que o ideal) e no centro da escala o termo “ideal”, correspondente a 0 (zero) (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008). Os resultados também foram avaliados por análise de regressão linear simples entre a média dos valores atribuídos pelos consumidores e a porcentagem de carne de raia de cada amostra, conforme sugerido por VICKERS (1988).

Para avaliação da atitude de compra do provador, foi utilizado uma escala de 5 (cinco) pontos (1 = certamente não compraria; 3 = tenho dúvida se compraria e 5 = certamente compraria) (MEILGAARD; CIVILLE; CARR, 1999).

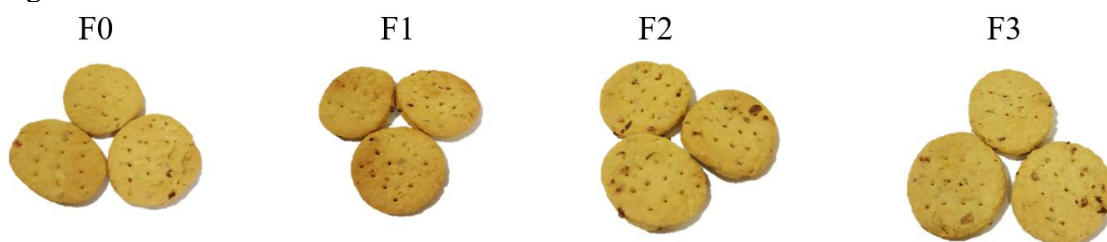
### 5.2.6 Análise estatística

Realizada conforme descrita no capítulo 3, subitem 3.2.5.

## 5.3 Resultados e Discussão

Fotos dos biscoitos salgados elaborados com diferentes concentrações de carne de raia liofilizada estão apresentados na Figura 15.

Figura 15 - Biscoitos elaborados com carne de raia liofilizada.



F0: sem adição de carne de raia; F1: Formulação com 5% de carne de raia; F2: Formulação com 10% de carne de raia; F3: Formulação com 15% de carne de raia. Fonte: Elaborada pela autora.

Os resultados da avaliação física das amostras de biscoitos estão demonstrados na Tabela 17. A adição da carne de raia liofilizada na formulação dos biscoitos não resultou em diferença significativa ( $p \geq 0,05$ ) na massa final do produto, constatando a uniformidade dos biscoitos.

Tabela 17 - Efeito físico da adição de pescado na formulação do biscoito pós-cocção.

Determinações	Formulações			
	F0	F1	F2	F3
Massa (g)	2,59 <sup>a</sup> ±0,16	2,69 <sup>a</sup> ±0,26	2,58 <sup>a</sup> ±0,06	2,79 <sup>a</sup> ±0,34
Perda de massa (%)	25,47 <sup>ab</sup> ±0,43	25,07 <sup>b</sup> ±0,8	25,91 <sup>ab</sup> ±0,16	25,85 <sup>a</sup> ±0,26
Rendimento (%)	74,52 <sup>ab</sup> ±0,43	74,93 <sup>a</sup> ±0,80	74,09 <sup>ab</sup> ±0,16	74,14 <sup>b</sup> ±0,26
Fator térmico	0,74 <sup>ab</sup> ±0,00	0,74 <sup>a</sup> ±0,01	0,74 <sup>ab</sup> ±0,00	0,74 <sup>b</sup> ±0,01
Diâmetro (cm)	3,16 <sup>b</sup> ±0,09	3,16 <sup>b</sup> ±0,15	3,37 <sup>ab</sup> ±0,08	3,38 <sup>a</sup> ± 0,11
Espessura (cm)	0,56 <sup>ab</sup> ±0,08	0,60 <sup>b</sup> ±0,05	0,61 <sup>ab</sup> ±0,05	0,51 <sup>b</sup> ±0,04
Fator de expansão	5,74 <sup>b</sup> ±0,94	5,33 <sup>b</sup> ±0,65	5,53 <sup>ab</sup> ±0,37	6,63 <sup>a</sup> ±0,53
Força de cisalhamento (N)	0,06 <sup>d</sup> ±0,01	0,12 <sup>c</sup> ±0,01	0,24 <sup>b</sup> ±0,04	0,36 <sup>a</sup> ±0,05

F0: sem adição de carne de raia; F1: Formulação com 5% de carne de raia; F2: Formulação com 10% de carne de raia; F3: Formulação com 15% de carne de raia. Média seguida letra minúscula iguais não difere entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de *Tukey*. Fonte: Elaborada pela autora.

Foi observado que, após o forneamento, cada formulação perdeu aproximadamente 25% de sua massa, perda essa atribuída à evaporação da água durante o forneamento. Apesar de a análise estatística apresentar diferença significativa ( $p \geq 0,05$ ), não houve notória diferença entre as amostras em relação massa, perda de massa, rendimento, fator térmico e diâmetro. Haj-Isa e Carvalho (2011), ao avaliarem as propriedades físicas de biscoitos, tipo salgado, enriquecidos pela adição de merluza também não tiveram diferença entre as amostras nos referidos atributos.

Ao avaliar o efeito da adição de carne de raia liofilizada sobre a força de cisalhamento dos biscoitos, foi observado que a mesma obteve influência significativa ( $p \geq 0,05$ ) na textura dos biscoitos, fazendo-se necessário uma maior força à medida que aumentou a concentração de carne de raia, sugerindo serem produtos com maiores níveis de dureza. McWaters *et al.*, (2003) atribuíram a textura mais dura em biscoitos ao aumento do conteúdo de proteína e sua interação durante o desenvolvimento da massa e seu assamento.

De acordo com a RDC n° 12 de 2001 da ANVISA, aplicada para alimentos prontos para oferta ao consumidor, os biscoitos elaborados estão incluídos no item “10, f) bolachas e biscoitos, sem recheio, com ou sem cobertura, incluindo pão de mel, cookies e similares”. A referida resolução estabelece um padrão microbiológico de um máximo de 10,0 NMP/g de coliformes a 45 °C, 5,0 x10<sup>2</sup> NMP/g de estafilococos coagulase positiva e ausência de *Salmonella* ssp. em 25 g da amostra (BRASIL, 2001). A Tabela 18 mostra que o perfil microbiológico dos biscoitos elaborados atendeu ao estabelecido na resolução, estando aptos para aplicação da análise sensorial.

Tabela 18 - Perfil microbiológico dos biscoitos elaborados com adição de carne de raia.

Determinações	Formulações			
	F0	F1	F2	F3
Coliformes à 35 °C (NMP/g)	< 0,3	< 0,3	< 0,3	< 0,3
Coliformes à 45 °C (NMP/g)	< 0,3	< 0,3	< 0,3	< 0,3
Bolores e leveduras (UFC/g)	< 1x10 <sup>2</sup>	< 1x10 <sup>2</sup>	< 1x10 <sup>2</sup>	< 1x10 <sup>2</sup>
Estafilococos coagulase positiva (UFC/g)	< 1x10 <sup>2</sup>	< 1x10 <sup>2</sup>	< 1x10 <sup>2</sup>	< 1x10 <sup>2</sup>
<i>Salmonella ssp</i>	Ausente em 25 g			

F0: sem adição de carne de raia; F1: Formulação com 5% de carne de raia; F2: Formulação com 10% de carne de raia; F3: Formulação com 15% de carne de raia. Fonte: Elaborada pela autora.

Com a finalidade de garantir a segurança microbiológica dos biscoitos, foi analisada a atividade de água ( $a_w$ ), uma vez que a mesma interfere no desenvolvimento microbiano. Os biscoitos apresentaram médias de  $a_w$  significativamente diferentes entre si: F0:  $0,45^c \pm 0,00$ ; F1:  $0,39^b \pm 0,00$ ; F2:  $0,45^c \pm 0,00$  e F3:  $0,55^a \pm 0,00$ . Em todas as formulações o valor de  $a_w$  não foi propício ao desenvolvimento microbiano, para o qual se tem adotado um mínimo de 0,6.

