

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE CIÊNCIAS FARMACÊUTICAS
Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Bioquímico-Farmacêutica
Área de Tecnologia de Alimentos

Relações entre migração e redistribuição de umidade, sobre a
qualidade e estabilidade do peixe Pintado (*Pseudoplatystoma*
corruscans) liofilizado

Guilherme Antonio Mercado Ribeiro Lima

Tese para a obtenção do grau de
DOUTOR

Orientador:
Prof. Dr. Ronaldo Nogueira de Moraes Pitombo

São Paulo
2004

(Nota da BCQ: Não foi possível capturar fielmente a imagem das figuras desta tese)

BIBLIOTECA
Faculdade de Ciências Farmacêuticas
Universidade de São Paulo
UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE CIÊNCIAS FARMACÊUTICAS
Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Bioquímico-Farmacêutica
Área de Tecnologia de Alimentos

Relações entre migração e redistribuição de umidade, sobre a
qualidade e estabilidade do peixe Pintado (*Pseudoplatystoma*
corruscans) liofilizado

Guilherme Antonio Mercado Ribeiro Lima

Tese para a obtenção do grau de
DOUTOR

Orientador:
Prof. Dr. Ronaldo Nogueira de Moraes Pitombo

São Paulo
2004

J0127

DEDALUS - Acervo - CQ



30100010531

Ficha Catalográfica

Elaborada pela Divisão de Biblioteca e
Documentação do Conjunto das Químicas da USP.

L732p Lima, Guilherme Antonio Mercado Ribeiro
Relações entre migração e redistribuição de umidade, sobre
a qualidade e estabilidade do peixe pintado (*Pseudoplatystoma
corruscans*) liofilizado. / Guilherme Antonio Mercado Ribeiro
Lima. -- São Paulo, 2004.
103p.

Tese (doutorado) - Faculdade de Ciências Farmacêuticas da
Universidade de São Paulo. Departamento de Tecnologia
Bioquímico-Farmacêutica.

Orientador: Pitombo, Ronaldo Nogueira de Moraes

I. Peixes ; Secagem ; Tecnologia de alimentos I. T. II.
Pitombo, Ronaldo Nogueira de Moraes, orientador

664.944 CDD

Guilherme Antonio Mercado Ribeiro Lima

Relações entre migração e redistribuição de umidade sobre a
qualidade e estabilidade do peixe Pintado (*Pseudoplatystoma*
corruscans) liofilizado

Comissão Julgadora
da
Tese para obtenção do grau de Doutor

Prof. Dr. Ronaldo Nogueira de Moraes Pitombo
Orientador/Presidente

1º. examinador

2º. examinador

3º. examinador

4º. examinador

São Paulo, 16 de dezembro de 2004.

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Doutor Ronaldo Nogueira de Moraes Pitombo, pela orientação prestada na realização deste trabalho e pelo apoio e amizade nestes anos de convivência.

À minha querida mãe, Maria Aparecida Mercado Ribeiro Lima, por seu amor e apoio em todos os momentos de minha vida.

À Professora Doutora Suzana Caetano da Silva Lannes, pelo auxílio e amizade.

Ao Departamento de Tecnologia Bioquímico-Farmacêutica da Faculdade de Ciências Farmacêuticas da Universidade de São Paulo.

À Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Pessoal - CAPES, pela bolsa concedida.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP, pelos equipamentos concedidos.

Aos colegas e amigos do Departamento de Tecnologia Bioquímico-Farmacêutica pelo auxílio e amizade.

Enfim, a todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para a realização desta pesquisa.

SUMÁRIO

1. RESUMO	1
2. INTRODUÇÃO	2
2.1 Liofilização	2
2.2 Técnicas de ressonância magnética nuclear (RMN)	6
2.3 Avaliação objetiva da cor	14
3. OBJETIVOS	16
4. MATERIAL E MÉTODOS	17
4.1 Material	17
4.1.1 Matéria prima	17
4.1.2 Equipamentos	19
4.2 MÉTODOS	19
4.2.1 Estudo dos parâmetros de liofilização	19
4.2.2 Taxa de reidratação	19
4.2.3 Avaliação objetiva de cor	20
4.2.4 Estudos da migração e redistribuição da umidade	20
4.2.5 Textura	21
4.2.6 Planejamento experimental	21
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	25
5.1 Liofilização	25
5.2 Reidratação	26
5.3 Colorimetria	27
5.3.1 Valores L^* , a^* e b^*	27
5.3.2 Espectros de cor	31
5.3.3 Superfícies de resposta da cor	34
5.3.4 Superfícies de resposta da cor na parte "T"	35
5.3.5 Superfícies de resposta da cor na parte "A"	41
5.3.6 Superfícies de resposta da cor na parte "C"	45
5.3.7 Otimização das Superfícies de resposta da cor na parte "T"	50
5.3.8 Superfícies de resposta do valor ΔE na parte "T"	51
5.3.9 Otimização das Superfícies de resposta da cor na parte "A"	52
5.3.10 Superfícies de resposta do valor ΔE na parte "A"	53
5.3.11 Otimização das Superfícies de resposta da cor na parte "C"	54

5.3.12 Superfícies de resposta do valor ΔE na parte "C"	55
5.4 Textura	57
5.5 Ressonância Magnética Nuclear.....	60
6. CONCLUSÕES	72
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	74
8. ANEXOS	79
8.1. Liofilização	79
8.2. Colorimetria.....	84
7.3.. Reidratação.....	87
8.3.. ESPECTROS DE COR	93
8.4. Análise estatística das superfícies de resposta.....	94

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Seqüência de pulsos spin-eco (Chen et al., 1997).....	8
Figura 2 Diagrama esquemático de um modelo de três componentes para um comportamento multiexponencial de relaxação de prótons.....	10
Figura 3 Influência da variação da temperatura sobre o tempo de relaxação spin-spin (T_2) do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	11
Figura 4 Influência da temperatura sobre a relaxação spin-spin (T_2) do peixe Pintado liofilizado e reidratado.....	11
Figura 5 Divisão do peixe Pintado para os experimentos de liofilização.....	18
Figura 6 Filés de peixe Pintado nas diferentes partes para o estudo.....	18
Figura 7 Valores do tempo de relaxação (T_{23}) em relação à temperatura de amostras do peixe Pintado fresco. (Curva de aquecimento).....	23
Figura 8 Liofilizador FTS systems utilizado nos experimentos de secagem.	24
Figura 9 Variação das médias e desvios padrão totais e parciais dos valores L^* coletados nos 10 experimentos realizados. Fr = Amostras de peixe Pintado fresco; Lio = Amostras de peixe Pintado liofilizadas; Reid = Amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado.....	28
Figura 10 Variação das médias e desvios padrão totais e parciais dos valores a^* coletados nos 10 experimentos realizados. Fr = Amostras de peixe Pintado fresco; Lio = Amostras de peixe Pintado liofilizadas; Reid = Amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado.....	28
Figura 11 Variação das médias e desvios padrão totais e parciais dos valores b^* coletados nos 10 experimentos realizados. Fr = Amostras de peixe Pintado fresco; Lio = Amostras de peixe Pintado liofilizadas; Reid = Amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado.....	29
Figura 12 Espectro de cor do peixe Pintado que compara o efeito dos parâmetros pressão e temperatura da câmara de liofilização sobre a cor das amostras do peixe Pintado liofilizadas e reidratadas em relação às amostras frescas. PINT FR = amostras de Pintado frescas PINT REID = amostras de Pintado liofilizadas e reidratadas.	31
Figura 13 Espectro de cor do peixe Pintado que compara os parâmetros pressão e temperatura da câmara de liofilização sobre a cor das amostras do peixe Pintado liofilizadas e amostras de peixe liofilizadas e reidratadas. PINT FR =	

amostras de Pintado frescas PINT REID = amostras de Pintado liofilizadas e reidratadas.....	31
Figura 14 Espectro de cor do peixe Pintado que compara o efeito da temperatura das placas de aquecimento parâmetros em relação à pressão de 0,1mT sobre a cor das amostras do peixe Pintado liofilizadas e amostras de peixe liofilizadas e reidratadas. PINT LI = amostras de Pintado liofilizadas PINT REID = amostras de Pintado liofilizadas e reidratadas.	32
Figura 15 Espectro de cor do peixe Pintado que compara o efeito da temperatura das placas de aquecimento parâmetros em relação à pressão de 600mT sobre a cor das amostras do peixe Pintado liofilizadas e amostras de peixe liofilizadas e reidratadas. PINT LI = amostras de Pintado liofilizadas PINT REID = amostras de Pintado liofilizadas e reidratadas.	32
Figura 16 Espectro de cor do peixe Pintado que compara o efeito da temperatura das placas de aquecimento parâmetros em relação à pressão de 1200mT sobre a cor das amostras do peixe Pintado liofilizadas e amostras de peixe liofilizadas e reidratadas. PINT LI = amostras de Pintado liofilizadas PINT REID = amostras de Pintado liofilizadas e reidratadas.	33
Figura 17 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor L^* da parte "T" (2D).....	35
Figura 18 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor L^* da parte "T" (2D).....	36
Figura 19 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor a^* da parte "T" (2D).....	37
Figura 20 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor a^* da parte "T" (2D).....	38
Figura 21 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor b^* da parte "T" (2D).....	39
Figura 22 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor b^* da parte "T" (2D).....	40
Figura 23 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor L^* da parte "A" (2D).....	41
Figura 24 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor L^* da parte "A" (2D).....	42
Figura 25 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor a^* da parte "A" (2D).....	43

Figura 26 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor a^* da parte "A" (2D).....	43
Figura 27 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor b^* da parte "A" (2D).....	44
Figura 28 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor b^* da parte "A" (2D).....	45
Figura 29 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor L^* da parte "C" (2D).	45
Figura 30 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor L^* da parte "C" (2D).	46
Figura 31 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor a^* da parte "C" (2D).	47
Figura 32 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor a^* da parte "C" (2D).	47
Figura 33 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor b^* da parte "C" (2D).	48
Figura 34 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor b^* da parte "C" (2D).	49
Figura 35 Otimização das respostas dos valores L^* , a^* e b^* referente à parte "T" do peixe Pintado liofilizado.	50
Figura 36 Otimização das respostas dos valores L^* , a^* e b^* referente à parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	50
Figura 37 Superfície de resposta da cor das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor ΔE da parte "T" (2D).....	51
Figura 38 Superfície de resposta da cor das amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado quanto ao valor ΔE da parte "T" (2D).	51
Figura 39 Otimização das respostas dos valores L^* , a^* e b^* referente à parte "A" do peixe Pintado liofilizado.	52
Figura 40 Otimização das respostas dos valores L^* , a^* e b^* referente à parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	52
Figura 41 Superfície de resposta da cor das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor ΔE da parte "A" (2D).	53
Figura 42 Superfície de resposta da cor das amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado quanto ao valor ΔE da parte "A" (2D).	53

Figura 43 Otimização das respostas dos valores L^* , a^* e b^* referente à parte "C" do peixe Pintado liofilizado.	54
Figura 44 Otimização das respostas dos valores L^* , a^* e b^* referente à parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	54
Figura 45 Superfície de resposta da cor das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor ΔE da parte "C" (2D).	55
Figura 46 Superfície de resposta da cor das amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado quanto ao valor ΔE da parte "C" (2D).	55
Figura 47 Superfície de resposta das amostras da parte "T" do peixe Pintado submetidas ao teste de compressão simples. A resposta foi obtida da diferença em gramas entre as amostras liofilizadas e reidratadas em relação às amostras frescas.	57
Figura 48 Superfície de resposta das amostras da parte "A" do peixe Pintado submetidas ao teste de compressão simples. A resposta foi obtida da diferença em gramas entre as amostras liofilizadas e reidratadas em relação às amostras frescas.	58
Figura 49 Superfície de resposta das amostras da parte "C" do peixe Pintado submetidas ao teste de compressão simples. A resposta foi obtida da diferença em gramas entre as amostras liofilizadas e reidratadas em relação às amostras frescas.	58
Figura 50 Tempos de relaxação das amostras da parte "A" do peixe Pintado, observados pela técnica de RMN (CPMG T_2), em diferentes tempos de reidratação (pressão na câmara de liofilização = 600mT e Temperatura das placas de aquecimento = -10°C).	60
Figura 51 Tempos de relaxação das amostras da parte "A" do peixe Pintado, observados pela técnica de RMN (CPMG T_2), em diferentes temperaturas (pressão na câmara de liofilização = 600mT e Temperatura das placas de aquecimento = -10°C).	61
Figura 52 Caracterização das amostras da parte "T" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T_2), analisando a porcentagem dos sinais T_{21} , T_{22} e T_{23} , obtidos ao se modificar a temperatura (de 5°C a 45°C) das amostras liofilizadas e reidratadas, nos diferentes experimentos estudados.	62
Figura 53 Caracterização das amostras da parte "T" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T_2), analisando a porcentagem dos sinais T_{21} , T_{22} e T_{23}	

, obtidos ao se reidratar as amostras liofilizadas em ambiente com saturação de umidade, após 3, 24 e 48 horas, nos diferentes experimentos estudados.....	64
Figura 54 Caracterização das amostras da parte "A" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T_2), analisando a porcentagem dos sinais T_{21} , T_{22} e T_{23} , obtidos ao se reidratar as amostras liofilizadas em ambiente com saturação de umidade, após 3, 24 e 48 horas, nos diferentes experimentos estudados.....	65
Figura 55 Caracterização das amostras da parte "C" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T_2), analisando a porcentagem dos sinais T_{21} , T_{22} e T_{23} , obtidos ao se reidratar as amostras liofilizadas em ambiente com saturação de umidade, após 3, 24 e 48 horas, nos diferentes experimentos estudados.....	66
Figura 56 Caracterização das amostras da parte "T" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T_2), analisando a porcentagem dos sinais T_{21} , T_{22} e T_{23} , obtidos ao se modificar a temperatura (de 5°C a 45°C) das amostras liofilizadas e reidratadas, nos diferentes experimentos estudados.....	68
Figura 57 Caracterização das amostras da parte "A" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T_2), analisando a porcentagem dos sinais T_{21} , T_{22} e T_{23} , obtidos ao se modificar a temperatura (de 5°C a 45°C) das amostras liofilizadas e reidratadas, nos diferentes experimentos estudados.....	69
Figura 58 Caracterização das amostras da parte "C" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T_2), analisando a porcentagem dos sinais T_{21} , T_{22} e T_{23} , obtidos ao se modificar a temperatura (de 5°C a 45°C) das amostras liofilizadas e reidratadas, nos diferentes experimentos estudados.....	70
Figura 59 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 01 Pressão 0,1mT e Temperatura de placa -10°C.....	79
Figura 60 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 02 Pressão 0,1mT e Temperatura de placa 50°C.....	79
Figura 61 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 03 Pressão 1200mT e Temperatura de placa -10°C.....	80
Figura 62 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 04 Pressão 1200mT e Temperatura de placa 50°C.....	80
Figura 63 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 05 Pressão 0,1mT e Temperatura de placa 20°C.....	81
Figura 64 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 06 Pressão 600mT e Temperatura de placa 20°C.....	81

Figura 65 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 07 Pressão 1200mT e Temperatura de placa 20°C.....	82
Figura 66 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 08 Pressão 600mT e Temperatura de placa -10°C.	82
Figura 67 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 09 Pressão 600mT e Temperatura de placa 50°C.....	83
Figura 68 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 10 Pressão 600mT e Temperatura de placa 20°C.....	83
Figura 69 Teste T para as amostras reidratadas por 5 minutos em água destilada a 25°C, das partes "T", "A" e "C" do peixe Pintado liofilizado.	91
Figura 70 Teste T para as amostras reidratadas por 15 minutos em água destilada a 25°C, das partes "T", "A" e "C" do peixe Pintado liofilizado.	91
Figura 71 Teste T para as amostras reidratadas por 25 minutos em água destilada a 25°C, das partes "T", "A" e "C" do peixe Pintado liofilizado.	92
Figura 72 Espectros de cor do peixe Pintado nos parâmetros de liofilização dos experimentos 01 a 08. PINT FR 08= amostras de Pintado fresco PINT LIOF 08= amostras de Pintado liofilizado PINT REID 08 = amostras de Pintado liofilizado e reidratado.....	93
Figura 73 Espectros de cor do peixe Pintado nos parâmetros de liofilização dos experimentos 09 a 10. PINT FR 10= amostras de Pintado fresco PINT LIOF 10= amostras de Pintado liofilizado PINT REID 10 = amostras de Pintado liofilizado e reidratado.....	94

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Delineamento experimental para os experimentos de colorimetria com ponto central em duplicata.....	22
Tabela 2 Dados de reidratação coletados para os 10 experimentos (média de 34 amostras).....	26
Tabela 3 Parâmetros ótimos de temperatura das placas de aquecimento e pressão na câmara de liofilização para as diferentes partes do peixe Pintado liofilizado e liofilizado e reidratado.....	56
Tabela 4 Dados de Ressonância Magnética Nuclear (CPMG T ₂) do experimento de reidratação das amostras de peixe Pintado liofilizado.....	60
Tabela 5 Dados de Ressonância Magnética Nuclear (CPMG T ₂) do experimento de migração da água em amostras de peixe Pintado liofilizado nas temperaturas 5, 15, 25, e 45°C.....	61
Tabela 6 Dados de colorimetria do experimento 01. Parâmetros de processamento: Pressão 0,1mT e Temperatura de placa -10°C.....	84
Tabela 7 Dados de colorimetria do experimento 02. Parâmetros de processamento: Pressão 0,1mT e Temperatura de placa 50°C.....	84
Tabela 8 Dados de colorimetria do experimento 03. Parâmetros de processamento: Pressão 1200mT e Temperatura de placa -10°C.....	84
Tabela 9 Dados de colorimetria do experimento 04. Parâmetros de processamento: Pressão 1200mT e Temperatura de placa 50°C.....	85
Tabela 10 Dados de colorimetria do experimento 05. Parâmetros de processamento: Pressão 0,1mT e Temperatura de placa 20°C.....	85
Tabela 11 Dados de colorimetria do experimento 06. Parâmetros de processamento: Pressão 600mT e Temperatura de placa 20°C.....	85
Tabela 12 Dados de colorimetria do experimento 07. Parâmetros de processamento: Pressão 1200mT e Temperatura de placa 20°C.....	86
Tabela 13 Dados de colorimetria do experimento 08. Parâmetros de processamento: Pressão 600mT e Temperatura de placa -10°C.....	86
Tabela 14 Dados de colorimetria do experimento 09. Parâmetros de processamento: Pressão 600mT e Temperatura de placa 50°C.....	86
Tabela 15 Dados de colorimetria do experimento 10. Parâmetros de processamento: Pressão 600mT e Temperatura de placa 20°C.....	87

Tabela 16 Dados de reidratação coletados para o experimento 01. Parâmetros de processamento: Pressão 0,1 mT e Temperatura de placa -10 °C.....	87
Tabela 17 Dados de reidratação coletados para o experimento 02. Parâmetros de processamento: Pressão 0,1 mT e Temperatura de placa 50°C.....	87
Tabela 18 Dados de reidratação coletados para o experimento 03. Parâmetros de processamento: Pressão 1200 mT e Temperatura de placa -10°C.....	88
Tabela 19 Dados de reidratação coletados para o experimento 04. Parâmetros de processamento: Pressão 1200 mT e Temperatura de placa 50°C.....	88
Tabela 20 Dados de reidratação coletados para o experimento 05. Parâmetros de processamento: Pressão 0,1 mT e Temperatura de placa 20°C.....	88
Tabela 21 Dados de reidratação coletados para o experimento 06. Parâmetros de processamento: Pressão 600 mT e Temperatura de placa 20°C.....	89
Tabela 22 Dados de reidratação coletados para o experimento 07. Parâmetros de processamento: Pressão 1200 mT e Temperatura de placa 20°C.....	89
Tabela 23 Dados de reidratação coletados para o experimento 08. Parâmetros de processamento: Pressão 600 mT e Temperatura de placa -10°C.....	89
Tabela 24 Dados de reidratação coletados para o experimento 09. Parâmetros de processamento: Pressão 600 mT e Temperatura de placa 50°C.....	90
Tabela 25 Dados de reidratação coletados para o experimento 10. Parâmetros de processamento: Pressão 600 mT e Temperatura de placa 20°C.....	90
Tabela 26 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor L* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado.....	94
Tabela 27 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor L* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.....	94
Tabela 28 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor a* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado.....	95
Tabela 29 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor a* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.....	95
Tabela 30 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor b* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado.....	95
Tabela 31 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor b* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.....	96
Tabela 32 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor ΔE da parte "T" do peixe Pintado liofilizado.....	96

Tabela 33 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor ΔE da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.....	96
Tabela 34 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor L^* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado.	97
Tabela 35 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor L^* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	97
Tabela 36 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor a^* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado.	97
Tabela 37 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor a^* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	98
Tabela 38 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor b^* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado.	98
Tabela 39 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor b^* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	98
Tabela 40 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor ΔE da parte "A" do peixe Pintado liofilizado.	99
Tabela 41 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor ΔE da parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	99
Tabela 42 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor L^* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado.	99
Tabela 43 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor L^* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	100
Tabela 44 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor a^* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado.	100
Tabela 45 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor a^* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	100
Tabela 46 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor b^* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado.	101
Tabela 47 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor b^* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	101
Tabela 48 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor ΔE da parte "C" do peixe Pintado liofilizado.	101
Tabela 49 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor ΔE da parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	102

Tabela 50 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro de textura compressão simples referente a parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	102
Tabela 51 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro de textura compressão simples referente a parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	102
Tabela 52 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro de textura compressão simples referente a parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.	103

1. RESUMO

A liofilização tem como objetivo estabilizar alimentos, por meio das múltiplas operações, as quais o material é submetido durante o processamento: congelamento, sublimação, secagem a vácuo, além do armazenamento do material seco sob condições controladas. Além disso, obter produtos de mais alta qualidade, com reconstituição instantânea e que ainda possuam longo tempo de vida de prateleira. O Pintado (*Pseudoplatystoma corruscans*) é um peixe de água doce encontrado no Pantanal do Mato Grosso, Brasil. Seu tamanho, precocidade e alta prolificidade fazem do mesmo uma ótima opção para a piscicultura. A Liofilização é o único método prático para a produção de filés de peixes secos de alta qualidade, com mínimas alterações físicas ou químicas. Em alimentos, a água é o componente mais importante do sistema, pois influencia muitas variáveis do processamento, características do produto e atributos de estabilidade. A mobilidade molecular é considerada a chave para a estabilidade do produto. A disponibilidade da água indica quão livremente as moléculas de água podem participar das reações. O objetivo deste projeto foi estudar as relações entre migração e redistribuição de umidade, sobre a qualidade e estabilidade dos liofilizados. Foi determinada a influência das variáveis de processo (pressão na câmara de liofilização e temperatura das placas de aquecimento que variaram de 0 a 1200mT e de -10 a 50°C, respectivamente) sobre a qualidade do produto final e tempo de liofilização. Os critérios definidos para avaliar a qualidade do produto foram cor, taxa de reidratação, mobilidade molecular e textura. A otimização das condições de liofilização dos filés de pintado foi determinada pelo uso do método da superfície de resposta. A técnica de ressonância magnética nuclear de baixa resolução CPMG (T_2), foi empregada para estudar as relações entre migração e redistribuição de umidade, sobre a qualidade e estabilidade dos liofilizados.

ABSTRACT

Freeze-drying consists in a multistage operation that stabilizes foods through the four main operations: freezing, sublimation or primary drying, desorption stage or secondary drying and storage of the dried material under controlled conditions. Moreover, freeze-drying allows obtaining products of superior quality, which are easily reconstituted and have long shelf-life. This long shelf life eases manufacture, distribution, and storage. Pintado (*Pseudoplatystoma corruscans*) is a freshwater fish from the swamp of Mato Grosso, Brazil. Its large size precocity and high prolificacy make it adequate for the practice of fish culture. Freeze-drying is the only practical method for the production of high quality dehydrated fillet fish with minimal physical and chemical changes. In foods, water is the most important component in the system, because it influences so many process variables, product characteristics, and stability attributes. The molecular mobility is considered as the key to product stability. The objective of this study was to determine the influence of process variables and freeze-drying time on the quality of the products. The criteria defined to evaluate the quality of the product were: color, hydration rate, moisture migration and texture. The freeze-drying optimization was performed using the surface response method. In this study a pulse nuclear magnetic resonance ^1H NMR technique was used to determine the percentage of the signal on relaxation times (T_{21} , T_{22} and T_{23}) from CPMG experiments on fillets of freeze dried samples of Pintado (*Pseudoplatystoma corruscans*) at 5 to 45°C and in the freeze-dried fillets was rehydrated in a controlled manner in environments chambers (100% relative humidity) at 25°C. Analysis of the data obtained from CPMG experiments using the MARAN WinDXP software resulted in a spectra of T_2 . It was obtained profiles of water fractions with distinct mobility. These profiles were affected by environments conditions as temperature, moisture and water activity. The resonance magnetic technique using CPMG (T_2) method was used to study the water relations in Pintado fish: migration, redistribution and their influences on quality and stability of the freeze dried products.

2. INTRODUÇÃO

2.1 Liofilização

A liofilização é um processo de remoção da maior parte da água contida em materiais sólidos, ou soluções, por sublimação. Se a concentração for maior do que 1%, em termos de sólidos solúveis, o produto seco possuirá o mesmo volume inicial da solução, o que permite obter produtos de baixa densidade aparente (Pitombo,1989).

A liofilização é uma técnica extremamente útil para conservar preparações instáveis, além da conservação de muitos organismos vivos, em perfeitas condições, por longos períodos de armazenamento em temperatura ambiente.

A conservação de produtos biológicos pela redução do conteúdo de água pode ser alcançada através de várias técnicas de desidratação. Entre estes métodos, a liofilização é considerada como um processo de referência por fornecer produtos desidratados de alta qualidade.

Comparado com as técnicas clássicas de desidratação, as principais vantagens da liofilização são:

- A preservação da maioria das propriedades da matéria-prima como; forma, aparência, sabor, cor, aroma, textura, e atividade biológica.
- Armazenamento à temperatura ambiente, desde que a embalagem seja adequada.
- Simplificação na distribuição e economia de energia durante a estocagem.
- Economia considerável no transporte e facilidade na reconstituição do produto liofilizado.

As principais desvantagens do liofilizado são a sua fragilidade, e baixa densidade. Resultando em uma maior suscetibilidade à oxidação, bem como à sorção de umidade.

A liofilização é um método conveniente de conservação de carnes em geral, especialmente nos casos onde se deseja armazenar a temperatura ambiente e naqueles onde os custos e esforços para o transporte de grandes quantidades de água tornam-se proibitivos (transporte aéreo, por exemplo).

Este processo de secagem envolve uma etapa preliminar que consiste no congelamento dos produtos a serem liofilizados, seguido da sua locação em uma câmara de pressão reduzida (<300Pa) com um fornecimento de calor suficiente para sublimar o gelo (2800 J por grama de gelo). Como qualquer outro processo de

secagem, a liofilização é um processo simultâneo de transferência de calor e massa. A força motora da transferência de calor é o gradiente de temperatura e a da massa o gradiente de pressão.

Fornece-se calor para sublimar a água sem, no entanto, descongelar o produto. É necessário que exista um gradiente de pressão de vapor entre o produto congelado e o condensador, para que haja transporte de massa. Contudo, fica-se amarrado ao critério: manter o produto o tempo todo no estado sólido. Portanto, impõe-se que o material seja convenientemente congelado, e a partir desse momento toda e qualquer alteração estrutural seja evitada.

O congelamento preliminar do produto endurece sua estrutura e subsequente previne o movimento de líquido e soluto durante a liofilização (Levine & Slade, 1991). Durante o congelamento de uma solução a água transforma-se em gelo num variado, porém alto grau de pureza. Os constituintes não aquosos são concentrados em uma pequena quantidade de água, resultando em alterações significativas das propriedades da fase não congelada. A estrutura da água e a interação soluto-água podem vir a serem alteradas.

Como resultado do congelamento pode haver formação de misturas eutéticas, ou precipitados amorfos. A intensidade dessas alterações varia em função do material, bem como da velocidade do congelamento.

Produtos que no congelamento não formam eutético, mas sim estruturas altamente viscosas e amorfas, não sofrem transições de fase definidas, no entanto podem fluir em função da temperatura e umidade devido à redução da viscosidade. Esse fenômeno é chamado de colapso estrutural, que fenomenologicamente trata-se de evento similar à transição vítrea de polímeros amorfos (Pitombo, 1994).

Transição vítrea é a passagem de um líquido para o estado sólido sem mudança de fase. Quando um polímero no estado vítreo é aquecido, seu volume específico aumenta em velocidade constante. A uma certa temperatura, de transição vítrea, essa velocidade aumenta levando a uma descontinuidade na curva de expansão de volume.

Abaixo da temperatura de transição vítrea o polímero exibe um comportamento semelhante ao vidro. Elevando-se a temperatura a valores acima da transição vítrea, o polímero amolece comportando-se como borracha. Prosseguindo o aquecimento, a borracha é gradualmente convertida em goma, e finalmente transforma-se num líquido.

Nos produtos liofilizados, o colapso é uma alteração estrutural, perceptível como um encolhimento radial da matriz sólida.

A causa desse encolhimento é atribuída a uma redução da viscosidade. Os valores limites que suportam a matriz sólida são de 10^7 - 10^{12} cP . Portanto o colapso é o resultado da ação, de forças gravitacionais de superfície que promovem o escoamento da matriz sólida. O fenômeno de colapso foi recentemente revisto por (Roos, Karel, Kokine,1996)

Durante o congelamento, há a formação de cristais de gelo que crescem e criam uma cadeia uniforme ao longo do produto que após a sublimação do gelo, deixam uma matriz homogênea porosa por toda a estrutura do material. Reações químicas e ou enzimáticas são significativamente limitadas, assim como, serão reduzidos os fenômenos de perda de aroma e degradação de vitamina, em comparação aos métodos convencionais de secagem (Simatos et al., 1988).

A baixa qualidade de produtos liofilizados encontrados no mercado pode ser atribuída geralmente à qualidade da matéria-prima (natureza e grau de amadurecimento) e as condições de processamento (pressão operacional, temperatura de aquecimento, taxa de congelamento e controle do processo de liofilização) (Genin & René, 1996a,b) (Bengtsson, 1975).

O conhecimento do caráter higroscópico de um liofilizado é fundamental. Sendo um produto obtido através de um processo que retira a água da matéria-prima durante horas até transformá-la em um sólido seco, se não forem impostas barreiras à transferência de vapor de água, a recuperação do estado original pode ser instantânea. Daí, o nome liofilização ser derivado do termo líofilo, que significa: amigo do solvente.

Por meio da liofilização, tem-se uma interessante demonstração das sutilezas entre as relações da água com os materiais. Sendo um processo de não-equilíbrio, está sob controle cinético, e envolve estados vítreos meta-estáveis ao invés de equilíbrio termodinâmico de fases (Franks,1991). Portanto, o entendimento da liofilização está relacionado às questões estruturais, como as transições vítreas, e os fenômenos reológicos (Pitombo,1989) .

Outra característica importante no processo de liofilização é seu alto custo, tanto para o capital de investimento como para a operação do processo. Para uma escala industrial, Flink (1977) considerou que o custo de operação do processo de liofilização é de quatro a cinco vezes mais alto que o processo de secagem por spray-drying, e oito a dez vezes mais alto que o de evaporador de estágio único. Portanto uso da

liofilização na indústria de alimentos está restrito aos produtos de alto valor agregado como café, chá e infusões. Ingredientes para comida pronta, como, legumes, macarrão, carne, pesca, etc., além de várias ervas aromáticas.

Um dos principais problemas do processo de liofilização é sua longa duração (1-3 dias). Isto ocorre devido à baixa transferência de calor interna dentro do produto assim como a baixa pressão de operação do processo, o principal meio de transferência de calor é por radiação, há um baixo ambiente de convecção, assim como da condução entre a superfície que estabelece contato com o material. Isto explica o porque da maioria dos processos em escala piloto tratarem da melhoria de transferência de calor para redução do tempo de liofilização e o custo de processamento (René *et al.*, 1993).

Foi durante o programa Apollo, da Agência Espacial Americana, NASA, o qual levou o homem para a Lua, que mais se investiu em pesquisas básicas, para elucidação dos mecanismos que regulam alguns dos atributos do alimento liofilizado. Desde então, foram desenvolvidos, produtos tecnológicos a partir dos fundamentos adquiridos.

Muitos sistemas tem sido testados como a introdução de microondas ou radiação infravermelha (Le Loch,1992), ou pré-tratamento do produto (moagem, desidratação parcial, etc).

Outros trabalhos têm estudado as vantagens da liofilização a pressão atmosférica em leite fluidizado de grãos de zeolite (Wolff & Gilbert, 1988), neste caso, os investimentos e o custo operacional são relativamente inferiores em comparando a liofilização convencional utilizando pressão reduzida (bomba de vácuo e condensador não são necessários), mas o tempo de processamento é muito longo e a qualidade do produto inferior (aparência, cor, etc.).

O critério de qualidade tem se tornado progressivamente mais importante para escolha do consumidor. Assim, produtos industriais e ingredientes têm de oferecerem propriedades convenientes que torne o produto processado o mais próximo possível do produto fresco. Ao mesmo tempo, a demandas de novos mercado na indústria alimentícia estão convergindo para o uso de produtos liofilizados, por exemplo, frutas desidratadas para uso em produtos matinais, cereais, sorvete ou fabricação de massa.

Embora há muito tempo existam indústrias de liofilização no Brasil, sua produção era totalmente voltada para exportação. Por ser mais caro, o produto liofilizado era preterido por produtos mais baratos, não se levando em conta, a sua superior qualidade.

O hábito alimentar não é criado apenas pelas necessidades nutricionais, mas muito freqüentemente pela emoção. O alimento traz prazer, como por exemplo, as bebidas: café, vinho e refrigerante. O alimento é consumido com satisfação, sendo esta diretamente ligada aos atributos sensoriais: aroma, sabor, textura, e em alguns casos como, por exemplo, os salgadinhos, ao som.

Há mudança de hábitos alimentares devido às necessidades sociais. Daí o surgimento dos denominados alimentos de conveniência, abrindo um novo mercado: a liofilização de insumos para o preparo de refeições domésticas.