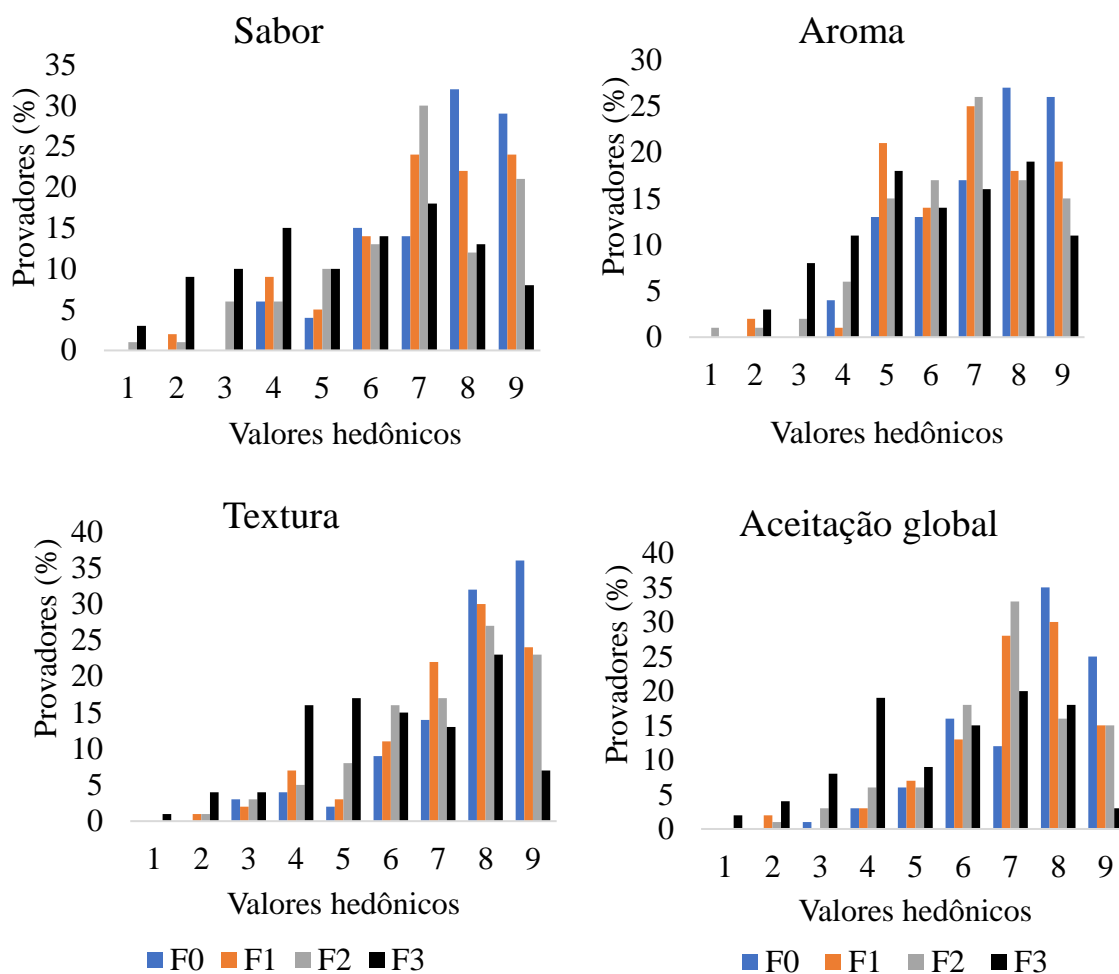
A adição da carne de raia teve por finalidade fazer uso de biscoito como veículo de proteínas de pescados, em virtude de o brasileiro consumir menos pescado que a média mundial e o recomendado pela FAO. A oferta e a diversificação de produtos adicionados de pescado poderão incentivar o consumo dessa matéria-prima. Nesta pesquisa o incremento de 5, 10 e 15% de carne de raia acrescentou em 2,87, 5,97 e 12,77% o teor de proteínas dos biscoitos, respectivamente, comparando com a formulação F0, que obteve 2,78% de proteína. A adição de apenas 5% de carne de raia liofilizada foi suficiente para duplicar o valor proteico do biscoito, se mostrando uma fonte de proteína de elevado impacto nutricional.

Outro aspecto abordado no perfil dos avaliadores foi o quanto eles gostam de raia, obtendo-se como resposta que 48% relataram nunca terem comido raia, 18% informaram gostar moderadamente, 16% “gosto muito”, 9% “gosto muitíssimo” e “gosto ligeiramente”. O elevado percentual no “nunca comi raia” surpreendeu por se tratar de uma região litorânea, que tem como prato típico da culinária das praias cearenses a moqueca de raia. Rocha (2003) aponta como iguarias bastante conhecidas e apreciadas na gastronomia do litoral cearense peixe à delícia, ao molho de camarão, na telha, camarão ao alho e óleo, lagosta ao alho e óleo, moqueca de raia, caranguejo, caranguejada, casquinha de caranguejo, atolado de caranguejo, patinha de caranguejo e ostra.

A Figura 16 revela a aceitação dos provadores quanto aos 4 atributos avaliados nos biscoitos: sabor, aroma, textura e aspecto global. De uma maneira geral, pode-se dizer que mais

de 50% dos provadores atribuíram valores hedônicos acima de 5 (não gosto, nem desgosto) para todos os atributos em ambas as formulações. Com o teste da escala hedônica, o provador expressa o grau de aceitação ou rejeição de um determinado produto, de forma globalizada ou em relação a um atributo específico (BRASIL, 2005).

Figura 16 - Resultado do teste afetivo aplicado nos biscoitos elaborados.



F0: sem adição de carne de raia; F1: Formulação com 5% de carne de raia; F2: Formulação com 10% de carne de raia; F3: Formulação com 15% de carne de raia. Fonte: Elaborada pela autora.

Na Tabela 19 estão apresentadas as médias dos valores hedônicos atribuídas no teste afetivo de escala hedônica quanto à aceitação dos atributos sabor, aroma, textura e aceitação global.

Tabela 19 – Médias das notas atribuídas no teste afetivo de escala hedônica.

Amostras/Atributos	Formulações			
	F0	F1	F2	F3
Sabor	7,49 <sup>a</sup> ± 1,45	7,09 <sup>ab</sup> ± 1,68	6,68 <sup>b</sup> ± 1,88	5,47 <sup>b</sup> ± 2,23
Aroma	7,28 <sup>a</sup> ± 1,50	6,87 <sup>ab</sup> ± 1,58	6,63 <sup>bc</sup> ± 1,70	6,11 <sup>b</sup> ± 1,93
Textura	7,67 <sup>a</sup> ± 1,53	7,27 <sup>a</sup> ± 1,62	7,09 <sup>a</sup> ± 1,69	5,98 <sup>b</sup> ± 1,94
AG	7,45 <sup>a</sup> ± 1,43	7,14 <sup>ab</sup> ± 1,45	6,80 <sup>b</sup> ± 1,57	5,67 <sup>b</sup> ± 1,97

F0: sem adição de carne de raia; F1: Formulação com 5% de carne de raia; F2: Formulação com 10% de carne de raia; F3: Formulação com 15% de carne de raia. AG = Aceitação Global. Média seguida por letras minúsculas iguais não difere entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de *Tukey*. Fonte: Elaborada pela autora.

Para todos os atributos avaliados, a formulação F0 foi a que obteve maior média, não havendo diferença significativa ( $p \geq 0,05$ ) da F1, indicando que 5% de carne de raia não difere do biscoito F0. Maiores valores hedônicos à formulação F0 também foram atribuídas ao avaliar a adição de surimi e tomate em pó na aceitação de biscoito salgado por Nascimento *et al.* (2019). Formulações utilizadas para produção de biscoitos suplementados com filé de esturjão em pó (*Acipeneser sinensis*) (5, 7 e 10%) após avaliação sensorial não mostraram diferença significativa entre o F0 e as formulações experimentais (ABRAHA *et al.*, 2018).

No atributo aceitação global, houve maior distribuição entre os níveis da escala hedônica e uma maior divergência entre os resultados das formulações, variando entre 5 (não gostei, nem não gostei) e 7 (gostei moderadamente). Foram obtidas valores hedônicos entre 6 - 9, sendo 88, 86, 82 e 56% para as formulações F0, F1, F2 e F3, respectivamente, indicando que a aceitação do biscoito foi reduzindo com o aumento da porcentagem de carne de raia e que biscoitos com adição de carne de raia superior a 15% não foi bem aceito.

Ao aplicar a média hedônica na Equação 1 para avaliar o IA, foi obtido um resultado de 79,36% para F1, 75,62% para F2 e 63,03% para F3. De acordo com Teixeira *et al.* (1987 apud BASTOS, PAULO e CHIARADIA, 2014), para que um produto seja considerado como aceito, em termos de suas propriedades sensoriais, é necessário que obtenha um IA de no mínimo 70%. O gradual aumento da porcentagem de carne de raia reduziu o IA dos biscoitos, sendo a F3 classificada como “não aceita”.

Valores semelhante e inferiores de IA obtidos foram relatados por Goes *et al.* (2015) ao aplicar 9% de tilápia, salmão, atum e sardinha desidratados em formulações de extrusados. Os referidos autores obtiveram valores de IA de 78,07% para o extrusado adicionado de tilápia, 72,40% com adição de salmão, 57,19% ao utilizar sardinha e 50,42% para o atum.