Portanto, devido à crescente urbanização e conseqüente mudança de hábitos alimentares, a pesquisa e desenvolvimento na área de alimentos deve estar atenta às novas necessidades impostas pela sociedade. A industrialização de alimentos deve se intensificar nos próximos anos, haverá, portanto, uma maior demanda por novos procedimentos industriais, desenvolvidos a custos cada vez mais competitivos. Assim sendo, espera-se que a liofilização desempenhe um papel cada vez mais importante para a conservação de alimentos.

2.2 Técnicas de ressonância magnética nuclear (RMN)

A utilização de RMN em alimentos tem se desenvolvido rapidamente nos últimos tempos permitindo a obtenção de um grande número de informações a respeito da composição e mobilidade dos componentes sólidos e líquidos do alimento. Por meio da avaliação da contribuição do relaxamento dos vários componentes do alimento, informações das características dinâmicas e estruturais em sistemas complexos como são os alimentos podem ser obtidas de maneira rápida, não invasiva e de forma precisa (Belton, 1995).

A técnica de RMN é baseada nas propriedades magnéticas do núcleo atômico. Ela revela importantes informações sobre a estrutura molecular, taxas de reações químicas e processos de difusão. Qualquer núcleo com um número quântico ($I \neq 0$), quando submetido a um campo magnético, pode absorver e emitir energia através de radiação eletromagnética. A maioria dos elementos da Tabela Periódica apresenta ao menos um isótopo capaz de ser medido por ressonância magnética nuclear. O próton (núcleo H^1) e um isótopo de carbono estável, o núcleo C^{13} , são os mais utilizados em RMN.

Os aparelhos de ressonância magnética nuclear são classificados de acordo com a intensidade de seus campos magnéticos (Weisser,1990). São encontrados instrumentos de alta e de baixa resolução. No presente trabalho será utilizado um espectrômetro RMN de baixa resolução(23 MHz).

Em experimentos onde se utilizam espectrômetros de RMN de baixa resolução a quantidade de átomos de hidrogênio na amostra a ser medida é essencialmente constante. Se um pulso de frequência de rádio é aplicado por alguns microssegundos, todos os núcleos de hidrogênio são impulsionados a girar em 90° em relação a um campo magnético estático. Quando o pulso é desligado eles retornam ao seu estado original por um processo chamado relaxação nuclear, emitindo um sinal de RMN. A amplitude inicial é proporcional ao número de prótons da amostra. A subsequente “queda livre do sinal induzido” (FID – “Free induction decay”) é a soma dos mecanismos com os diferentes tempos de relaxação dependendo do estado físico no qual os prótons estão. Os tempos de relaxação dos núcleos de hidrogênio na fase sólida decaem mais rapidamente que aqueles na fase líquida. Então, como o tempo de relaxação registrado consiste de sinais superpostos em pelo menos dois componentes, serve como base para diferenciação entre os prótons sólidos (estruturais) e os prótons líquidos.

Os tempos de relaxação estão relacionados com a mobilidade molecular dos sistemas. Em líquidos, as interações dipolo-dipolo são responsáveis pelo mecanismo dominante de relaxação nuclear. Estas interações dipolo-dipolo são responsáveis pelo mecanismo dominante de relaxação nuclear. Estas interações afetam o sinal, portanto afetam o tempo de relaxação (T_2). O tempo de relaxação (T_2) está relacionado com a taxa de movimento dos prótons que está dentro de limites. O limite de baixa mobilidade é estabelecido pela estrutura de rede “rígida”. Em um limite superior, a taxa de FID (queda livre do sinal induzido) pode ser determinada pela heterogeneidade do campo aplicado ou, mais ainda pela heterogeneidade da amostra. O T_2 pode ser medido utilizando-se da seqüência CPMG (Carr & Purcell, 1954; Meiboom & Gill, 1958) que consiste de um pulso de 90° de uma rádio frequência específica, seguido de uma série de pulsos deslocados em fase 180° . É útil utilizar a seqüência de pulsos para determinar o tempo de relaxação spin-spin (T_2) para determinações de mobilidade mais altas, pois os tempos de queda podem ser registrados em valores mais longos que aqueles FID correspondentes. Em um tempo tau (τ) após o pulso inicial, outro pulso de rádio frequência é aplicado, um pulso 180° , e no tempo 2τ o sinal “spin-eco” é medido.

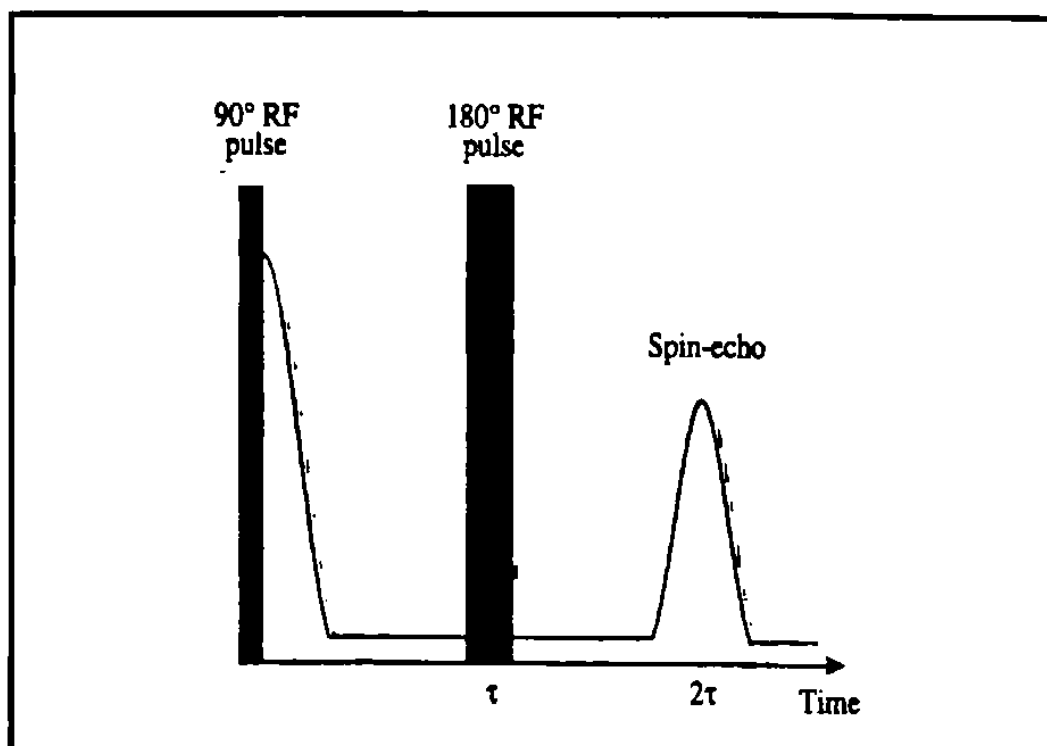


Figura 1 Sequência de pulsos spin-eco (Chen et al., 1997)

Os valores de T_2 , obtidos pelo FID, em geral são menores que para o T_2 CPMG devido à influência da não homogeneidade do campo causada pelo magneto, pelo tempo morto do detector de sinal e susceptibilidade às variações dentro da amostra.

Um aparelho de RMN pode também estimar a T_g (temperatura de transição vítrea) considerando esta temperatura como a "temperatura limite da estrutura rígida". A transição vítrea ocorre em uma faixa de temperatura, embora seja freqüentemente referida como um único valor de temperatura. O valor T_g de uma proteína, por exemplo, tem relação com a proteína e com o teor de água no produto. A água age como um plasticizante ao oferecer maciez. Como resultado, a presença de água sempre diminui o ponto de T_g de um sistema. Encontrar este valor é muito importante, pois as propriedades mecânicas de um produto mudam drasticamente quando transformado de um estado vítreo para um estado emborrachado. O coeficiente de difusão é tão pequeno no estado vítreo que pode limitar reações e cessar ou diminuir extremamente a velocidade das transformações nos sistemas alimentares. Se o material vítreo é plasticizado pelo aumento da temperatura ou adição de água, pode ocorrer colapso da estrutura, cristalização, endurecimento, e amaciamento da estrutura.

A mobilidade da água em sistemas alimentares é muito complexa. Sistemas de matriz em multicamadas polarizadas têm a mobilidade restringida se compararmos com a água pura. Esta multicamada pode ser formada da seguinte maneira: Os grupos hidrofílicos nas macromoléculas formam pontes de hidrogênio com as moléculas de água mais próximas, e estas, devido à polarização causada pelas pontes de hidrogênio, irão se inclinar para formar pontes de hidrogênio com as moléculas de água da próxima camada, e assim por diante. Esta monocamada de moléculas de água está fortemente imobilizada, e assim se comporta, em muitos aspectos (em espectroscopia por RMN inclusive), como parte de um sólido, ou como água no gelo. Com o acréscimo de água às macromoléculas, camadas adicionais de água se ligam à monocamada, para se formar multicamadas de água. A atração ou energia de ligação da água é atenuada com a distância das macromoléculas. O tempo de relaxação constante spin-spin (T_2) pode ser usado para indicar a mobilidade destas camadas de água, por identificar com tempos T_2 diferentes para cada camada (fortemente ligada ou estruturada, fracamente ligada) conforme sua energia de ligação. Por exemplo, a monocamada de moléculas de água que estão diretamente ligadas às macromoléculas por pontes de hidrogênio normalmente apresenta um T_2 de dezenas de microssegundos similares aos prótons no gelo e muitas macromoléculas, enquanto que a massa de água nas multicamadas do sistema tem um T_2 de dezenas a centenas de milissegundos. Em alimentos, pode-se assumir que existem dois, três ou quatro componentes distinguíveis a serem medidos. Na verdade, as moléculas de água podem existir em um número infinito de estados em sistemas alimentares embora haja vários estados dominantes que são governados por estruturas físicas e químicas do sistema (Ruan, 1998)(figura 2).

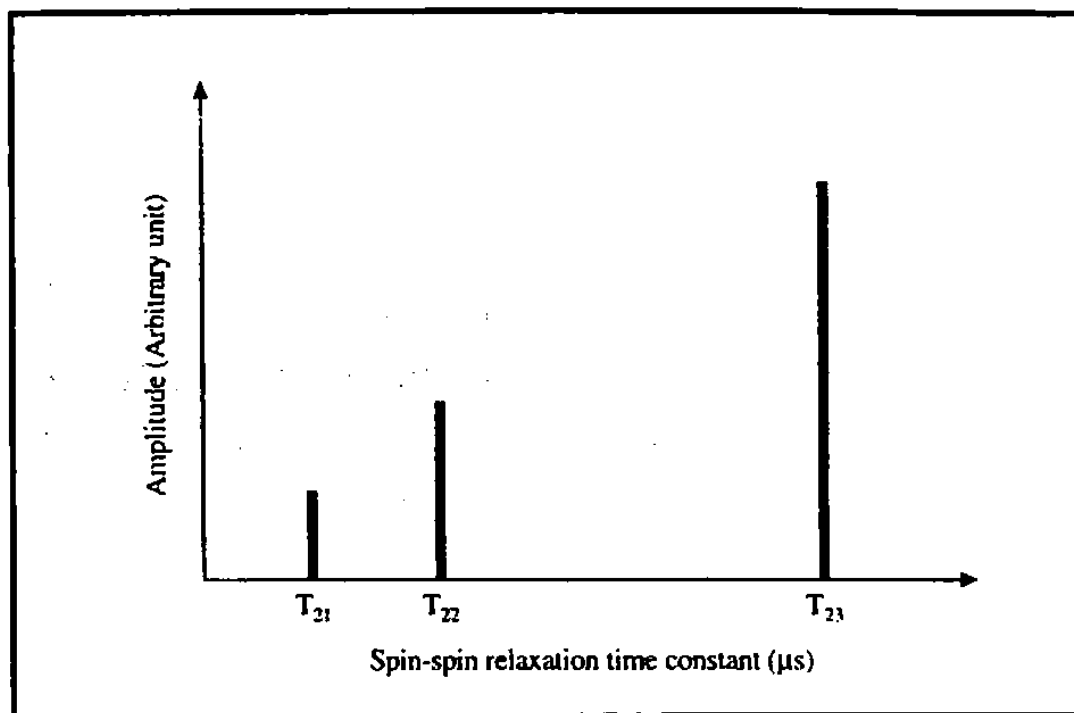


Figura 2 Diagrama esquemático de um modelo de três componentes para um comportamento multiexponencial de relaxação de prótons.

O procedimento mais comum para a análise do comportamento da relaxação é pelas curvas de relaxação com o menor número de termos exponenciais discretos possíveis e que promova uma representação satisfatória dos dados experimentais, como por exemplo, os resultados que são apresentados no trabalho Nuclear Magnetic Resonance Studies of Water Mobility in Freeze-dried Pintado (*Pseudoplatystoma corruscans*) (Lima, & Pitombo, 2000).

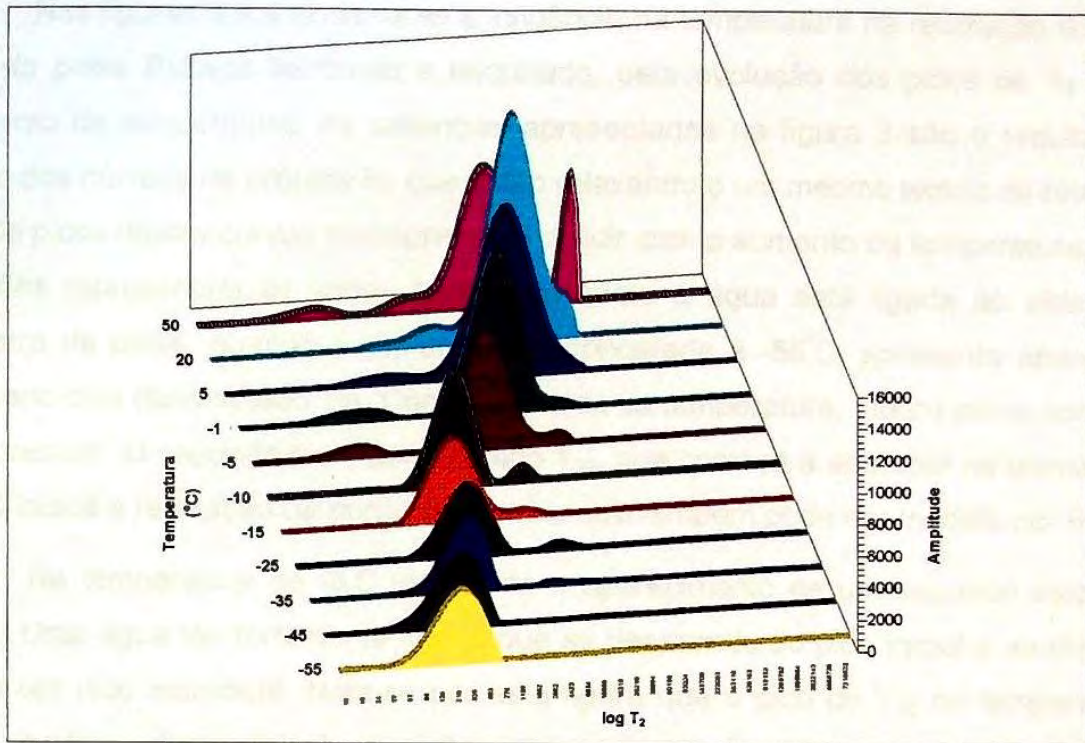


Figura 3 Influência da variação da temperatura sobre o tempo de relaxação spin-spin (T_2) do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

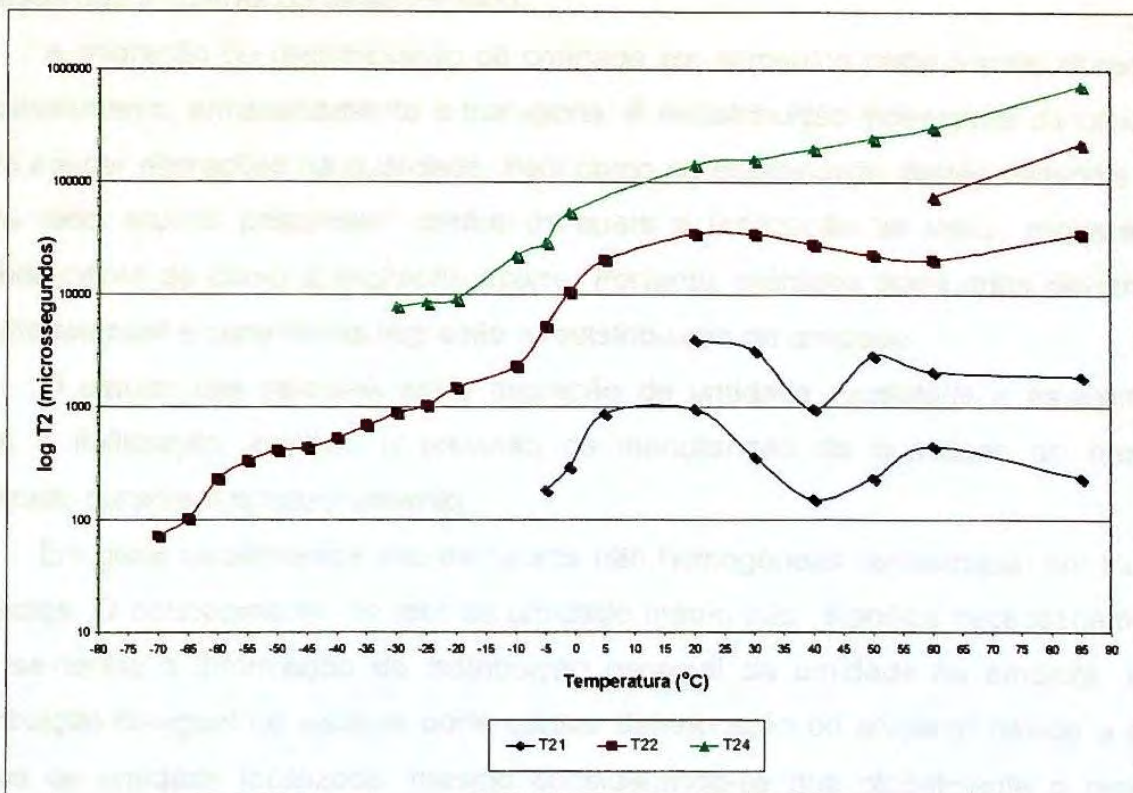


Figura 4 Influência da temperatura sobre a relaxação spin-spin (T_2) do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

Nas figuras 3 e 4 observa-se a influência da temperatura na relaxação spin-spin (T_2) do peixe Pintado liofilizado e reidratado, pela evolução dos picos de T_2 com o aumento da temperatura. As saliências apresentadas na figura 3 são o resultado da soma dos núcleos de prótons H_1 que estão relaxando a um mesmo tempo de relaxação T_2 . Os picos destas curvas começam a se dividir com o aumento da temperatura. Estas divisões representam as várias formas de como a água está ligada ao sistema. A amostra de peixe, quando completamente congelada à -55°C , apresenta apenas um pequeno pico denominado T_{22} . Com o aumento da temperatura, alguns picos começam a sobressair. O segundo pico, denominado T_{24} , que começa a aparecer na temperatura -25°C indica a relaxação da gordura do peixe que também pode ser medida por RMN.