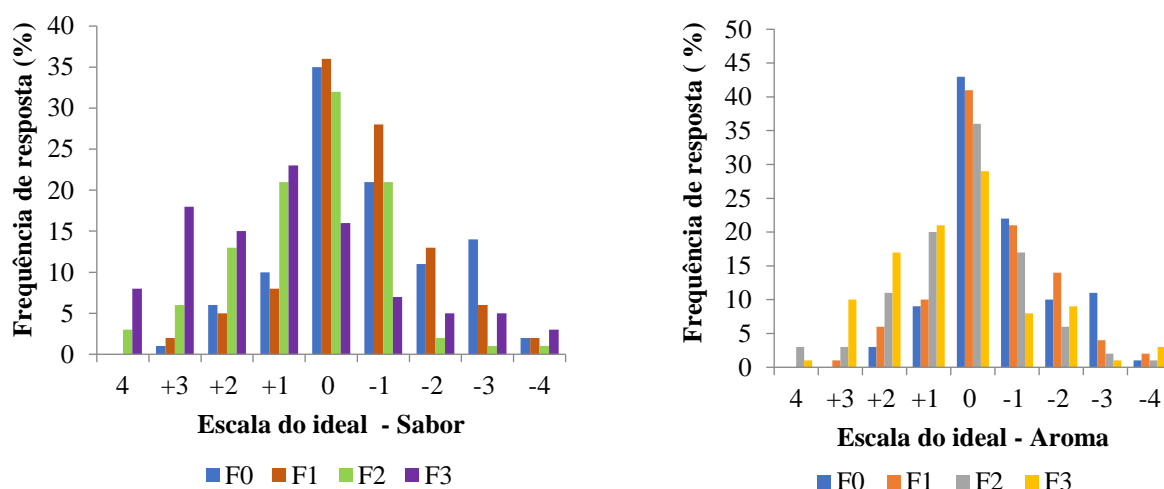
Costa *et al.* (2019) relataram que a adição de 2, 4, 8 e 16% de camarão desidratado não afetou a aceitação geral de *snacks*, obtendo médias hedônicas variando de 7,08<sup>a</sup> ± 1,30 a 6,52<sup>a</sup> ± 1,95. Justen *et al.* (2017) relataram que a adição de até 12% de farinha de tilápia não afetou os parâmetros sensoriais (aroma, sabor, aparência, textura, cor e aceitação geral) de



*snacks*, obtendo médias hedônicas entre 6,92 e 8,15 para todos os atributos, informando que o limite da concentração de pescado a ser adicionada na formulação de um produto vai depender do pescado a ser adicionado e do produto pretendido.

Na Figura 17 observa-se a distribuição dos valores hedônicos obtidos no teste da escala relativa ao ideal, na avaliação do sabor e do aroma dos biscoitos das quatro formulações. O teste da escala relativa ao ideal *Just rightscale*, quantifica a intensidade de um determinado atributo frente ao “ideal” considerado pelo consumidor, e possibilita identificar que modificações devem ser feitas no produto para que ele atinja a máxima aceitação sensorial. O maior percentual de consumidores que consideraram o sabor das formulações “ideal” (0) foi obtido na formulação F1 (36%), seguida da formulação F0 (35%), F2 (32%) e F3 (16%).

Figura 17 - Notas dos provadores quanto ao sabor e aroma ideal dos biscoitos elaborados.



F0: sem adição de carne de raia; F1: Formulação com 5% de carne de raia; F2: Formulação com 10% de carne de raia; F3: Formulação com 15% de carne de raia. Escala: +4 = extremamente mais forte que o ideal; 0= ideal; -4 = extremamente menos forte que o ideal. Fonte: Elaborada pela autora.

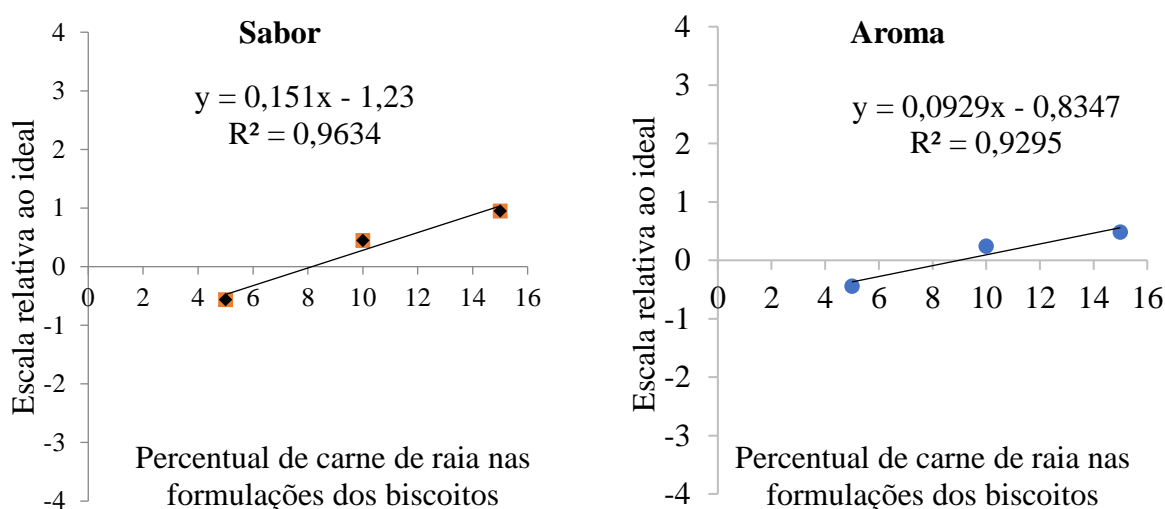
Os resultados demonstraram que na categoria “mais que o ideal”, no que se refere ao sabor, foram obtidos 17, 15, 43 e 64% para a formulação F0, F1, F2, e F3, respectivamente. Na categoria “menos que o ideal” foram 48, 49, 25 e 20% para a formulação F0, F1, F2, e F3, respectivamente.

De acordo com Villegas *et al.* (2009) e Dutcosky (2007), para concluir que um atributo encontra-se num nível ótimo, se faz necessário um mínimo de 70% de respostas no nível “ideal (0)”, e para concluir que um atributo não está no nível ótimo, um mínimo de 20% de consumidores é normalmente necessário nas categorias “mais que o ideal (+4 a +1)” ou “menos que o ideal (-1 a -4)”. Os resultados demonstram que as porcentagens de carne de raia adicionadas aos biscoitos não atingiram o nível ideal de sabor. Ao avaliar os resultados para o

atributo aroma, revelou-se que nenhuma das formulações atingiu a porcentagem mínima de resposta para ser considerado biscoito com aroma ideal.

Diante dos resultados, foi avaliado, por meio da equação da reta obtida, qual a quantidade de carne de raia necessária para que os biscoitos obtenham sabor e aroma ideal (Figura 18), chegando aos valores de 8,14 e 8,98%, respectivamente.

Figura 18 – Determinação da porcentagem exata de carne de raia para conferir sabor e aroma ideal por meio de uma regressão linear.

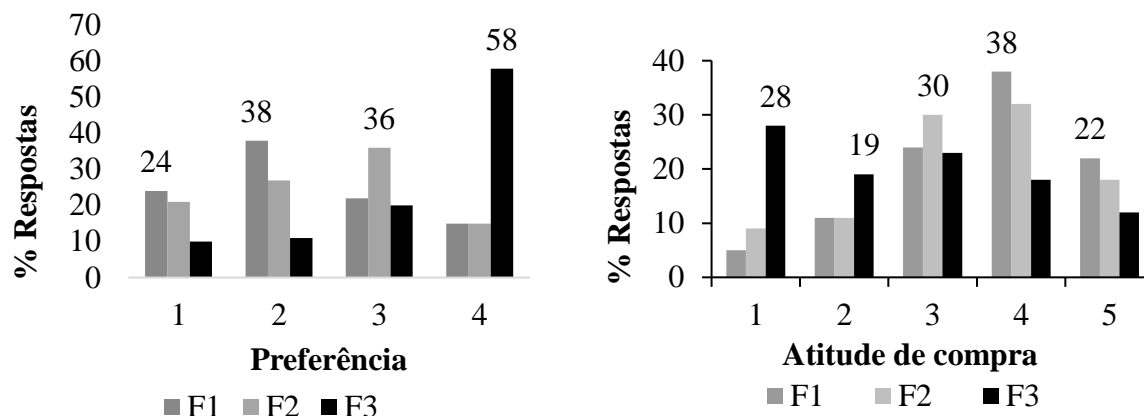


Escala: 4 = extremamente mais forte que o ideal; 3 = Muito mais forte que o ideal; 2 = Moderadamente mais forte que o ideal; 1 = Ligeiramente mais forte que o ideal; 0= ideal; -1 = Ligeiramente menos forte que o ideal; -2 = Moderadamente menos forte que o ideal; -3 = Muito menos forte que o ideal; -4 = extremamente menos forte que o ideal. Fonte: Elaborada pela autora.

Abraha *et al.* (2018) ao adicionar 7% de filé de esturjão em pó (*Acipeneser sinensis*) na formulação de biscoitos, observaram que a formulação foi a mais apreciada, e sua aceitabilidade a mais alta, valor este próximo ao determinado como ideal para conferir sabor e aroma de raia nos biscoitos.

Os resultados da ordenação de preferência demonstraram, Figura 19, que dentre as três formulações com adição de carne de raia a predileta foi a amostra F1 (24%), seguida da F2 e a menos preferida foi a F3 (58%). Esse resultado, provavelmente, tem relação com o sabor mais forte que o ideal obtido no teste da escala do ideal. Na atitude de compra F1 foi a que obteve maior porcentagem na categoria “certamente compraria” (22%), validando sua maior apreciação pelos consumidores.