Na temperatura de -5°C verifica-se o aparecimento de um segundo estado da água. Uma água tão fortemente ligada que se desprende do pico inicial e se distingue como um pico individual. Nota-se por esta figura que o pico de T_{22} na temperatura -25°C está exatamente na posição intermediária dos dois picos formados na temperatura -5°C . A diferença entre estas duas curvas é de apenas 5°C e esta mudança é importante, pois está clara uma transição no comportamento das moléculas de água das amostras do peixe Pintado.

A migração ou redistribuição da umidade em alimentos pode ocorrer durante o processamento, armazenamento e transporte. A redistribuição indesejável da umidade pode causar alterações na qualidade, bem como na estabilidade destes materiais. Por outro lado, muitos processos, dentre os quais a liofilização se inclui, requerem o conhecimento de como a migração ocorre. Portanto, métodos adequados devem ser projetados para o controle da migração e redistribuição da umidade.

O estudo das relações entre migração de umidade, qualidade e estabilidade após a liofilização, permite a previsão da manutenção da qualidade do produto liofilizado durante o armazenamento.

Em geral os alimentos são estruturas não homogêneas (anisotropia) em muitos aspectos. O conhecimento do teor de umidade médio não significa necessariamente que se tenha a informação da distribuição espacial da umidade na amostra. Uma distribuição desigual no sistema pode causar deterioração do alimento devido a altos teores de umidade localizada, mesmo considerando-se que globalmente o produto apresente baixa atividade de água.

Pode-se ainda considerar que a distribuição da mobilidade molecular da água na amostra não seja uniforme, devido as diferentes interações água-sólidos em alimentos anisotrópicos (Nagashima, 1981).

O estudo da migração de água através de técnica de RMN tem sido proposto a partir dos modelos desenvolvidos por STEJSKAL, 1968.

O Pintado (*Pseudoplatystoma corruscans*) ou Surubim é um peixe da espécie pertencente à família Pimelodidae, subordem Characoidei, com altíssimo potencial de criação nos trópicos. É um dos maiores peixes do Brasil e a sua precocidade, rusticidade, carne saborosa e valor comercial, fazem do mesmo uma ótima opção de criação do pequeno ao grande piscicultor.

Dados do Ministério da Agricultura apontam para a produção de 45.000 ton/ano com aquicultura, ou 35.000 ton./ano se for contada apenas a piscicultura, atingindo a área de quase 30.000 ha em 1997. A venda de rações para peixes triplicou entre os anos 95/96 e 96/97 e hoje temos mais de 2.000 pesque-pague cadastrados somente em São Paulo.

As exportações brasileiras são pouco significativas. Até 2000, o saldo comercial de pescados no país era negativo. Em 2001, foi positivo em US\$ 58,8 milhões, em 2002, positivo em US\$ 131,9 milhões. O setor representa hoje 0,4% do PIB nacional e é responsável por 834 mil empregos no país, segundo a Agência Câmara.

Para garantir a sustentabilidade da atividade, melhorando o desempenho e qualidade no mercado de pescados, o governo federal criou, em 2003, a Secretaria Especial de Aquicultura e Pesca que possui o intuito de multiplicar por 18 a produção de pescado até 2006, utilizando para isto os reservatórios das hidrelétricas. As maiores hidrelétricas do país (Itaipu, Furnas, Três Marias, Sobradinho, Serra Tucuruí) têm capacidade de produzir 18,6 milhões de toneladas de pescado.

Embora sujeita a problemas ambientais e a doenças, que podem comprometer a qualidade da produção, a aquicultura destaca-se por oferecer alimentos saudáveis e ser rica fonte de proteínas para a população. O pescado representa de 7,5 a 10% das carnes consumidas no Brasil.

O produtor médio de peixes está investindo em tecnologia e aumentando a área cultivada e podemos afirmar que a criação de peixes de água doce e o seu consumo está crescendo rapidamente no Brasil, embora o apoio da pesquisa junto ao produtor seja pouco efetivo.

Pretende-se obter parâmetros, para a viabilização do emprego da liofilização do Pintado em escala industrial, pois é determinante a conservação deste peixe de alto valor unitário, por um método seguro e de longa vida de prateleira.

2.3 Avaliação objetiva da cor

Cor e aparência são importantes atributos de qualidade na aceitabilidade de um produto comestível. Varia com a espécie animal, idade, sexo e estado geral. Durante a industrialização, os diversos processos sofridos pela carne como: corte, tratamento térmico, resfriamento, congelamento, embalagem e estocagem levam a alterações nas propriedades, entre elas a coloração natural (Ayrosa & Pitombo, 1998). (Ayrosa & Pitombo, 2000)

A cor influencia muito o consumidor, que relaciona carne fresca com uma cor viva. Uma coloração escura é freqüentemente associada à ausência de frescor, e esta impressão reduz a expectativa ou prejudica a percepção do sabor quando a carne é consumida.

A cor pode ser definida como a sensação experimentada por um indivíduo quando a energia sob a forma de radiação dentro do espectro visível atinge a retina do olho. A faixa de comprimento de onda visível a olho nu compreende uma pequena parte do espectro eletromagnético inteiro, que vai aproximadamente de 380 a 780 nm (Giese, 2000, Francis & Clydesdale, 1975, GULLET et al, 1972).

A medição de cor é um parâmetro crítico e objetivo de qualidade que pode ser usado para as seguintes aplicações: índice de qualidade para matéria-prima e alimentos processados; determinação de qualidade para especificação de alimentos; e para análise de mudanças na qualidade como resultado de processamento, estocagem e outros fatores (Giese, 2000).

A opinião visual sobre a cor de um alimento pode ser afetada por uma grande variedade de fatores, desde condições de iluminação e ângulo de observação até diferenças individuais de percepção. Por este motivo, a instrumentação fornece um consistente método de controle de qualidade (Ferreira, 1991).

Quando a luz atinge um objeto, ela é refletida, absorvida ou transmitida. Porque a luz refletida determina a cor de um material, a aparência pode mudar dependendo da quantidade de luz, da fonte desta, do ângulo de visão do observador, tamanho e diferenças de fundo. Dependendo de como a luz atua, produtos alimentícios podem ser classificados como opacos, translúcidos ou transparentes (Giese, 2000).

Uma grande variedade de escalas de cor são usadas para descrever a cor. As mais usadas em indústrias de alimentos incluem o sistema CIE, sistema Hunter Lab, e sólido de cor Munsell.

A "Comission International de l' Eclariage" ou CIE desenvolveu o mais importante sistema para a descrição de cor. O sistema é baseado no uso de uma fonte padrão de iluminação e um observador padrão.

O Hunter L, a, b e escala de cor CIELAB, são sistemas usados na indústria de alimentos que medem o grau de luminosidade (L), a intensidade de vermelho ou verde (+/- a), e a intensidade de amarelo ou azul (+/- b) (Giese, 2000).

3. OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho é a obtenção de filés de pintado liofilizados de alta qualidade, determinando a influência das variáveis de processo (pressão na câmara e temperatura de placa de aquecimento) sobre a qualidade do produto final e tempo de liofilização. Os critérios definidos para avaliar a qualidade do produto final foram a cor, taxa de reidratação, textura e mobilidade molecular da água no peixe Pintado liofilizado e reidratado em relação ao peixe fresco. A otimização das condições de liofilização dos filés de Pintado foram determinadas pelo uso do método da superfície de resposta. Além de estudar as relações entre migração e redistribuição de umidade sobre a qualidade do peixe Pintado.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

4.1.1 Matéria prima

As amostras de peixe Pintado foram compradas em um estabelecimento comercial com fornecimento semanal de peixes. Os peixes, com média de peso de 2,5 Kg, são originários de um único grande aqüicultor que fornece os peixes semanalmente e apresentam tamanho, peso e idade padronizados. Estes peixes são resfriados e transportados para o laboratório, onde os músculos são removidos na forma de filés, incluindo a região ventral e dorsal.

O peixe Pintado foi dividido em três partes para os experimentos de liofilização.

A parte denominada "A" é composta pelas amostras de filé de peixe localizadas próximas a cabeça. São caracterizadas por apresentarem uma musculatura mais compacta, baixo teor de gordura e uma pele grossa e resistente que foi extraída para as liofilizações, pois representava uma barreira física à saída da água a ser sublimada. Ela envolve os órgãos internos e apresenta uma cor mais clara por ter pequena função na mobilidade dos peixes.

A parte denominada "T" é composta pelas amostras localizadas na parte central do peixe Pintado e é comumente utilizada na culinária na forma de postas devido a sua conformação concêntrica. Apresenta uma grossa camada de gordura na região dorsal, a qual foi retirada para os experimentos de liofilização. Apresenta longitudinalmente uma linha lateral que tem função sensorial para o peixe. Esta linha lateral se mostra de uma cor vermelho escura e foi eliminada para os experimentos de avaliação da cor por representar uma parcela pequena e fina, não representativa da musculatura dos peixes.

A parte "C" representa as amostras de peixe próximas a cauda e é rica em musculatura estriada. Mais fina e pouco estriada, pode ser facilmente distinguível das outras partes (figuras 5 e 6).



Figura 5 Divisão do peixe Pintado para os experimentos de liofilização.

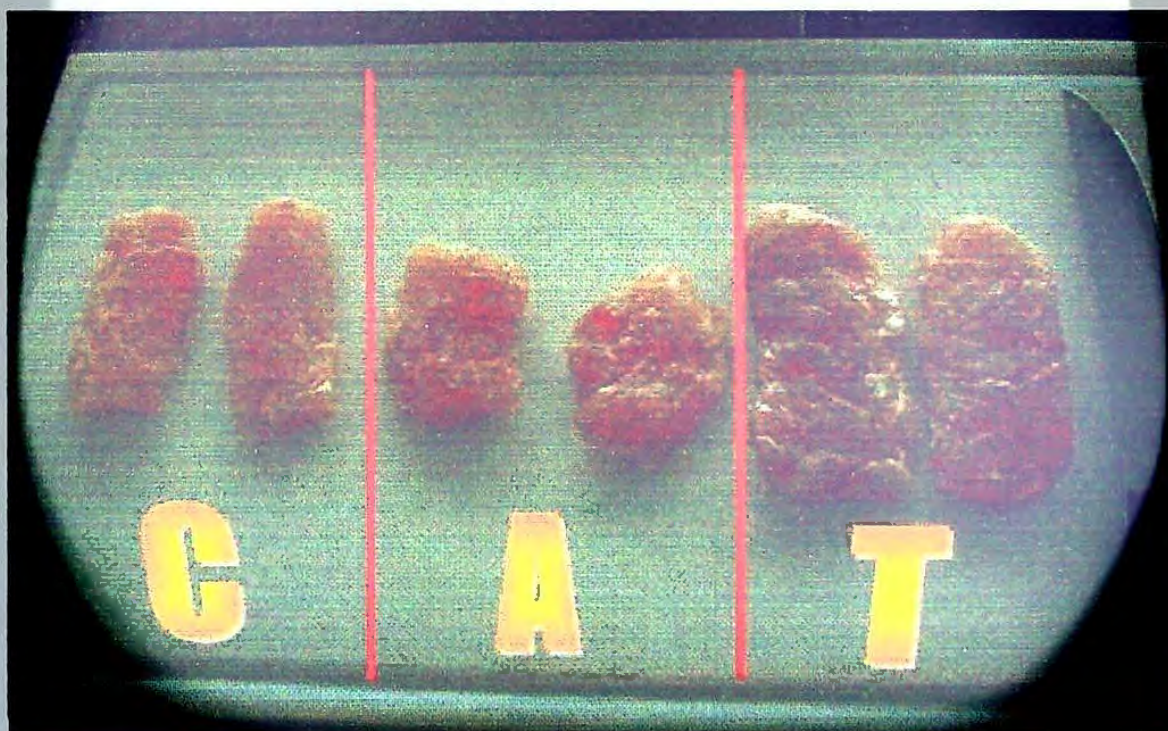


Figura 6 Filés de peixe Pintado nas diferentes partes para o estudo.

4.1.2 Equipamentos

- Liofilizador Microprocessado da FTS Systems, dotado de central de controle, bomba de vácuo de dois estágios, extrator de amostras, analisador de umidade, sistema de fechamento de amostras eletro-mecânico, operando sob fluxo laminar.
- Ressonância Magnética Nuclear (RMN), MARAN, Microprocessado, Resonance Instruments, de 23 MHz.
- Espectrofotômetro HunterLab modelo UltraScanTMXE
- Analisador de Textura, TA.XT2 STABLE
- Balança Analítica, NAGENA, AW-M8021
- Higrômetro Novasina Aw-center
- Balança analítica, Explorer - OHAUS
- Bomba de vácuo, PRIMAR, 141-2VC
- Estufa incubadora para B.O.D., FANEM, 347 F.
- Freezer, KELVINATOR, Series 100.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Estudo dos parâmetros de liofilização

Por meio do software Lyphoware for Windows Accelerator foram determinadas:

- Curvas de secagem,
- Perfis de temperatura,
- Temperatura de placas, produto e condensador,
- Nível de vácuo

4.2.2 Taxa de reidratação

A capacidade de reidratação será medida pesando-se cerca de 1g de liofilizado após imersão por 5, 15 e 25 minutos em água destilada a temperatura de 25°C. O coeficiente de reidratação será definido como sendo a relação entre a quantidade de água absorvida sobre a quantidade total de água removida pela liofilização.

4.2.3 Avaliação objetiva de cor

As avaliações de cor serão realizadas em espectrofotômetro da Hunter Lab. Sendo os resultados expressos no sistema colorimétrico Cie L*, a*, b* de acordo com Clydesdale (1984).

As amostras tiveram seus valores de reflectância (L*, a*, b*) registrados no espectrofotômetro HunterLab, modelo UltraScan™XE e sistema CIELAB, com ângulo do observador de 10° e iluminante D65 .

No Sistema L, a, b as gradações de claro e escuro são representadas pelo valor L, o vermelho por +a, verde por -a, amarelo por +b e o azul por -b.

Para o cálculo do ΔE^* foi utilizada a equação de Scofield que determina a diferença no espaço entre duas cores. A sensibilidade do olho humano é capaz de notar pequenas diferenças entre as cores da ordem de aproximadamente 0,2 ΔE (GULLET et al., 1972; AYROSA & PITOMBO, 2000).

Equação de Scofield:

$$\Delta E^* = \sqrt{\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2}}$$

4.2.4 Estudos da migração e redistribuição da umidade

Empregando técnicas de ressonância magnética nuclear (RMN), Medidas do tempo de relaxação (spin-spin T_2) foram empregadas para caracterizar a mobilidade da água (CHEN et al, 1997) (CURRIE, et al, 1981) (YASUY, 1979) (WEISSER, 1990), utilizando-se o método CPMG (Carr Purcell, Meiboom e Gill, 1958) utilizando-se os parâmetros: P90= 3,5 μ s; P180= 7,0 μ s; Dead1= 3 μ s; Dead2= 5 μ s; frequência do espectrômetro= 23 MHz; O1= 200.000 – 400.000; tamanho de filtro= 1.000 MHz; DW= 1,0 μ s; Tau= 50 μ s; DS= 2; RF= 100%; número de scans (ns) = 128 para as amostras reidratadas e 1024 para as amostras liofilizadas.

O número de "scans" (ns) nos experimentos por CPMG variou conforme o teor de umidade das amostras, portanto a amplitude de sinal de uma amostra com baixo teor de umidade pode ser igual ao de uma amostra com alto teor de umidade, diferente do esperado. Apesar deste procedimento, os tempos de relaxação e a porcentagem dos sinais que podem ser qualificados de uma amostra não variam, apenas a acuidade dos resultados é melhor por não mascarar resultados pela ausência de sinal.