Figura 19 – Distribuição dos provadores quanto à preferência dos biscoitos adicionados de carne de raia



F1: Formulação com 5% de carne de raia; F2: Formulação com 10% de carne de raia; F3: Formulação com 15% de carne de raia. Escala Preferência: 1 = mais preferido; 4 = menos preferido; Escala Atitude de compra: 1 = certamente não compraria; 3 = Tenho dúvida se compraria; 5 = certamente compraria. Fonte: Elaborada pela autora.

#### 5.4 Conclusão

A adição de carne de raia liofilizada na formulação de biscoito tipo salgado não afeta as propriedades físicas (massa, perda de massa, rendimento, fator térmico e diâmetro) e microbiológica dos biscoitos.

A elaboração de biscoitos com carne de raia liofilizada como opção para enriquecer o valor nutricional do produto foi considerada eficaz, com apenas 5% de adição, o valor proteico do biscoito duplicou.

A incorporação de 5% de carne de raia liofilizada na formulação de biscoito tipo salgado não interferiu na qualidade sensorial do produto, não diferindo da formulação F0, e, dentre as formulações com adição do pescado, com maior índice de aceitação pelos consumidores.

Pode-se incentivar o consumo desta importante matéria-prima que oferece muitos benefícios nutricionais, tendo o biscoito como veículo, mas é necessário observar os valores que serão adicionados para se obter o sabor ideal.

## 6 CONCLUSÃO GERAL

O processo de liofilização aplicado na carne de raia, nas condições de 2 h de congelamento a  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  e 16 h de secagem, proporcionou a redução do teor de água em mais de 95% e em 75% de atividade de água, melhorando a estabilidade do produto, podendo ser mantida por 180 dias em armazenamento, sem necessitar de outro método de conservação, apresentando o produto alterações mínima quanto ao aspecto físico-químico e ausência de microorganismos.

A carne de raia pode se manter estável quanto à umidade, pH e cor pelo tempo de 180 dias de armazenamento, quando acondicionada em embalagem laminada ou plástica nas condições ambientais de  $\text{UR } 55 \pm 2\%$  e temperatura de  $25 \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Pela pesquisa pode-se perceber o sucesso do processo de liofilização aplicada em carne de raia, podendo ser considerada como tecnologia inovadora no setor de beneficiamento de pescado, agregando valor ao produto, além de sua praticidade e pelo aumento de vida comercial.

A carne de raia liofilizada, embora já seja pronta para preparo e consumo, a mesma pode ser utilizada em matrizes alimentares, sendo o biscoito tipo salgado uma opção de veículo de proteína de pescado.

## REFERÊNCIAS

- ACKMAN, R. G. Nutritional composition of fats in seafood. **Progress in Food and Nutrition Science**, v. 13, p. 161-241, 1989.
- ADAMS, M.; MOTARJEMI, Y. **Organização Mundial da Saúde: Segurança básica dos alimentos para profissionais de saúde**. São Paulo: Roca, p. 51, 2002.
- ALVES, T. P.; FÓZ, H. D.; NICOLETI, J. F. Isotermas de dessecção de pimentão verde e energia envolvida no processo. **Braz. J. Food Technol**, v. 18, n. 2, 2015.
- AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS (AACC). **Approved methods of the American Association of Cereal Chemists**. 9 ed. Saint Paul: AACC, 1995.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (AOAC). **Official methods of analysis of the Association of the Analytical Chemists**. 16th ed. Washington, 1995.
- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA). **Compendium of methods for biological examination of foods**. 3. ed. Washington, American Public Health Association, 1992. 1219 p.
- AQUINO, J. S.; SILVA, J. A.; PRADO, J. P.; CAVALHEIRO, J. M. O. Análise dos constituintes de gema de ovo de avestruz desidratada por meio de duas metodologias de secagem. **Rev. Inst. Adolfo Lutz (Impr.)**, vol.67, n.3, p. 190-195, 2008.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DAS INDÚSTRIAS DE BISCOITOS, MASSAS ALIMENTÍCIAS E PÃES E BOLOS INDUSTRIALIZADOS – ABIMAPI. **Estatística Biscoitos**. Disponível em: <https://abimapi.com.br/estatistica-biscoitos.php>. Acesso em: 15 de dezembro de 2019.
- AZEREDO, H. M. C. Encapsulação: aplicação à tecnologia de alimentos. **Alimentos e Nutrição**, Araraquara, v. 16, n. 1, p. 89-97, 2005.
- ABRAHA, B.; MAHMUD, A.; ADMASSU, H.; HABTE-TSION, H. M.; XIA, W.; YANG, F. Production of biscuit from Chinese sturgeon fish fillet powder (*Acipenser sinensis*): a snack food for children. **Journal of Aquatic Food Product Technology**, v. 27, n. 1, p. 1-15, 2018.
- BARUFFALDI, R; OLIVEIRA, M. N. **Fundamentos de tecnologia de alimentos**. São Paulo: Atheneu, 1998.
- BASTOS, G. A.; PAULO, E. M.; CHIARADIA, A. C. N. Aceitabilidade de barra de cereais potencialmente probiótica. **Braz. J. Food Technol.**, Campinas, v. 17, n. 2, p. 113-120, abr./jun. 2014.
- BATISTA, W. S. **Caracterização tecnológica e perfil de ácidos graxos em raízes de água doce**. 2008. 62 f. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos) – Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2008.
- BERK, Z. **Food Process Engineering and Technology**. Academic Press. 1ª ed. 2009. 622 p.

BOMBARDELLI, R. A.; SYPERRECK, M. A.; SANCHES, E. A. Situação atual e perspectivas para o consumo, processamento e agregação de valor ao pescado. **Arquivos de Ciências Veterinárias e Zoologia da UNIPAR**, Umuarama, v. 8, n. 2, p. 181-195, 2005.

BORGHETTI, N. R. B.; OSTRENSKY, A.; BORGHETTI, J. R. **Aquicultura: Uma visão geral sobre a produção de organismos aquáticos no Brasil e no mundo**. Curitiba: Grupo Integrado de Aquicultura e Estudos Ambientais, 2003, 128p.

BORGOGNONI, C. F. **Otimização da liofilização do pericárdio bovino com o auxílio de ferramentas matemáticas**. 2009. 99p. Tese (Doutorado em Ciências Farmacêuticas) - Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil.

BRANDÃO, P. A. O. *et al.* Análise do consumo de carne de peixe na cidade de Barra do Garças - MT. **Revista Eletrônica Interdisciplinar**, v. 2, n. 14, p. 55–60, 2015.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária Análise sensorial. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4ª Ed: Brasília: ANVISA, cap. 6, P. 279-320, 2005.

BRASIL. Decreto nº 9.013, de 29 de março de 2017. **Aprova o novo Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal - RIPOA**. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil, Rio de Janeiro, 2017.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. **Portaria nº 185, de 13 de Maio de 1997**. Aprova o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Peixe Fresco. Diário Oficial da União, Poder Executivo, Brasília, DF, 19 Maio 1997.

BRASIL. Ministério da Saúde. Secretaria de Atenção à Saúde. Coordenação Geral da Política de Alimentação e Nutrição. **Guia alimentar para a população brasileira: Promovendo a alimentação saudável**. Brasília, 2005. p. 1–236.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. (2003). Oficializa os métodos analíticos oficiais para análises microbiológicas para controle de produtos de origem animal e água (Instrução Normativa nº 62, de 26 de agosto de 2003). **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**.

BRASIL. Ministério da Pesca e Aquicultura. **Boletim estatístico da pesca e aquicultura 2009**. Disponível em: <[http://www.sepaq.pa.gov.br/files/u1/anuario\\_da\\_pesca\\_completo.pdf](http://www.sepaq.pa.gov.br/files/u1/anuario_da_pesca_completo.pdf)>. Acesso em: 16 de out. 2017.

BRASIL. Ministério da Pesca e Aquicultura. **Boletim estatístico da pesca e aquicultura 2011**. Disponível em: <[http://www.mpa.gov.br/files/docs/Boletim\\_MPA\\_2011\\_pub.pdf](http://www.mpa.gov.br/files/docs/Boletim_MPA_2011_pub.pdf)>. Acesso em :16 de out. 2017.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 12, de 02 de Janeiro de 2001. Aprova o regulamento técnico sobre padrões microbiológicos para alimentos. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 10 jan. 2001. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Educação. Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior. Portaria nº 206, de 4 de setembro de 2018. **Diário Oficial da União**, Brasília, nº 172, 5 set. 2018. Seção 1, p. 22.

CAI, Y. Z.; CORKE, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus betacyanin* pigments. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 65, n. 6, p. 1248-1252, 2000.

CARDOSO, C. L. N.; ANDRÉ, B. P. D. C. M.; SERAFINI, B. A. Avaliação Microbiológica de Carne de Peixe Comercializada em Supermercados da Cidade de Goiânia, GO. **Revista Higiene Alimentar**, São Paulo, v.17, n. 109, p. 81-87, 2003.

CASARIN, F.; MENDES, C. E.; LOPES, T. J.; MOURA, N. F. Planejamento experimental do processo de secagem da amora-preta (*Rubus* sp.) para a produção de farinha enriquecida com compostos bioativos. **Braz. J. Food Technol.**, Campinas, v. 19, e2016025, 2016.

CAVALCANTE, C. E. B.; RODRIGUES, S.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Comportamento higroscópico da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray dryer. **Braz. J. Food Technol.**, vol.21, e2017121, 2018.

CELESTINO, S. M. C. **Princípios de Secagem de Alimentos**. – Planaltina, DF: Embrapa Cerrados, p. 51, 2010.

CICERO, L. H.; FURLAN, E. F.; TOMITA, R. Y.; PRISCO, R. C. B.; SAVOY, V. L. T.; NEIVA, C. R. P. Estudo das metodologias de destilação na quantificação do Nitrogênio das Bases Voláteis Totais em pescada, tilápia e camarão. **Braz. J. Food Technol.**, Campinas, v. 17, n. 3, p. 192-197, jul./set. 2014.

CLEEF, E. H. C. B. V.; EZEQUIEL, E. M. B.; GONÇALVES, J. S.; PASCOAL, L. A. F. Determinação da matéria seca das fezes de ovinos e da carne de peito de frango através do método tradicional e por liofilização. **Revista de Veterinária**, v.11, n.4, p.01-10, abr. 2010.

COMUNIAN, T. A.; MONTERREY-QUINTERO, E. S.; THOMAZINI, M.; BALIEIRO, J. C. C.; PICCONE, P.; PITTIA, P.; FAVARO-TRINDADE, C. S. Assessment of production efficiency, physicochemical properties and storage stability of spray-dried chlorophyllide, a natural food colourant, using gum Arabic, maltodextrin and soy protein isolate-based carrier systems. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 46, n. 6, p. 1259-1265, 2011.

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

COSTA, J. P.; OLIVEIRA, D. M.; MARQUES, D. R.; MONTEIRO, A. R. G.; COSTA, J. M. C. Addition of powdered shrimp in the formulation of snacks. **Rer. Ciênc. Agron.**, v. 50, n. 3, 2019.

COSTA, L. O.; LARA JUNIOR, J. M.; COSTA, J. M. C.; AFONSO, M. R. A.; RODRIGUES, S.; WURLITZER, N. J. Stability and microstructure of powdered pulp of the Palmer mango obtained by the process of lyophilisation. **Revista Ciência Agronômica**, v. 50, n. 2, p. 251-258, 2019.

COSTA, L.; CHAVES, P. T. C. Elasmobrânquios capturados pela pesca artesanal na costa sul do Paraná e norte de Santa Catarina, Brasil. **Biota Neotrop.** v.6, n.3, Campinas, 2006.

DAMODARAN, S.; PARKIN, K.; FENNEMA, O. R. **Fennema's food chemistry.** 4.ed. Boca Raton, FL, CRC Press, 2007. 1160p.

DEGANI, C. **Raias jamanta: elas estão de volta na Laje de Santos.** Mergulho. 2002 Disponível em: <http://360graus.terra.com.Br/mergulho/default.asp?did=823&action=reportagem>. Acesso em: 12 out. 2017.

DEVORE, J. L. **Probabilidade e Estatística para Engenharia e Ciências.** São Paulo: Thomson Pioneira, 2006. 706 p.

DUTCOSKY, S. D. **Análise sensorial de alimentos.** Curitiba: Champagnat, 2007.

FEDDERN, V.; DURANTE, V. V. O.; MIRANDA, M. Z. Avaliação física e sensorial de biscoitos tipo cookie adicionados de farelo de trigo e arroz. **Brazilian Journal of Food Technology,** Campinas, v. 14, n. 4, p. 267-274, 2011.

FELIPE, L. O.; BICAS, J. L. Terpenos, aromas e a química dos compostos naturais. *Quím. nova esc.* São Paulo-SP, BR, v. 39, n. 2, p. 120-130, 2017.

FELLOWS, P. J. Freeze drying and freeze concentration. In: FELLOWS, P. J. (Ed.). **Food Processing Technology: Principles and Practice.** Woodhead Publishing. 4 ed. 2017.p. 929 – 945.

FELLOWS, P. J. **Tecnologia do processamento de alimentos – Princípios e práticas.** São Paulo, SP: Editora Artmed, 2006.

FERREIRA, M.W.; SILVA, V.K.; BRESSAN, M.C.; FARIA, P.B.; VIEIRA, J.O.; ODA, S.H.I. **Pescados processados: maior vida de prateleira e maior valor agregado.** Lavras: Universidade Federal de Lavras, 2002. (Boletim de Extensão).

FLORENCE, S. P.; UROOJ, A.; ASHA, M. R.; AND RAJIV, J. Sensory, physical and nutritional qualities of cookies prepared from Pearl Millet (*Pennisetum typhoideum*). **J. Food Process. Technol.** v.5, n. 377, 2014.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS – FAO. **El estado mundial de la pesca y la acuicultura 2018 Cumplir los objetivos de desarrollo sostenible.** Roma, 2018. 250 p. Licencia: CC BY-NC-SA 3.0 IGO.

FOOD INGREDIENTS BRASIL - FIB. Desidratação: a desidratação na conservação dos alimentos. **Revista-fi,** n. 38, 2016. Disponível em: [http://revista-fi.com.br/upload\\_arquivos/201607/2016070041261001469734800.pdf](http://revista-fi.com.br/upload_arquivos/201607/2016070041261001469734800.pdf) Acesso em: 19 de out. de 2017.

FOOD INGREDIENTS BRASIL - FIB. Dossiê Alimentos Desidratados. **Revista-fi,** n. 26, 2013. Disponível em: [http://revistafi.com.br/upload\\_arquivos/201606/2016060371482001467052821.pdf](http://revistafi.com.br/upload_arquivos/201606/2016060371482001467052821.pdf) Acesso em: 19 de out. de 2017.



FURTADO-NETO, M. A. A.; FEITOSA, R. D.; CARVALHO, R. J.; FERNANDES, G.F. Artes de pesca que capturam tubarões e raias (*Chondrichthyes, Elasmobranchii*) no Estado do Ceará, p. 1-7, k in **Anais** do XII Congresso Brasileiro de Engenharia de Pesca. Foz de Iguaçu, 2001.

GADIG, O. B. F.; BEZERRA, M. A.; FEITOSA, R.D.; FURTADO-NETO, M. A. A. Ictiofauna marinha do Estado do Ceará, Brasil: I. *Elasmobranchii*. **Arq. Ciên. Mar**, Fortaleza, v.33, p.127-132, 2000.

GAGLEAZZI, U. A.; GARCIA, F. T.; BLISKA, F. M. M.; ARIMA, H. K. Caracterização do consumo de carnes no Brasil. **Revista Nacional da Carne**, São Paulo, v. 26, n. 310, p. 152-160, 2002.

GALVÃO, J. A.; OETTTERER, M. **Qualidade e processamento de pescado**. 1. Ed. -Rio de Janeiro: Elsevier, 2014. 237 p.

GARCIA, L. P. Liofilização aplicada a alimentos. 2009. 45p. **Trabalho Acadêmico** (Graduação Bacharelado em Química de Alimentos) - Universidade Federal de Pelotas. Pelotas, RS, 2009.

GAVA, A. J.; SILVA, C. A. B.; FRIAS, J. R. G. **Tecnologia de alimentos: princípios e aplicações**. São Paulo: Nobel, 2014.

GENIGEORGIS, C. A. Microbial and safety implications of the use of modified atmospheres to extend the storage life of fresh meat and fish. **International Journal of Food Microbiology**, v. 1, n. 5, p. 237-251, 1985.

GERMANO, M. I. S.; GERMANO, P. M. L. **Higiene e vigilância sanitária de alimentos**. 3ª ed. São Paulo: Manole, 2008. 986p.

GOES, E. S. R. *et al.* Extruded snacks with the addition of different fish meals. **Food Science and Technology**, v. 35, n. 4, p. 683-689, 2015.

GOMES, P. M. A; FIGUEIREDO, R. M. F; QUEIROZ, A. J. M. Caracterização e isotermas de adsorção de umidade da polpa de acerola em pó. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, 2002.

GONÇALVES, A. A. Aspectos gerais do pescado. *In*: GONÇALVES, A. A. **Tecnologia do pescado: ciência, tecnologia, inovação e legislação**. São Paulo: Editora Atheneu, 2011. p. 2-9.

GONÇALVES, A. A. Ocorrência de off-flavor em pescado: um problema a ser resolvido em peixes marinho. **Revista Aquicultura e Pesca**, v. 18, n. 1, 2006.