As amostras liofilizadas foram reidratadas em um dessecador com saturação de umidade por 3, 24 e 48 horas e analisadas para a obtenção da curva de relaxação (T_2)

Após este procedimento, as amostras foram congeladas e depois reaquecidas a 5°C, 15°C 25 °C e 45 °C, onde novamente foram Medidos os tempos de relaxação por RMN.

As amostras foram mantidas por 10 min antes de cada medição no controlador de temperatura para se estabilizar a temperatura e a distribuição de umidade.

4.2.5 Textura

As análises de textura foram feitas em aparelho analisador de textura, modelo TA.XT2, acoplado a um microcomputador com software para processar os dados e calcular os parâmetros mecânicos de textura (Ayrosa & Pitombo, 1996a, b) (Brandt et al., 1963).

Nos métodos de compressão simples (Teste de dureza), foram testados quatro amostras para cada parte (anterior "A", central "T" e caudal "C") do peixe Pintado. As amostras foram processadas em filés e padronizou-se o tamanho da amostra em formas cilíndricas de 2,5cm de diâmetro e 2 cm de altura aproximadamente. Metade das amostras foi imediatamente analisada e a outra metade foi submetida à liofilização e posterior reidratação. Todas as amostras foram mantidas à temperatura ambiente (25°C) durante os experimentos e testadas no Analisador de Textura, TA.XT2 por um probe cilíndrico de 2,5 cm de diâmetro, para o experimento de compressão simples. Nos experimentos foram utilizados os parâmetros de velocidade de compressão a 2mm/s e compressão de 50%.

4.2.6 Planejamento experimental

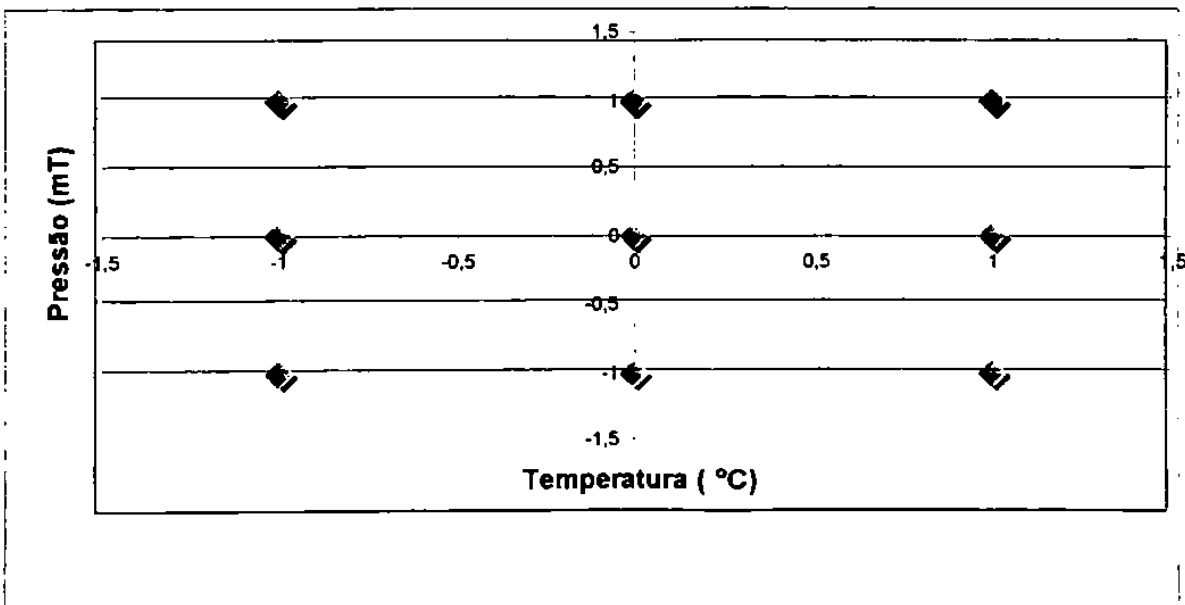
A Metodologia da Superfície de Resposta (MSR) é o conjunto de métodos estatísticos que emprega dados quantitativos, originados de planejamentos experimentais convenientes, para determinar e resolver equações (modelos) multivariadas (BAKER et al., 1988).

Essas equações podem ser representadas graficamente como superfícies de resposta, descrevendo as variáveis, suas interações e o efeito combinado sobre as respostas (METTLER & SEIBEL, 1993; BARROS NETO et al., 1995; MORGAN, 1997).

Os experimentos de superfície de resposta para a cor e textura foram planejados de acordo com Doehlert (1970). São dois fatores: pressão na câmara e temperatura de placa. Este plano experimental requer dez ensaios com seis pontos uniformemente distribuídos, sobre o domínio do experimento, com um ponto central em duplicata. As condições experimentais no ponto central foram $T = 20^{\circ}\text{C}$ e $P = 600 \text{ mT}$. Os valores das variáveis codificadas e reais estão dispostos na Tabela 1.

Tabela 1 Delineamento experimental para os experimentos de colorimetria com ponto central em duplicata

Temperatura das placas:	-10 °C	20 °C	50 °C	Pressão na câmara:			0,1 mT	600 mT	1200 mT	
	-1	0	1				-1	0	1	
	Exp 01	Exp 02	Exp 03	Exp 04	Exp 05	Exp 06	Exp 07	Exp 08	Exp 09	Exp 10
Temperatura (°C)	-1	1	-1	1	0	0	0	-1	1	0
Pressão (mT)	-1	-1	1	1	-1	0	1	0	0	0
Temperatura (°C)	-10	50	-10	50	20	20	20	-10	50	20
Pressão (mT)	0	0	1200	1200	0	600	1200	600	600	600



A metodologia de superfície de resposta foi planejada para testar a hipótese do efeito da combinação dos parâmetros de temperatura de placa e pressão no liofilizador sobre a cor, textura, taxa e distribuição de umidade na reidratação e seus efeitos na migração de umidade de hidratação observados por RMN de baixa resolução.

Os valores de pressão na câmara e temperatura de placas foram escolhidos para se testar os valores de temperatura de transição ($-6,31^{\circ}\text{C}$ e $-22,43^{\circ}\text{C}$) encontrados por Pitombo e Lima (2003) (Figura 7) para o peixe Pintado, onde são relacionados ao congelamento do gelo e à água ligada, respectivamente.

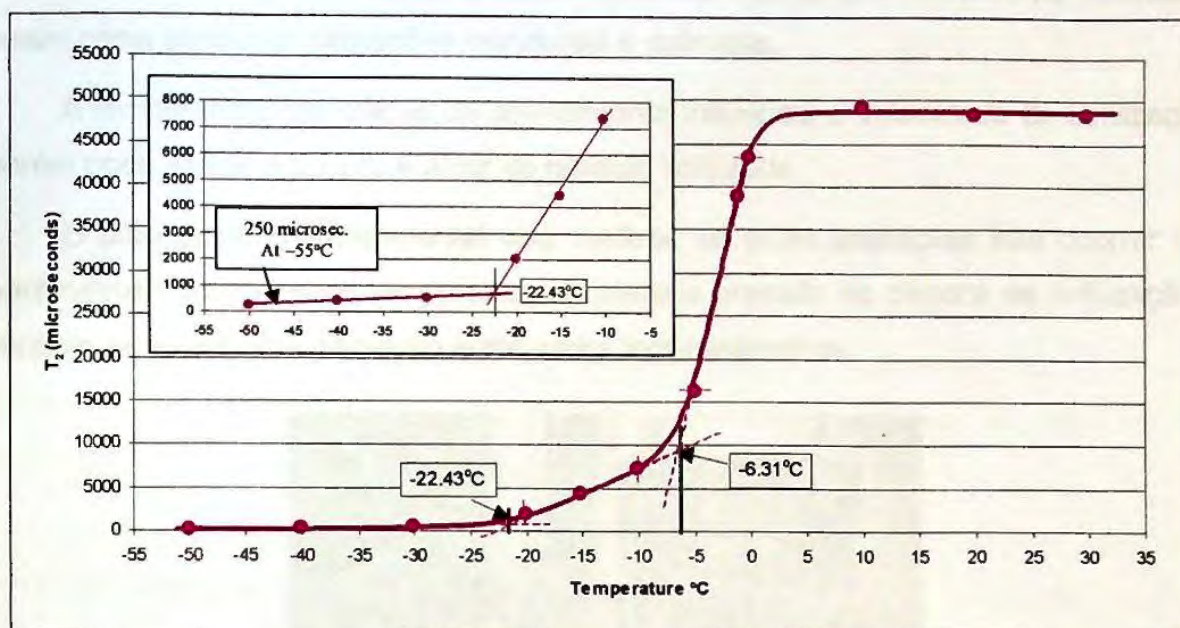


Figura 7 Valores do tempo de relaxação (T_{23}) em relação à temperatura de amostras do peixe Pintado fresco. (Curva de aquecimento)

O valor de $-22,43^{\circ}\text{C}$ é menor que o encontrado como os valores de transição vítrea para os peixe Bacalhau e Cavala ($-11,7^{\circ}\text{C}$ e $-13,3^{\circ}\text{C}$) por Brake and Fennema (1999) em 204 experimentos utilizando DSC. Steen & Lambelet (1997) não observou nenhuma alteração nos valores de T_2 do bacalhau estocados por 2 meses a -70 e -20°C , mas para produtos estocados a -10°C observou-se um significativo aumento dos valores de T_2 .

A pressão na câmara de liofilização determina a temperatura do produto durante a secagem primária. Amostras de peixe Pintado liofilizado sob pressões de 10, 600 e 1200mT, como foram estipuladas no delineamento experimental, serão mantidos, na secagem primária, em temperaturas de -58 , -23 e -15°C , respectivamente. Portanto nos experimentos onde a pressão utilizada é de 1200mT, as temperaturas das amostras na secagem primária, serão maiores que os valores da transição ($-22,43^{\circ}\text{C}$), podendo ocorrer alterações na cor, textura, ou pequenos colapsos da matriz liofilizada que comprometerão a taxa ou mobilidade da água na reidratação das amostras liofilizadas. Durante a secagem primária, onde predomina a secagem da água congelada por sublimação, a estabilidade física do produto final liofilizado é garantida por manter a matriz liofilizada estável e altamente higroscópica. Nesta etapa, a temperatura do produto deverá ser mantida abaixo do ponto eutético, quando este existir, ou abaixo do menor valor de temperatura da faixa de transição vítrea para não ocorrer o colapso da

matriz. O colapso pode reduzir a capacidade de reidratação do produto liofilizado, assim como promover alterações estruturais e químicas.

A temperatura das placas de aquecimento influencia a velocidade de liofilização, porém pode alterar a textura e a cor do produto liofilizado.

O planejamento experimental visa verificar se estas alterações irão ocorrer nos parâmetros escolhidos de temperatura de placa e pressão na câmara de liofilização e verificar se existe uma interação entre estes dois parâmetros.



Figura 8 Liofilizador FTS systems utilizado nos experimentos de secagem.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Liofilização

Os experimentos de liofilização foram conduzidos conforme o planejamento experimental para se determinar a influência das condições de processamento de pressão na câmara de liofilização e da temperatura das placas de aquecimento do liofilizador sobre a cor, textura, reidratação e mobilidade molecular do peixe Pintado liofilizado comparado às amostras frescas (*in natura*).

O congelamento das amostras antes da liofilização foi efetuado em freezer a -75°C . As amostras congeladas foram monitoradas durante a liofilização nas três prateleiras do liofilizador e não apresentaram comportamento significativamente diferente.

A liofilização foi dividida em dois lotes, onde o primeiro lote (34 amostras de Pintado por experimento) foi utilizado para os experimentos de colorimetria em que as amostras foram analisadas frescas, liofilizadas e liofilizadas e reidratadas.

No segundo lote foram liofilizadas 45 amostras por experimento, sendo 6 de cada parte do peixe para os experimentos com RMN e 9 para os experimentos de textura, as quais foram analisadas frescas, liofilizadas e liofilizadas e reidratadas.

Os dados referentes aos valores de vácuo na câmara de liofilização, temperatura de ponto de orvalho (Dewpoint), temperatura do condensador, temperatura das placas de aquecimento e temperatura de duas amostras de peixe Pintado durante o processo de liofilização são visualizados nas figuras 59 a 68 em anexo.

A curva da temperatura de ponto de orvalho é muito útil para se analisar o processo de liofilização, pois indica a velocidade de secagem das amostras. Inicialmente esta temperatura se mantém em 23°C e, conforme as amostras perdem umidade, esta temperatura apresenta uma redução, pois reflete a pressão de vapor na câmara do liofilizador.

Nos experimentos em que se utiliza pressões próximas a 0 mT (experimentos 1, 2 e 5) foi observado um aumento da temperatura de ponto de orvalho após a primeira redução de temperatura. Trata-se da secagem secundária onde a água fortemente ligada a matriz sólida (água não congelável) é retirada por evaporação, diferindo da secagem primária onde a água é predominantemente retirada por sublimação. Este

fenômeno é observado, pois esta água residual está no estado líquido e a temperatura do produto positiva.

A temperatura do produto aumenta com a diminuição do teor de umidade durante o processo de liofilização e a taxa em que a temperatura do produto aumenta é significativamente alterado pela temperatura das placas de aquecimento.

Nos experimentos onde a temperatura das amostras superou a temperatura das placas de aquecimento ($T = -10^{\circ}\text{C}$) foi necessário intervir no processo e aumentar a temperatura das placas para 20°C para se retirar a umidade residual das amostras.

Os menores tempos de secagem primária foram registrados para os experimentos 1, 2 e 5, onde a pressão na câmara de liofilização utilizada foi de 0,1 mT. Provavelmente, a velocidade de liofilização foi maior por apresentarem uma secagem secundária bem definida, onde a água não sublimada foi seca por evaporação ao se aumentar a temperatura das placas de aquecimento, acelerando o processo.

O experimento 2 (pressão na câmara de liofilização 0,1mT e temperatura das placas de aquecimento 50°C), apresentou o tempo de secagem mais curto, com um tempo total de liofilização de 13 horas e 25 minutos, enquanto que o experimento 3 (pressão na câmara de liofilização= 1200mT e temperatura de placas -10°C) utilizou 40 horas para a secagem das amostras.

5.2 Reidratação

Tabela 2 Dados de reidratação coletados para os 10 experimentos (média de 34 amostras).

Média de 34 amostras	% Reidratação aos 5 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 15 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 25 minutos em relação ao peixe fresco
Experimento 01	81,30	85,60	86,80
Experimento 02	84,65	88,36	89,93
Experimento 03	85,15	87,73	89,73
Experimento 04	90,31	91,19	91,62
Experimento 05	87,65	90,93	93,11
Experimento 06	88,06	88,94	88,91
Experimento 07	88,74	90,86	92,61
Experimento 08	89,26	91,31	92,46
Experimento 09	90,33	92,49	93,55
Experimento 10	93,07	93,86	94,27

Os dados médios de reidratação obtidos para os 10 experimentos são demonstrados na tabela 2. Em todos os experimentos planejados de liofilização, o teor de umidade original das amostras frescas não foi obtido com a reidratação das amostras até os 25 minutos. Porém, em experimentos anteriores, testes demonstraram que tempos de reidratação superiores a 25 minutos não aumentaram significativamente a taxa de reidratação, além de deteriorar a camada externa das amostras promovendo uma perda de textura e a lixiviação dos componentes solúveis das amostras de peixe.

Inicialmente, algumas amostras não reidrataram de forma uniforme, apresentando manchas claras e secas próximo ao ponto central. Estas regiões eram evidenciadas ao seccionarmos as amostras. Estas amostras pertenciam principalmente a parte "A" e "C" do peixe Pintado. Este problema foi resolvido, em grande parte, pela retirada de uma pele aderida a superfície interna das amostras durante o preparo das mesmas antes da liofilização.

A maior taxa de reidratação foi observada no experimento 10 ($T= 20^{\circ}\text{C}$ e $P= 600\text{mT}$), significativamente diferente para a maioria dos experimentos excetuando o experimento 5 ($T= 20^{\circ}\text{C}$ e $P= 0\text{mT}$) para todas as partes "T", "A" e "C" e para os experimentos 4, 6 e 7 na parte "A".

O experimento 10 foi significativamente diferente do experimento 6, apesar de serem realizados com os mesmos parâmetros, nas partes "T" e "C" aos 25 minutos e na parte "T" aos 15 minutos de reidratação. Apesar disto, as diferenças nos valores de cor e textura não foram significativamente diferentes, sendo que esta diferença de em média 5% não foi suficiente para promover alterações nos resultados. Provavelmente, esta diferença entre os valores encontrados deveu-se a diferença entre os lotes de peixes e não ao processo de liofilização.

5.3 Colorimetria

5.3.1 Valores L^* , a^* e b^*

Os dados coletados em um Espectrofotômetro HunterLab ColorQuest XE e são demonstrados nas tabelas 06 a 15 em anexo.

As figuras 9 a 11 apresentam a variação dos valores L^* , a^* e b^* das amostras nos experimentos com diferentes condições de liofilização e o comportamento da coloração destas amostras submetidas à liofilização e a reidratação.