GONÇALVES, A. A. **Tecnologia do pescado: ciência, tecnologia, inovação e legislação**. São Paulo: Editora Atheneu, 2011. 608 p.

GRAÇA, L. R. **A pesca do camarão-sete-barbas *Xiphopenaeus kroyeri*, Heller (1862) e sua fauna acompanhante no litoral do estado de São Paulo**. 1996. 106 f. Tese (Doutorado em Ciências Biológicas) - Universidade Estadual Paulista, Rio Claro, 1996.

GRAÇA, C. S.; BARBOSA, J. B.; SOUZA, M. Z.; MOREIRA, A. S.; LUVIELMO, M.; MELLADO, M. M. S. Adição de colágeno em pão sem glúten elaborado com farinha de arroz. **Braz. J. Food Technol.**, Campinas, v. 20, e2016105, 2017.

HAJ-ISA, N. M. A.; CARVALHO, E. S. Desenvolvimento de biscoitos, tipo salgado, enriquecidos pela adição de merluza. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 31, n. 2, p. 313-318, 2011. [https:// doi.org/10.1590/S0101-20612011000200006](https://doi.org/10.1590/S0101-20612011000200006).

HALSTEAD, B. W. **Poisonous and venomous marine animals of the world**. Vol 3: Vertebrates. United State Government Printing Office, Washington, 1970.

HOLANDA, F. C. A. F.; SANTOS, F. J. S.; ASANO FILHO, M. Análise da distribuição e abundância das espécies de raia *Dasyatis geijskesi* e *Dasyatis guttata*, capturadas com rede de arrasto para peixe, em pescarias experimentais na costa norte do Brasil. **Arquivo Ciência do Mar**, Fortaleza, v. 41, n. 2, p. 95 – 100, 2008.

HOSSEINI, S. V.; ABEDIAN-KENARI, A.; REZAEI, M.; NAZARRI, R. M.; FEÁS, X.; RABBANI, M. Influence of the in vivo addition of alphanatocopheryl acetate with three lipid sources on the lipid oxidation and fatty acid composition of Beluga sturgeon, *Huso huso*, during frozen storage. **Food Chemistry**, v.118, p.341-348, 2010.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz: Métodos químicos e físicos para análise de Alimentos**. 4 ed. São Paulo, v. 1, 2008.

JESUS, R. S.; LESSI, E.; TENUTA-FILHO, A. Estabilidade química e microbiológica de “minced fish” de peixes amazônicos durante o congelamento. **Ciênc Tecnol Aliment.**, v.21, n.2, p.144-8, 2001.

JUSTEN, A. P. *et al.* Preparation of extruded snacks with flavored flour obtained from the carcasses of Nile tilapia: physicochemical, sensory, and microbiological analysis. **Journal of Aquatic Food Product Technology**, v. 26, n. 3, p. 258-266, 2017.

KATILI, L. M.; BONASSI, I. A.; ROÇA, R. de O. Aspectos físico-químicos e microbianos do queijo maturado por mofo obtido da coagulação mista com leite de cabra congelado e coalhada congelada. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 26, n. 4, p. 740-743, 2006.

KELLEHER, K. **Descartes en la pesca de captura marina mundial. Una actualización**. Roma: FAO Documento Técnico de Pesca, 2008. 147 p.

KIRCHHEIM, P. D.; SANCHES, E. A.; NEUMANN, G.; TESSARO, L.; ADAMES, M. S.; BOMBARDELLI, R. A. Relações morfométricas, rendimento e composição centesimal de cortes da carne de raias capturadas no reservatório de Itaipu. **Arq. Ciênc. Vet. Zool. UNIPAR**, Umuarama, v. 16, n. 1, p. 35-40, jan./jun. 2013.

LABUZA, T. P.; KAAANANE, A.; CHEN, J. Y. Effects of temperature on the moisture sorption isotherms and water activity shift of two dehydrated foods. **Journal of Food Science**, v. 50, n. 03, p. 385-392, 1985.

LEÃO, I. F. Microbiologia de alimentos: deterioração de pescados e frutos do mar. **União Metropolitana de Educação e Cultura**. 2008. Disponível em: [www.followscience.com](http://www.followscience.com). Acesso em: 16 de out. de 2017.

LESSA, R.; RODRIGUES, J.; BARRETO, R.; NUNES, R.; CAMARGO, G.; SANTANA, F. M. Pesca incidental de *rajiformes* nos arrastos de praia em Caiçara do Norte, RN. **Revista Brasileira de Engenharia de Pesca**, v.8, n.2, p 34-41, 2015.

LIMA, E. J. V. M. O. e SANTANA, L. S. Nota científica: Determinação de atividade de água, umidade e sal em peixes salgados e importados. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 14, n. 2, 2011. p. 125-129.

LIU Y.; ZHAO Y.; FENG X. Exergy analysis for a freeze-drying process. **Appl. Thermal Eng.**, 2008, 28, 675–690.

LOUREIRO, M. N.; FIGUEIREDO, R. M. F. DE; QUEIROZ, A. J. M.; OLIVEIRA, E. N. A. Armazenamento de buriti em pó: Efeito da embalagem nas características físicas e químicas. **Bioscience Journal**, v.29, p.1092-1100, 2013.

MACHADO, Z. L. Composição química do pescado. *In*: **Tecnologia de recursos pesqueiros, parâmetros, processos, produtos**. Recife: DAS/ DA, 1994.

MALLE, P.; TAO, S. H. Rapid quantitative-determination of trimethylamine using steam distillation. **J. Food Prot.** 1987, 50 (9), 756-760.

MANGAS, F. P.; REBELLO, F. K.; SANTOS, M. A. S.; MARTINS, C. M. Caracterização do perfil dos consumidores de peixe no município de Belém, estado do Pará, Brasil. **Revista em Agronegócio e Meio Ambiente, Maringá (PR)**, v. 9, n. 4, p. 839-857, 2016.

MARCO-BUENO. Classe *Chondrichthyes*: os peixes cartilagosos. **Arquivos para Estudo do Curso de Biologia**. 2005. Disponível em: <http://www.marcobueno.net/arquivosEstudo/ArquivoEstudo.asp?Txttidaarquivo=159>. Acesso em: 12 out. 2017.

MARETI, M. C.; GROSSMANN, M. V. E.; BENASSI, M. T. Características físicas e sensoriais de biscoitos com farinha de soja e farelo de aveia. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v.30, n. 4, p. 878-883, 2010.

MARQUES, E. C.; COSTA, S. R. R. Estudo da liofilização pela engenharia de produto no processamento industrial de alimentos. **Actar Tecnológica**, v. 10, n. 1, 2015.

MCWATTERS, K. H.; OUEDRAOGO, J. B.; RESURRECCION, A. V. A.; YEN-C. HUNG, Y. C.; PHILLIPS, R. D. Physical and sensory characteristics of sugar cookies containing a mixture of fonio (*Digitaria exilis*) and cowpea (*Vigna unguiculata*) flours. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 38, n. 4, p. 403-410, 2003.

MEILGAARD, M.; CIVILLE, G. V.; CARR, B. T. **Sensory evaluation techniques**. 3. ed. New York: CRC, 1999. 281 p.

METTA, F. I. K.; AYROSA, A. M. I.; PALETTA, F. C. o papel da liofilização na conservação de alimentos pelo controle da umidade. **XII Safety, Health and Environment**

**World Congress**, São Paulo, 2012. Disponível em: <http://copec.eu/congresses/shewc2012/proc/works/035.pdf> Acesso em: 19 de fevereiro de 2019.

MEZA, B. E.; VERDINI, R. A.; RUBIOLO, A. C. Effect of freezing on the viscoelastic behaviour during the ripening of a comercial low-fat soft cheese. **International Dairy Journal**, Barking, v. 21, n. 5, p.346-351, 2011.

MINOZZO, M. G. **Patê de pescado: incremento para a produção nas indústrias pesqueiras**. Curitiba, 2010. 228f. Tese (Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal do Paraná.

MOHAMED, G., SULIEMAN, A., SOLIMAN, N., AND BASSIUNY, S. Fortification of biscuits with fish protein concentrate. **World J. Dairy Food Sci.** 9(2): 242–249, 2014. doi:10.5829/idosi.wjdfs.2014.9.2.1142

MORAES, K. S.; ZAVAREZE, E. R.; MIRANDA, M. Z.; SALAS-MELLADO, M. M. Avaliação tecnológica de biscoitos tipo *cookie* com variações nos teores de lipídio e de açúcar. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, 30 (Supl.1): 233-242, 2010.

MOREIRA, T. B. *et al.* Comportamento das isotermas de adsorção do pó da polpa de manga liofilizada. **R. Bras. Eng. Agríc. Ambiental**, v. 17, n. 10, p. 1093 - 1098, 2013.

NASCIMENTO, N. P.; OLIVEIRA, M. M. C.; NASCIMENTO, C. P.; COSTA, J. M. C.; ZAMBELLI, R. A.; SILVA, E. M. C. Salted crackers added with surimi fish and powdered tomato: Acceptability in school feeding. **Rev. Bras. Ciênc. Agrar.**, Recife, v.14, n.2, e5635, 2019.