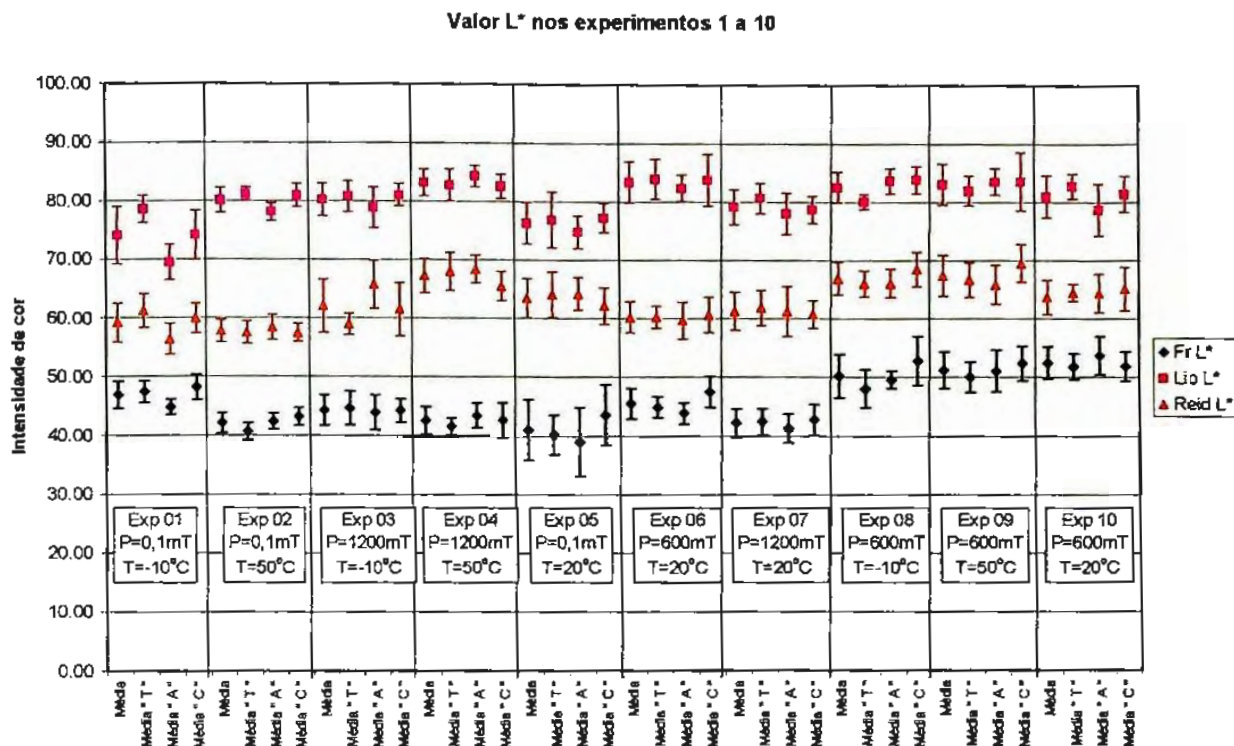


Figura 9 Variação das médias e desvios padrão totais e parciais dos valores L* coletados nos 10 experimentos realizados. Fr = Amostras de peixe Pintado fresco; Lio = Amostras de peixe Pintado liofilizadas; Reid = Amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado.

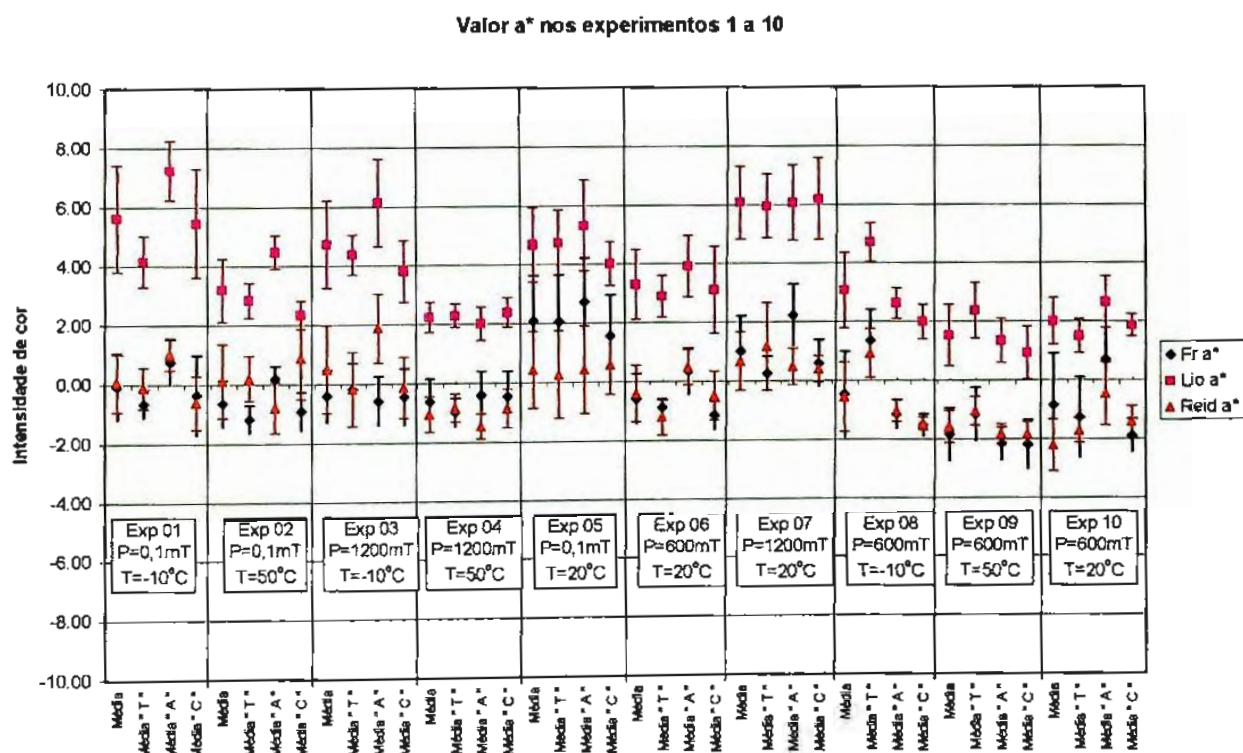


Figura 10 Variação das médias e desvios padrão totais e parciais dos valores a* coletados nos 10 experimentos realizados. Fr = Amostras de peixe Pintado fresco; Lio = Amostras de peixe Pintado liofilizadas; Reid = Amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado.

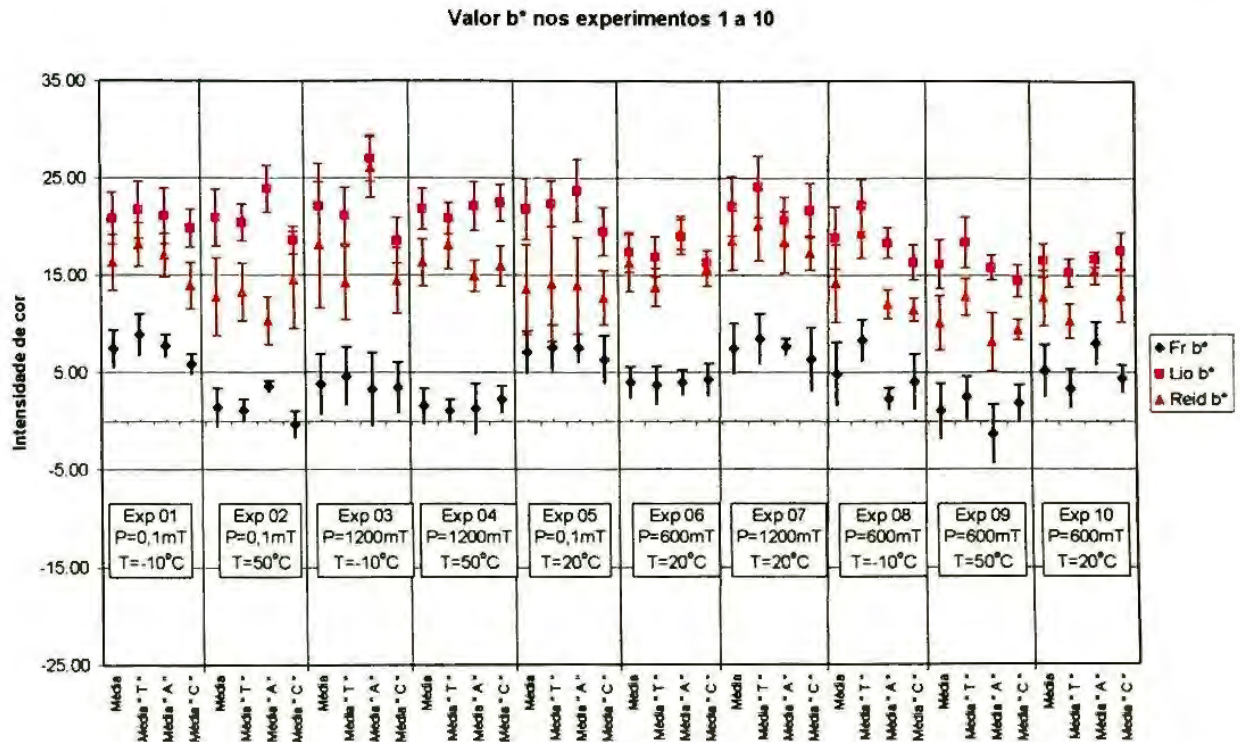


Figura 11 Variação das médias e desvios padrão totais e parciais dos valores b* coletados nos 10 experimentos realizados. Fr = Amostras de peixe Pintado fresco; Lio = Amostras de peixe Pintado liofilizadas; Reid = Amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado.

Farid et al (2000) encontraram os valores Hunter $L = 51,6$; $a = 0,7$ e $b = 7,4$ para o peixe catfish, valores estes muito próximos dos encontrados para o peixe Pintado fresco $L^* = 45,83 \pm 4,96$; $a^* = -0,22 \pm 1,55$ e $b^* = 4,40 \pm 3,38$.

Os valores de L^* , a^* e b^* foram alterados durante o processo de liofilização, aumentando a intensidade destes valores nas amostras liofilizadas.

A reidratação diminuiu a intensidade de cor das amostras, porém não os mesmos valores obtidos para as amostras frescas.

O processo de liofilização aumentou os valores de L^* . As amostras liofilizadas ficaram mais claras em relação às amostras frescas demonstrado nos experimentos, pela a intensidade deste valor que, na média, foi acrescentado em 35 nas amostras liofilizadas.

Apesar da variação natural devido a grande heterogeneidade das amostras frescas entre os experimentos (utilizou-se um peixe Pintado diferente para cada experimento), as amostras liofilizadas apresentaram valores médios de L^* semelhantes e apenas os experimentos 1 e 5 obtiveram valores médios menores que 80. Estes

experimentos utilizaram pressões baixas na câmara de liofilização (0,1mT) e este fator pode ter contribuído para a menor variação do valor L^* durante a liofilização. O experimento 2 que também foi liofilizado em condições de baixa pressão na câmara de liofilização (0,1mT) não apresentou este mesmo comportamento provavelmente devido a alta temperatura das placas de aquecimento (50°C).

A reidratação das amostras liofilizadas nos experimentos 1 e 5 promoveu uma redução do valor L^* em uma taxa menor que a apresentada em outros experimentos.

Observa-se na figura 10 que em todos os experimentos houve, com a liofilização, um aumento do valor a^* , indicando que amostras de peixe Pintado liofilizadas alteram sua cor, que é observada como produtos que apresentam uma pequena intensidade de vermelho. Com a reidratação, as amostras liofilizadas recuperam o equilíbrio entre o vermelho e o verde, característica das amostras de peixe fresco.

Nos experimento 4, 9 e 10, as amostras liofilizadas e reidratadas apresentam valores negativos de a^* , o que implica em produtos que apresentam a coloração com uma pequena intensidade para o verde.

Os valores de b^* (figura 11) aumentaram com a liofilização em todos os experimentos realizados. A presença de valores positivos de b^* indica que as amostras apresentaram maior intensidade de cor amarela. A reidratação das amostras liofilizadas, assim como ocorreu com os valores de L^* , não promoveu uma alteração dos valores b^* nas amostras liofilizadas de forma a se aproximar dos valores encontrados nas amostras frescas. Houve uma diferença estatística significativa entre os valores de b^* das amostras frescas e os valores b^* das amostras liofilizadas e reidratadas.

Os experimentos 4 e 6 (Pressão= 1200mT e temperatura 50°C, Pressão= 600mT e temperatura= 20°C, respectivamente) foram os que obtiveram as maiores diferenças entre as amostras frescas e as amostras liofilizadas e reidratadas.

5.3.2 Espectros de cor

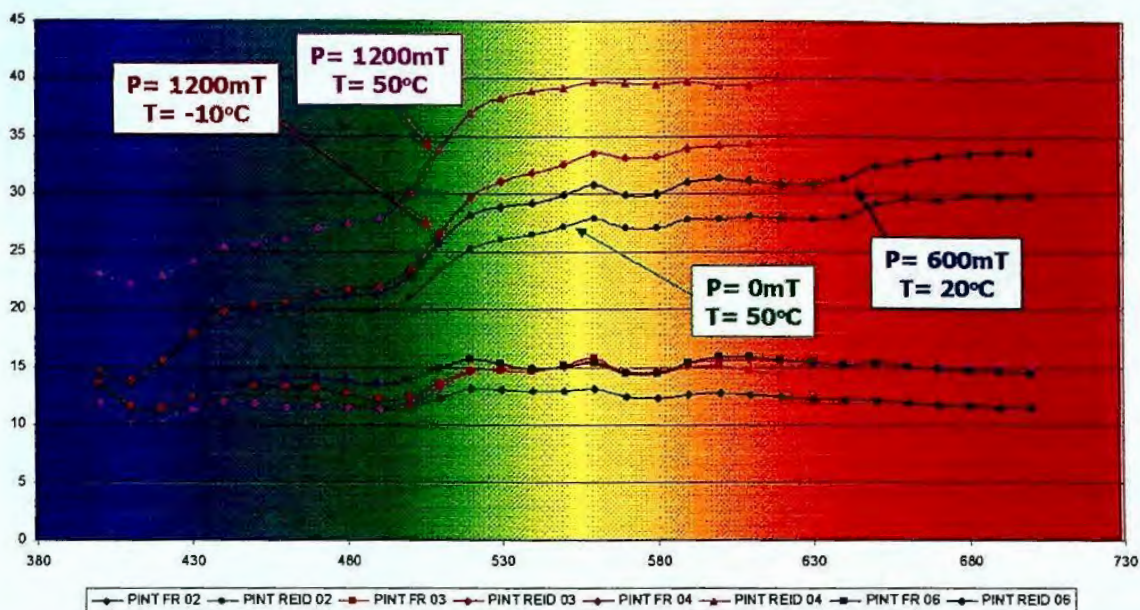


Figura 12 Espectro de cor do peixe Pintado que compara o efeito dos parâmetros pressão e temperatura da câmara de liofilização sobre a cor das amostras do peixe Pintado liofilizadas e reidratadas em relação às amostras frescas. PINT FR = amostras de Pintado frescas PINT REID = amostras de Pintado liofilizadas e reidratadas.

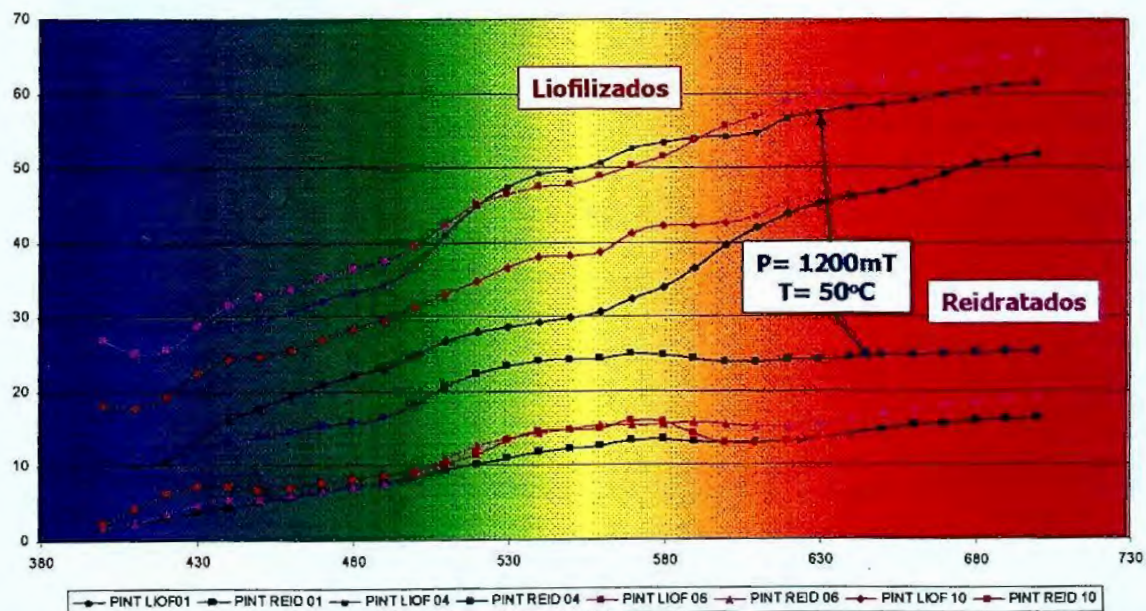


Figura 13 Espectro de cor do peixe Pintado que compara os parâmetros pressão e temperatura da câmara de liofilização sobre a cor das amostras do peixe Pintado liofilizadas e amostras de peixe liofilizadas e reidratadas. PINT FR = amostras de Pintado frescas PINT REID = amostras de Pintado liofilizadas e reidratadas.