NELSON, J. S. **Fishes of the world**. 3rd ed. New York, John Wiley & Sons Inc. 600pp., 1984.

OCAÑO-HIGUERA, V. M.; MAEDA-MARTÍNEZ, A. N.; MARQUEZ-RÍOS, E.; CANIZALES-RODRÍGUEZ, D. F.; CASTILLO-YÁÑEZ, F. J.; RUÍZ-BUSTOS, E.; GRACIANO-VERDUGO, A. Z.; PLASCENCIA-JATOMEA, M. Freshness assessment of ray fish stored in ice by biochemical, chemical and physical methods. **Food Chemistry**, v. 125, n. 1, 2011.

OETTERER, M. Proteínas do pescado: processamento com intervenção na fração protéica. *In: Fundamentos de ciência e tecnologia de alimentos*. São Paulo: Manole, 2006.

OGAWA, M.; MAIA, E. L. **Manual da pesca: ciência e tecnologia do pescado** – Vol. I. São Paulo: Varela; 1999. 430 p.

OLIVEIRA, A. S.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; BRITO, J. G. Estabilidade da polpa do *Cereus jamacaru* em pó durante o armazenamento. **R. Bras. Eng. Agríc. Ambiental**, v.19, n.2, p.147–153, 2015.

OLIVEIRA, E. N. A.; SANTOS, D. C.; SOUSA, F. C.; MARTINS, J. N.; OLIVEIRA, S. P. A. Obtenção de ubaia desidratada pelo processo de liofilização. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 04, n. 02: p. 235-242, 2010.

OLIVEIRA, G. S.; COSTA, J. M. C. AFONSO, M. R. A. Caracterização e comportamento higroscópico do pó da polpa de cajá liofilizada. **R. Bras. Eng. Agríc. Ambiental**, v. 18, n. 10, p. 1059 - 1064, 2014.

OLIVEIRA, M. I. S.; TONON, R. V.; NOGUEIRA, R. I.; CABRAL, L. M. C. Estabilidade da polpa de morango atomizada utilizando diferentes agentes carreadores. **Braz. J. Food Technol**, Campinas, v. 16, n. 4, p. 310-318, out./dez. 2013.

OLIVEIRA, V. S.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Caracterização físico-química e comportamento higroscópico de sapoti liofilizado. **Revista Ciência Agronômica**, v. 42, n. 2, p. 342-348, abr-jun, 2011.

ORDÓÑEZ, J. A. **Tecnologia de alimentos: Componentes dos alimentos e processos**. Porto Alegre: Artmed, v. 1, 2005. 294p.

PAVAN, M. A.; SCHMIDT, S. J.; FENG, H. Water sorption behavior and thermal analysis of freeze-dried, refractance window dried and hot-air dried açai (*Euterpe oleracea Martius*) juice. **Lebensmittel Wissenschaft Technologie**, v. 48, n. 1, p. 75-81, 2012.

PEDRO, M. A. M.; TELIS-ROMERO, J.; TELIS, V. R. N. Effect of drying method on the adsorption isotherms and isosteric heat of passion fruit pulp powder. **Ciênc Tecnol Aliment**, Campinas, v. 30, n. 4, p. 993 - 1000, out./dez., 2010.

PEREIRA, A. J. **Desenvolvimento de tecnologia para produção e utilização da polpa de carne de carpa prateada (*Hypophthalmichthys molitrix*) na elaboração de produtos reestruturados: fishburger e nugget**. 2003. 57 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2003.

PERYAM, D. R.; PILGRIM, F. J. Hedonic scale method of measuring food preferences. **Food Technology**, v. 11, n. 9, p. 9-14, 1957.

POUGH, F. H. **A vida dos vertebrados**. 4. Ed. São Paulo: Atheneu Editora, 2008.

PRADO, M. E. T.; ALONSO, L. F. T.; SALES, A. F.; PARK, K. J. Isotermas de sorção de tâmaras: determinação experimental e avaliação de modelos matemáticos. **Ciênc. Tecnol. Aliment**. vol.19 n.1 Campinas Jan./Apr. 1999.

RAHMAN, M. **Handbook of Food Preservation**. 2th ed. CRC Press. 2007.

RAHMAN, M. M.; MIARUDDIN, M.; CHOWDHURY, M. F.; KHAN, M. H. H.; RAHMAN, M. M. Preservation of jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*) by osmotic dehydration. **Bangladesh Journal of Agricultural Research**, v.37, p.67-75, 2012.

REBOUÇAS, M. C.; RODRIGUES, M. C. P.; CASTRO, R. J. S. Biscoito salgado com adição de concentrado proteico de peixe: desenvolvimento e aspectos sensoriais. **Alimentos e Nutrição**, v. 23, n. 1, p. 45-50, 2012. <http://serv-bib.fcfar.unesp.br/seer/index.php/alimentos/article/view/1607/1203>.

RIZVI, S. S. H. Thermodynamic Properties of Foods in Dehydration. In: RAO, M. A.; RIZVI, S. S. H. **Engineering properties of foods**. New York: Marcel Dekker, p. 223-309, 1995.

ROCHA, D. **Sabores e Saberes do Ceará: Arte Culinária e Fotografia**. Fortaleza: editora D. M. Rocha, 2003. 1º Edição.

ROCHA, E. M. F. F. *et al.* Obtenção de suco de caju atomizado através do controle das condições de secagem. **R. Bras. Eng. Agríc. Ambiental**, v. 18, n. 6, p. 646 - 651, 2014.

ROCHA, M. M. R. M. **Liofilização como método de agregar valor ao camarão marinho *Litopenaeus vannamei***. 2010. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal da Paraíba, 2010.

RODRIGUES, B. L. *et al.* Qualidade físico-química do pescado utilizado na elaboração de sushis e sashimis de atum e salmão comercializados no município do Rio de Janeiro, Brasil. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 33, n. 5, p. 1847-1854, 2012.

RUSTAD, T. Peptides and proteins. In: NOLLET, L. M. L.; TOLDRÁ, F (Eds). Handbook of seafood and seafood products analysis. Boca Rato, FL: **CRC Press** – Tylor & Francis Group; 2010.

SANTOS, A. D.; RODRIGUES, E. C.; HERNANDES, T.; OLIVEIRA, A. P. Caracterização física e química de biscoito salgado enriquecido com farinha de resíduos do processamento da cenoura e especiarias. **R. bras. Tecnol. Agroindustr.**, Ponta Grossa, v. 11, n. 02: p. 2368-2381, jul./dez. 2017.

SANTOS, C. A. M. L. Qualidade do pescado. In: GONÇALVES, A. A. **Tecnologia do pescado: ciência, tecnologia, inovação e legislação**. São Paulo: Editora Atheneu, 2011. p. 95-104.

SANTOS, F. K. DOS *et al.* Rendimento corporal, *Pseudupeneus maculatus* (Bloch , 1793 ) submetido a diferentes métodos de filetagem. **Arquivos de Ciências do Mar**, v. 49, n. 2, p. 15–22, 2016.

SARTONI, A. G. D. O.; AMANCIO, R. D. Pescado: importância nutricional e consumo no Brasil. **Segurança Alimentar e Nutricional**, v. 19, n. 2, p. 83–93, 2012.

SHOFIAN, N. M.; HAMID, A. A.; OSMAN, A.; SAARI, N.; ANWAR, F.; PAK DEK, M. S.; HAIRUDDIN, M. R. Effect of freeze-drying on the antioxidant compounds and antioxidant activity of selected tropical fruits. **International journal of molecular sciences**, v. 12, n. 7, p. 4678-4692, 2011.

SILVA *et al* Característica higroscópica e termodinâmica do coentro desidratado. **Revista Ciência Agronômica**, v. 41, n. 2, p. 237-244, 2010.

SILVA, M. L.; MATTÉ, G. R.; MATTÉ, M. H. Aspectos sanitários da comercialização de pescado em feiras livres da cidade de São Paulo, SP/Brasil. **Rev Inst Adolfo Lutz**, São Paulo, v. 67, n. 3, p. 208-214, set. 2008.

SILVA, N.; JUNQUEIRA, V. C. A.; SILVEIRA, N. F. A.; TANIWAKI, M. H.; GOMES, R. A. R.; OKAZAKI, M. M. **Manual de métodos de análise microbiológica de alimentos**. São Paulo: Varela, 1997.

SOARES *et al* Desidratação da polpa de acerola (*Malpighia emarginata* d. c.) pelo processo “foam-mat”. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, n.21, v.2, p. 164-170, 2001.

SOARES, K. M. P.; GONÇALVES, A. A. Qualidade e segurança do pescado. **Rev Inst Adolfo Lutz**. São Paulo, v.71, n. 1, p.1-10, 2012.

SOUSA, K. S. M.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; FERNANDES, T. K. S. Produção e caracterização da polpa de atemoia em pó. **Rev. Bras. Frutic.**, Jaboticabal - SP, v. 37, n. 3, p. 718-728, 2015.