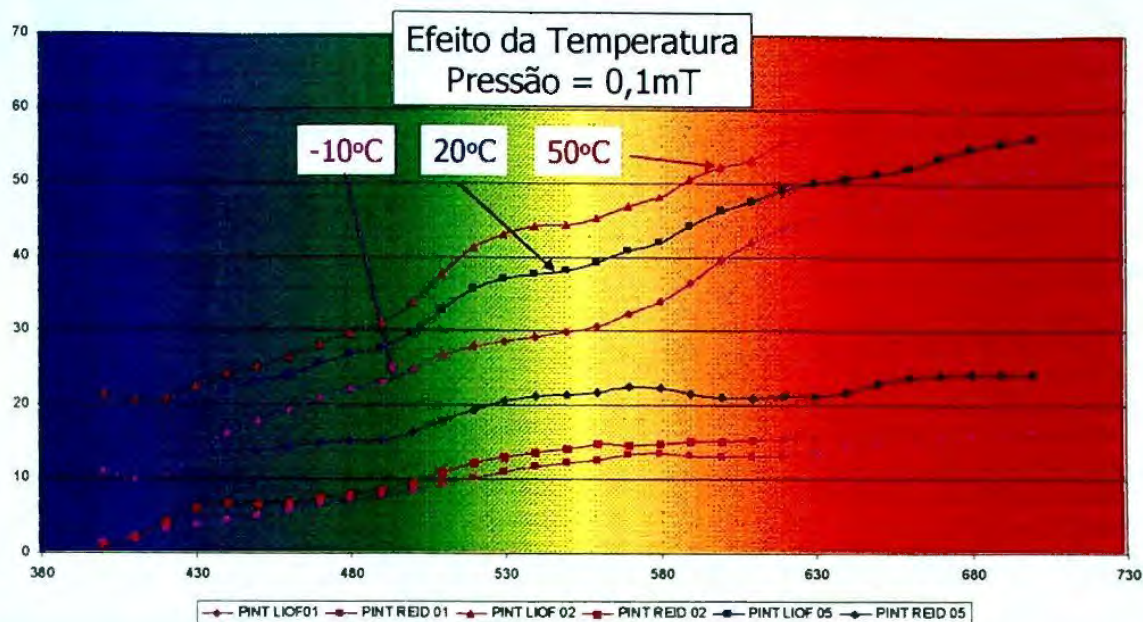


Figura 14 Espectro de cor do peixe Pintado que compara o efeito da temperatura das placas de aquecimento parâmetros em relação à pressão de 0,1mT sobre a cor das amostras do peixe Pintado liofilizadas e amostras de peixe liofilizadas e reidratadas. PINT LI = amostras de Pintado liofilizadas PINT REID = amostras de Pintado liofilizadas e reidratadas.

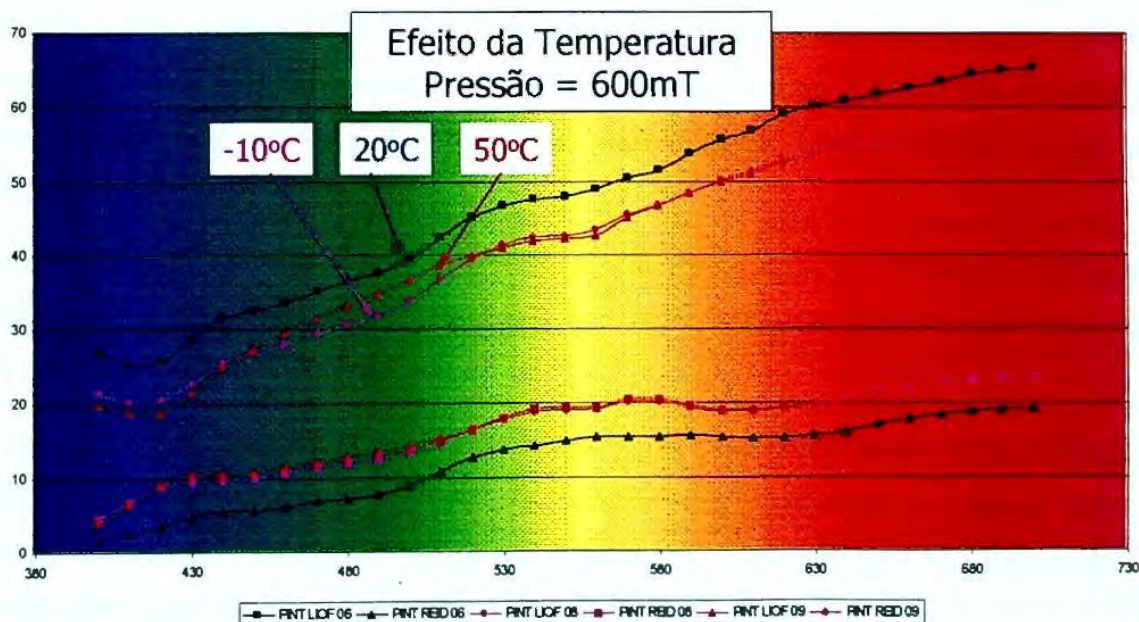


Figura 15 Espectro de cor do peixe Pintado que compara o efeito da temperatura das placas de aquecimento parâmetros em relação à pressão de 600mT sobre a cor das amostras do peixe Pintado liofilizadas e amostras de peixe liofilizadas e reidratadas. PINT LI = amostras de Pintado liofilizadas PINT REID = amostras de Pintado liofilizadas e reidratadas.

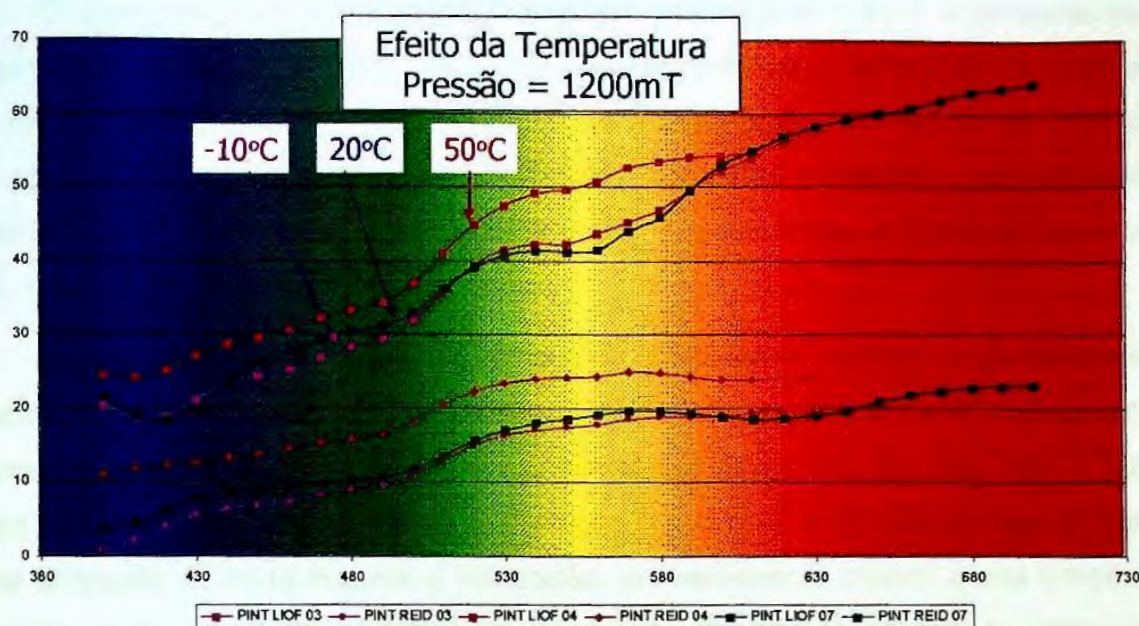


Figura 16 Espectro de cor do peixe Pintado que compara o efeito da temperatura das placas de aquecimento parâmetros em relação à pressão de 1200mT sobre a cor das amostras do peixe Pintado liofilizadas e amostras de peixe liofilizadas e reidratadas. PINT LI = amostras de Pintado liofilizadas PINT REID = amostras de Pintado liofilizadas e reidratadas.

Os espectros de cor avaliam o perfil de cor das amostras frescas, liofilizadas e liofilizadas e reidratadas. Entre as amostras liofilizadas, as condições de liofilização dos experimentos 1, 5 e 10 promoveram as menores alterações na intensidade de cor entre os experimentos efetuados, enquanto que os experimentos 4 e 6 obtiveram os maiores valores de intensidade de cor.

A alteração do espectro de cor não é uniforme, pois as amostras liofilizadas apresentam um aumento da intensidade de cor maior nos comprimentos de onda entre 520 e 700nm.

Os espectros de cor das amostras indicam que, com o processo de reidratação, a coloração das amostras liofilizadas apresentam uma intensidade menor que as amostras liofilizadas, porém as amostras liofilizadas e reidratadas não obtiveram os mesmos espectros de cor observados pelas amostras frescas.

As amostras reidratadas nas condições de liofilização dos experimentos 1 e 10 promoveram a menor alteração na intensidade de cor entre as amostras frescas e as amostras liofilizadas nos experimentos efetuados, enquanto que os experimentos 4 e 5 foram os que obtiveram as maiores diferenças nos valores de intensidade de cor.

O experimento 5 (pressão na câmara de liofilização= 0,1mT e temperatura das placas de aquecimento= 20°C) foi o que promoveu a menor alteração na intensidade de cor das amostras liofilizadas, mas durante a reidratação, os valores de intensidade de cor das amostras continuou alto, indicando que estes parâmetros alteram a cor do produto reidratado em maior grau que os outros experimentos. A forma do espectro de cor, no entanto, continuou a mesma.

O experimento 4 (pressão na câmara de liofilização= 1200mT e temperatura das placas de aquecimento= 50°C), diferentemente do experimento 5, apresenta um aumento anormal no espectro de cor entre os comprimentos de onda 490 e 530nm. Este fenômeno se mantém com a reidratação o que leva a conclusão que se trata de uma alteração ocorrida durante a liofilização, provavelmente devido à alta temperatura das placas de aquecimento associada a uma alta pressão na câmara de liofilização, e que altera irreversivelmente o espectro de cor das amostras liofilizadas.

5.3.3 Superfícies de resposta da cor

A partir dos valores L^* , a^* e b^* encontrados para as amostras nos experimentos de cor, o método de superfície de resposta foi utilizado para se avaliar a retenção de qualidade do peixe Pintado, nas partes "T", "A" e "C", após ser liofilizado e, depois de liofilizado e reidratado em relação ao peixe Pintado fresco.

A fórmula dos valores L^* , a^* e b^* dos dados utilizados nas superfícies de respostas foi:

(Valor da cor das amostras liofilizadas – Valor da cor das amostras frescas), para as superfícies de resposta do peixe Pintado liofilizado;

(Valor da cor das amostras liofilizadas e reidratadas – valor da cor das amostras frescas), para as superfícies de resposta do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

Foi utilizado um grande número de replicadas não genuínas (32 amostras para cada experimento) devido à heterogeneidade das amostras de peixe Pintado associada à pequena variação de cor verificada nas amostras com a mudança dos parâmetros de liofilização.

A Equação Geral dos efeitos pode ser representada por:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 * X + \beta_2 * Y + \beta_{12} * X * Y + \beta_{11} * X * X + \beta_{22} * Y * Y$$

Em que:

Y = estimativa dos efeitos

X = Temperatura das placas de aquecimento

Y = Pressão na câmara de liofilização

β_1 = coeficientes da regressão dos efeitos lineares (L)

β_{12} = coeficientes da regressão das interações

β_{22} = coeficientes da regressão dos efeitos quadráticos (Q)

5.3.4 Superfícies de resposta da cor na parte "T"

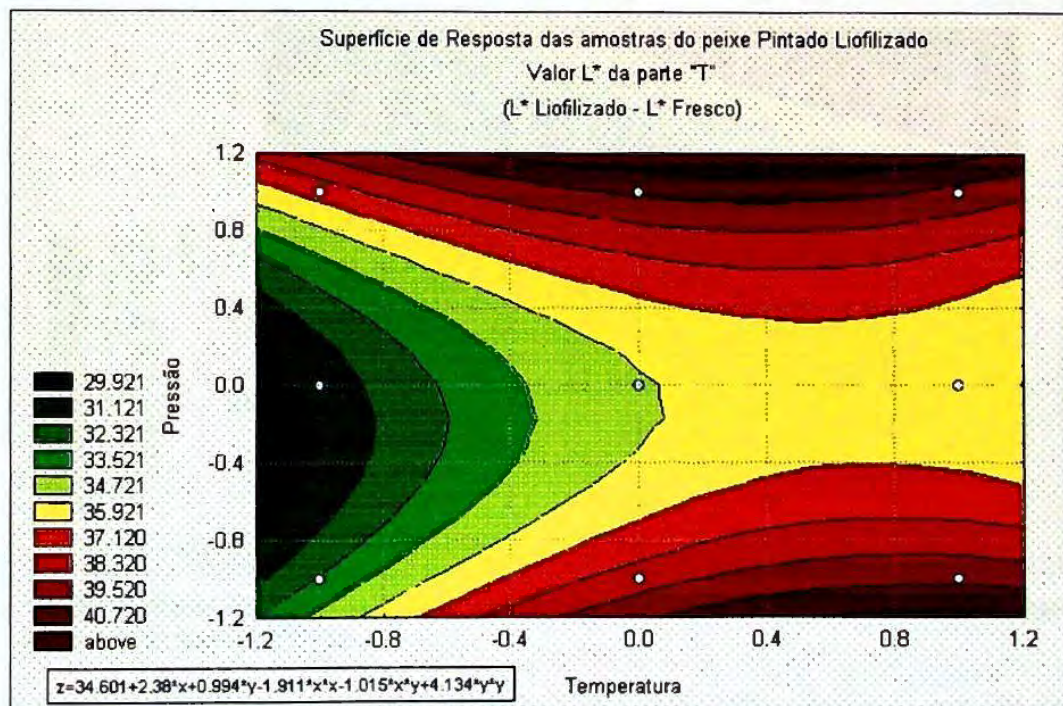


Figura 17 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor L* da parte "T" (2D).

Segundo os dados apresentados pela superfície de resposta do valor L* da parte "T" do peixe Pintado, apresentado na figura 17, o parâmetro que exerceu maior influência sobre o valor L* foi a pressão na câmara de liofilização. Os parâmetros otimizados para o valor L* das amostras liofilizadas em relação às amostras frescas foram: Pressão = 600mT e Temperatura = -10°C.

A equação do valor L^* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado foi:

$$Y = 34,601 + 2,38*X + 0,994*Y - 1,911*X*X - 1,015*X*Y + 4,134*Y*Y$$

A análise de variância (Tabela 26 Anexos) indica que, apesar do R^2 ter sido muito pequeno (0,36), a regressão foi significativa quanto à pressão na câmara de liofilização (linear e quadrática) e a falta de ajuste devido a grande quantidade de repetições.

Os parâmetros de temperatura das placas de aquecimento e a interação dos parâmetros de pressão na câmara de liofilização e a temperatura das placas de aquecimento não foi significativo na análise quadrática quanto ao valor L^* da parte "T".

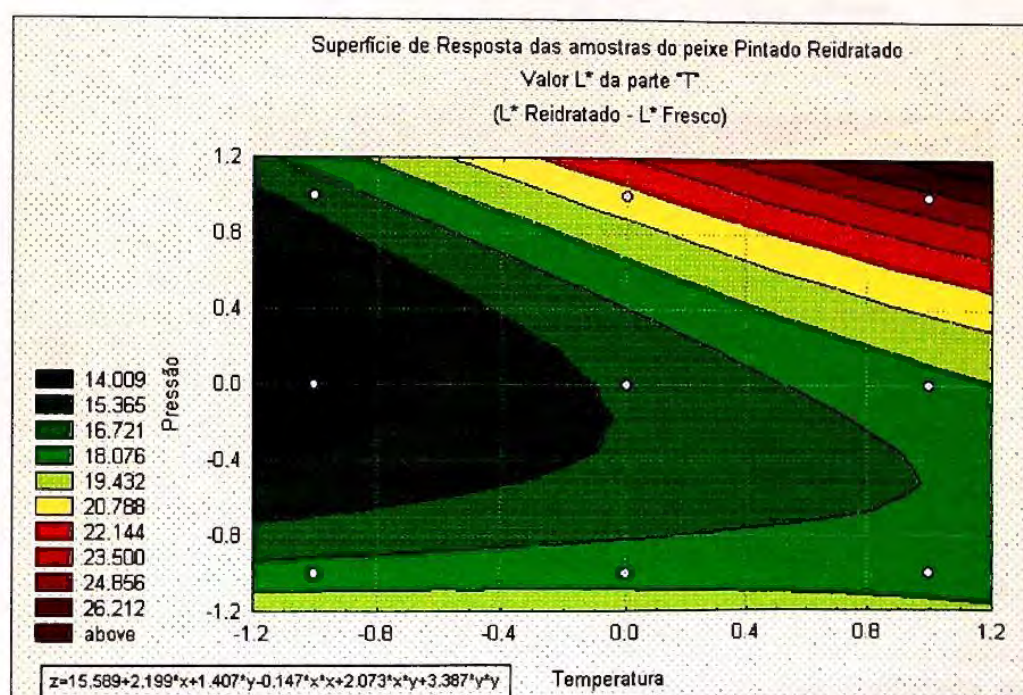


Figura 18 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor L^* da parte "T" (2D).