TEIXEIRA, E.; MEINERT, E.; BARBETA, P. A. **Análise sensorial dos alimentos**. Florianópolis: UFSC, 1987.182 p.

TERRONI, H. C.; DE JESUS, J. M.; ARTUZO, L. T.; VENTURA, L. V.; SANTOS, R. F.; DAMY-BENEDETTI, P. C. Liofilização. **Revista Científica União das Faculdades dos Grandes Lagos**, v.1, n.1, 2013. Disponível em: <http://www.unilago.edu.br/revista/edicaoanterior/Sumario/2013/downloads/2013/LIOFILIZA%C3%87%C3%83O.pdf> Acesso em: 26 de fevereiro de 2019.

TODISCO, K. M.; COSTA, J. M. C.; RODRIGUES, S.; CLEMENTE, E. Microencapsulation of Red Mombi (*Spondias purpurea* L.) pulp using spray-drying. **International Journal of Sciences**, v.2, p.1- 11, 2013.

TREFAUT, M. P. Raia graúda: peixe que era desprezado pelos pescadores ganha as mesas bacanas do eixo Rio-São Paulo. Gastronomia, **Revista Época**. Disponível em: <http://revistaepoca.globo.com/Revista/Epoca/0,,EDR62074-6014,00.html> Acesso em: 16 de out. de 2017.

TURCHINI, G. M.; TORSTENSEN, B. E.; N. G, W. K. Fish oil replacement in finfish nutrition. **Reviews in Aquaculture**, v. 1, p. 10-57, 2009.

VANACLOCHA, A. C.; REQUENA, J. A. **Procesos de conservación de alimentos**. 2.ed. Madrid: Mundi-Prensa, 2003. 494p.

VICKERS, Z. Sensory specific satiety in lemonale a just right scale for sweetness. **Journal of Sensory Studies**, v.3, p.1-8, 1988.

VIEIRA, A. H.; FIGUEIREDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. de M. Isotermas de adsorção de umidade da pitanga em pó. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, v.7, p.11-20, 2007.

VIEIRA, A. P.; NICOLETI, J. F.; TELIS, V. R. N. Liofilização de fatias de abacaxi: avaliação da cinética de secagem e da qualidade do produto. **Braz. J. Food Technol.**, Campinas, v. 15, n. 1, p. 50-58, jan./mar. 2012.

VILLEGAS, B.; TÁRREGA, A.; CARBONELL, I.; COSTELL, E. Optimising acceptability of new prebiotic low-fat milk beverages. **Food Quality and Preference**, Essex, v. 21, n. 2, p. 234-242, 2009.

VYNCKE, W. Direct determination of the thiobarbituric acid value in trichloroacetic acid extracts of fish as a measure of oxidative rancidity. **Fette Seifen Anstrichmittel**, Leinfelden, v.72, n.12, p.1084-1087, 1970.

WOLF, W., SPIESS, W.E.L., JUNG, G. Sorption isotherms and water activity. Influence of food materials. **Elsevier Sciences Publishing Co.**, New York, 1985.

YOUSEFI, S.; EMAM-DJOMEH, Z.; MOUSAVI, M. S. Effect of carrier type and spray drying on the physicochemical properties of powdered and reconstituted pomegranate juice (*Punica Granatum* L.). **Journal of Food Science and Technology**, Mysore, v. 48, n. 6, p. 677-684, 2011.



## APÊNDICE A - TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

Eu, identificado abaixo, estou ciente da **PRESENÇA DE CARNE DE RAIA** na formulação dos biscoitos, afirmo não ter nenhuma alergia ou problema com a ingestão da mesma e aceito participar da pesquisa “**AVALIAÇÃO SENSORIAL DE BISCOITO COM ADIÇÃO DE CARNE DE RAIA DESIDRATADA**”, sob responsabilidade do **Professor Dr. José Maria Correia da Costa** do Departamento de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará.

**Objetivo:** Desenvolver produto adicionado de pescado.

**Procedimento:** O teste sensorial de aceitação consiste em provar amostras dos produtos desenvolvidos que estarão codificadas e atribuir conceitos numéricos a estas.

**Benefícios:** O desenvolvimento de produto adicionado de pescado do presente projeto visa elaborar produtos mais saudáveis e aumentar o consumo de pescado.

**Risco:** Não são previstos riscos ou desconfortos inaceitáveis à participação no estudo. Não haverá nenhum risco à integridade física e moral dos voluntários envolvidos nos testes, sendo vetada apenas a participação na pesquisa daqueles que possuam um histórico de alergia aos ingredientes do produto desenvolvido. Todos os ingredientes utilizados são de uso comum na indústria de alimentos, devidamente autorizados pela legislação brasileira e a lista completa destes ingredientes está à disposição dos avaliadores a qualquer momento.

**Privacidade:** as informações obtidas neste estudo serão divulgadas em eventos e publicações científicas, entretanto em nenhuma hipótese, independentemente dos resultados obtidos os participantes dos testes terão seus nomes e dados divulgados, informação de conhecimento exclusivo dos responsáveis pela pesquisa.

A participação é voluntária. Caso não concorde em participar da pesquisa não haverá nenhuma alteração na relação com a instituição que promove os testes. Por outro lado, caso aceite a participação, poderá retirar seu consentimento e deixar de colaborar com a pesquisa a qualquer momento, sem que isso venha a acarretar qualquer consequência.

**Caso deseje maiores esclarecimentos sobre a pesquisa,** entrar em contato a qualquer momento com:

Prof. Dr. José Maria Correia da Costa

Campus do Pici, Fortaleza, Ceará – bloco 852A, Laboratório de Controle de Qualidade de Alimentos e Secagem, Departamento de Engenharia de Alimentos – Universidade Federal do Ceará

Telefone (85) 3366-9254

E-mail: correiacostaufc@gmail.com

**Aceitando colaborar com a pesquisa em questão, subscrevo-me:**

Nome do participante: \_\_\_\_\_

Telefone: (\_\_\_\_) \_\_\_\_\_ e-mail \_\_\_\_\_

Assinatura: \_\_\_\_\_ Data: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

## APÊNDICE B – FICHA DA ANÁLISE SENSORIAL

GÊNERO: ( ) Feminino ( ) Masculino

**PROVADOR** \_\_\_\_\_

FAIXA ETÁRIA: ( ) 18 - 25 anos ( ) 26 - 30 anos ( ) 31 - 35 anos ( ) > 35 anos

1. Com que frequência você consome pescado?      2. O quanto você gosta de carne de raia?

( ) Consumo muito

( ) Gosto muitíssimo

( ) Consumo ocasionalmente

( ) Gosto muito

( ) Consumo muito pouco

( ) Gosto moderadamente

( ) Não consumo

( ) Gosto ligeiramente

( ) Nunca comi carne de raia

3. Você está recebendo 4 amostras codificadas de biscoito adicionado de carne de raia desidratada. Avalie cada amostra da esquerda para direita em relação aos atributos de SABOR, AROMA, COR, TEXTURA E ACEITAÇÃO GLOBAL utilizando os valores da escala abaixo para descrever o quanto você gostou ou desgostou de cada amostra.

9 – Gostei muitíssimo

8 – Gostei muito

7 – Gostei moderadamente

6 – Gostei ligeiramente

5 – Nem gostei, nem desgostei

4 – Desgostei ligeiramente

3 – Desgostei moderadamente

2 – Desgostei muito

1 – Desgostei muitíssimo

	AROMA	COR	TEXTURA	SABOR	ACEITAÇÃO GLOBAL
Amostra	Valor	Valor	Valor	Valor	Valor

4. Usando a escala abaixo indique o quão IDEAL você acha a intensidade do SABOR DE CARNE DE RAIA e AROMA DE CARNE DE RAIA.

+ 4 Extremamente mais forte que o ideal

+ 3 Muito mais forte que o ideal

+ 2 Moderadamente mais forte que o ideal

+ 1 Ligeiramente mais forte que o ideal

0 Ideal

- 1 Ligeiramente menos forte que o ideal

- 2 Moderadamente menos forte que o ideal

- 3 Muito menos forte que o ideal

- 4 Extremamente menos forte que o ideal

	AROMA CARNE DE RAIA	SABOR CARNE DE RAIA
Amostra	Valor	Valor

5. Assinale para cada uma das amostras, qual seria sua atitude de compra em relação ao produto caso o mesmo estivesse à venda, utilizando a escala abaixo:

5 – Certamente compraria

4 – Provavelmente compraria

3 – Tenho dúvidas se compraria

2 – Provavelmente não compraria

1 – Certamente não compraria

AMOSTRA	ATITUDE DE COMPRA

6. Ordene os códigos das amostras de acordo com a sua preferência (da que mais gostou para a que menos gostou):

1° \_\_\_\_\_ 2° \_\_\_\_\_ 3° \_\_\_\_\_ 4° \_\_\_\_\_

7. Nos deixe um comentário, relate o que mais gostou e o que não gostou:

---



---



---