A reidratação das amostras de peixe da parte "T", exerceu uma reversão da alteração dos valores de L^* das amostras liofilizadas, em relação às amostras frescas, porém não recuperaram totalmente o atributo de luminosidade anterior a liofilização.

Os mesmos parâmetros de temperatura e pressão que foram as melhores condições para a manutenção da cor após o processo de liofilização, foram também as que resultaram no melhor índice retenção da cor (valor L^*) após a reidratação.

A liofilização operada com os parâmetros temperatura de placa de 50°C e pressão da câmara de 1200mT foi a que obteve a maior alteração do valor L^* na parte "T" do

peixe Pintado liofilizado e reidratado, apresentando um produto reidratado de aparência mais clara (diferença de 12,2 no valor L^*) em relação às amostras frescas.

O valor de L^* da parte "T" sofreu pouca influência da temperatura das placas de aquecimento quando as liofilizações foram efetuadas sob uma pressão na câmara de liofilização de 0,1mT.

O parâmetro de liofilização temperatura das placas de aquecimento exerceu maior influência no valor L^* , quando utilizado concomitantemente com a pressão da câmara de liofilização em 1200mT, promovendo um aumento no valor L^* de 16 para 24 na diferença entre as amostras liofilizadas e reidratadas e as amostras frescas.

A equação do valor L^* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado foi:

$$Y = 15,589 + 2,199*X + 1,407*Y - 0,147*X*X + 2,073*X*Y + 3,387*Y*Y$$

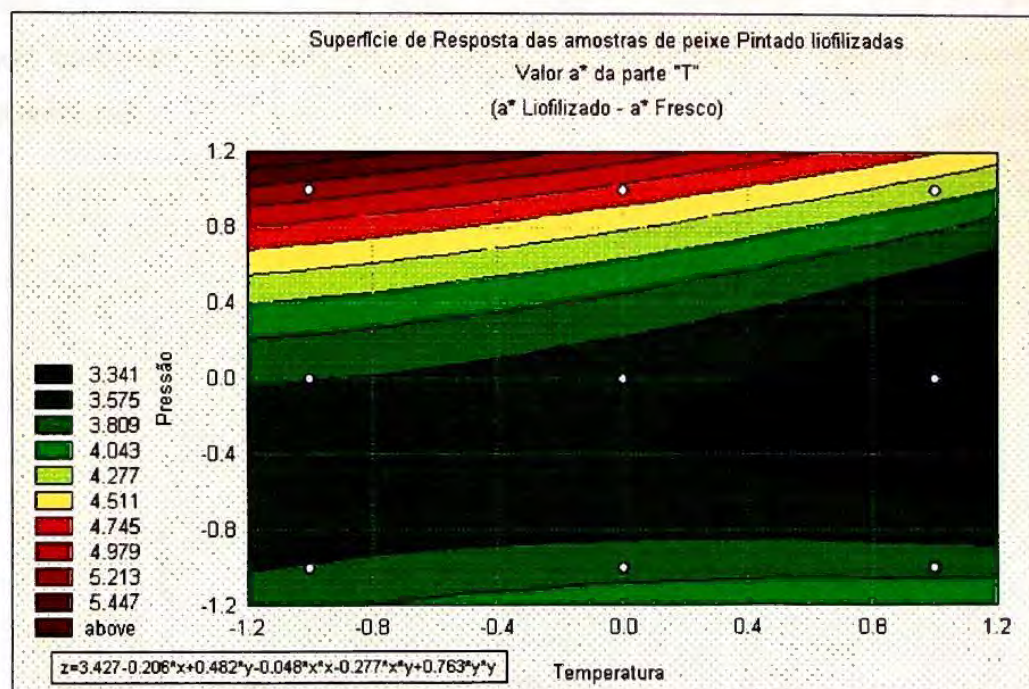


Figura 19 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor a^* da parte "T" (2D).

Observa-se na figura 19 que os parâmetros de liofilização ótimos para minimizar a perda de cor quanto ao valor a^* referentes à parte "T" do peixe Pintado liofilizado foi pressão de câmara de liofilização a 600mT e temperatura das placas de aquecimento a 50°C. Estes parâmetros são diferentes daqueles encontrados para o valor L^* (P=600mT e T=-10°C), porém, os valores de a^* encontrados para estes parâmetros foram próximos ao encontrado como ótimo ($a^* = 3,341 \approx a^* = 3,575$).

As temperaturas das placas de aquecimento pouco influenciaram a alteração dos valores a^* que apresentaram uma sensibilidade maior à variação de pressão na câmara de liofilização.

A equação do valor a^* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado foi:

$$Y = 3,427 - 0,206*X + 0,482*Y - 0,048*X*X - 0,277*X*Y + 0,763*Y*Y$$

A análise de variância do valor a^* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado demonstra que os valores encontrados para a superfície de resposta não foram significativos para a temperatura das placas de aquecimento na análise linear e para a interação da pressão e temperatura.

Apesar do parâmetro pressão na câmara de liofilização e a falta de ajuste se mostrarem significativos, a alteração no valor a^* da parte "T" é muito pequena, indicando que este parâmetro pode não ser confiável para se avaliar a qualidade do produto liofilizado.

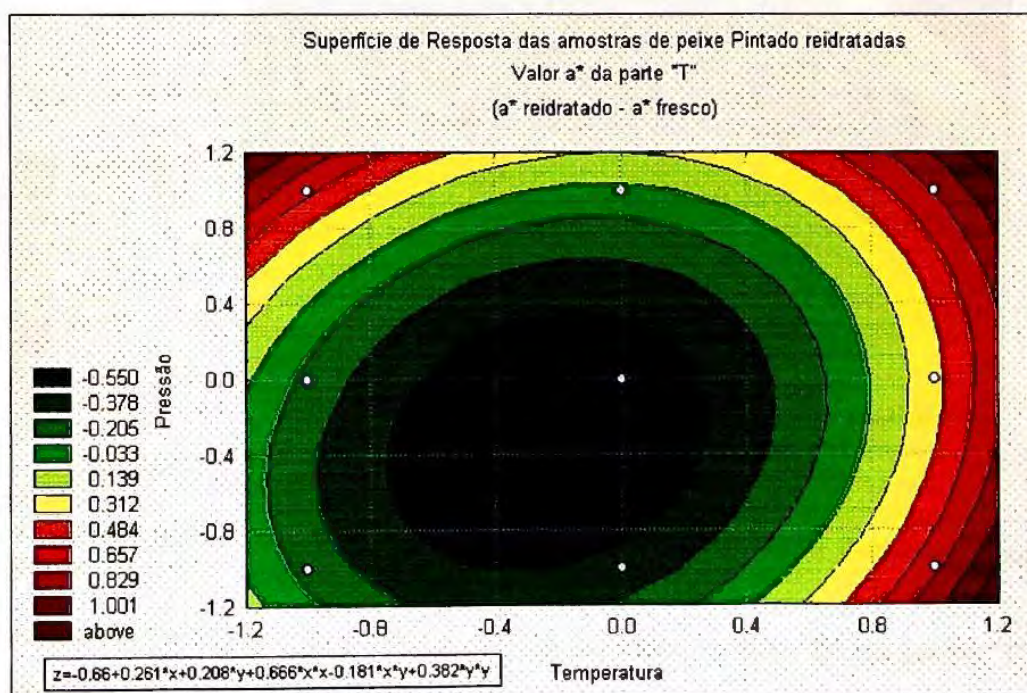


Figura 20 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor a^* da parte "T" (2D).

Observa-se na figura 20 que apesar dos melhores parâmetros de liofilização forem pressão na câmara de liofilização 1200mT e temperatura de placas de aquecimento 20°C, a variação máxima dos valores a^* nas curvas da superfície de resposta não foi maior que 0,829 em todos os experimentos realizados. Portanto, pode-se afirmar que o valor a^* da parte "T" do peixe Pintado reidratado não foi influenciado

pela liofilização, obtendo os mesmos valores a^* observados nas amostras de peixe fresco.

A equação do valor a^* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado foi:

$$Y = 0,66 + 0,261*X + 0,208*Y + 0,666*X*X - 0,181*X*Y + 0,382*Y*Y$$

A análise de variância do valor a^* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado demonstra que os valores encontrados para a superfície de resposta não foram significativos, indicando que o valor a^* da parte "T" não pode ser utilizado como um parâmetro confiável para se avaliar a qualidade do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

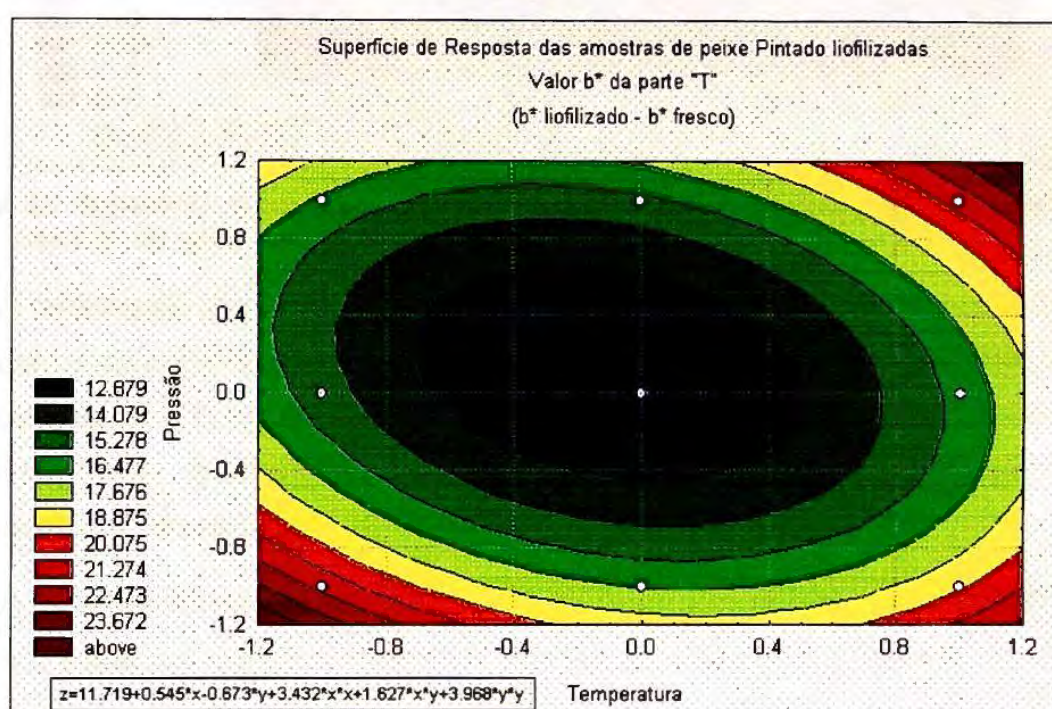


Figura 21 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor b^* da parte "T" (2D).

Observa-se na superfície de resposta da cor para o valor b^* da parte "T" (figura 21) que os parâmetros que minimizaram a alteração dos valores de b^* foram pressão na câmara de 600mT e temperatura das placas de aquecimento de 20°C.

Os parâmetros de temperatura das placas de aquecimento -10 e 50°C e pressão na câmara de liofilização 0,1 e 1200mT não foram adequados para a retenção da cor quanto ao valor b^* para a parte "T".

A equação do valor b^* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado foi:

$$Y = 11,719 + 0,545*X - 0,673*Y + 3,432*X*X + 1,627*X*Y + 3,968*Y*Y$$

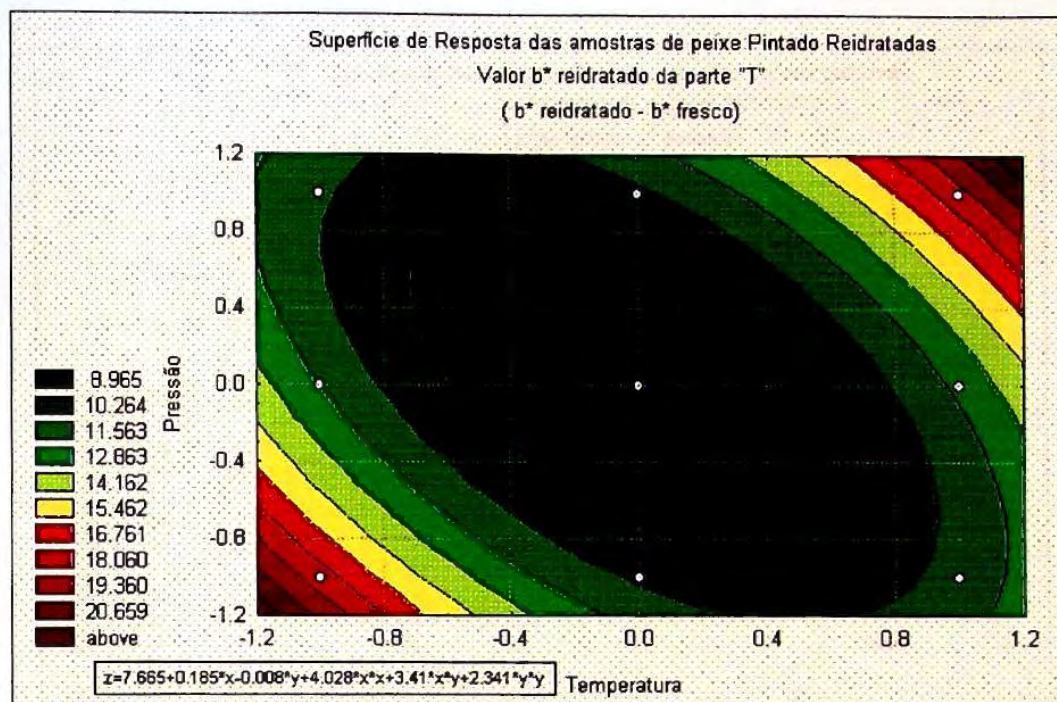


Figura 22 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor b^* da parte "T" (2D).

A reidratação das amostras de peixe Pintado da parte "T" (figura 22) indica que os parâmetros de pressão da câmara de liofilização 600mT e temperatura das placas de aquecimento de 20°C apresentaram a menor alteração dos valores de b^* em relação às amostras frescas. Estes parâmetros foram os mesmos encontrados como ótimos para liofilização das amostras (figura 21) da parte "T" em relação ao valor b^* .

A equação do valor b^* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado foi:

$$Y = 7,665 + 0,185*X - 0,008*Y + 4,028*X*X + 3,41*X*Y + 2,341*Y*Y$$

5.3.5 Superfícies de resposta da cor na parte "A"

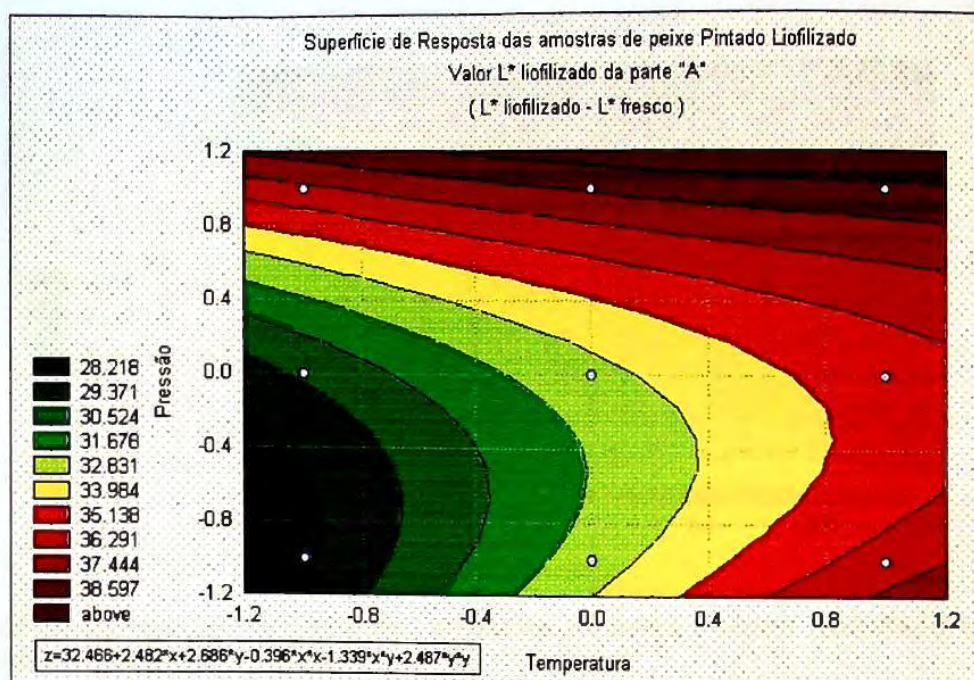


Figura 23 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor L* da parte "A" (2D).

A superfície de resposta para o valor L* das amostras na parte "A" (figura 23) apresenta os parâmetros de pressão 0,1 mT e temperatura -10°C como ótimos por promover a menor alteração do valor L*.

A utilização de pressões e temperaturas altas durante a liofilização resultaram em um aumento na alteração dos valores L* das amostras liofilizadas em relação às amostras frescas na parte "A" do peixe Pintado.

A equação do valor L* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado foi:

$$Y = 32,466 + 2,482 \cdot X + 2,686 \cdot Y - 0,396 \cdot X \cdot X - 1,339 \cdot X \cdot Y + 2,487 \cdot Y \cdot Y$$

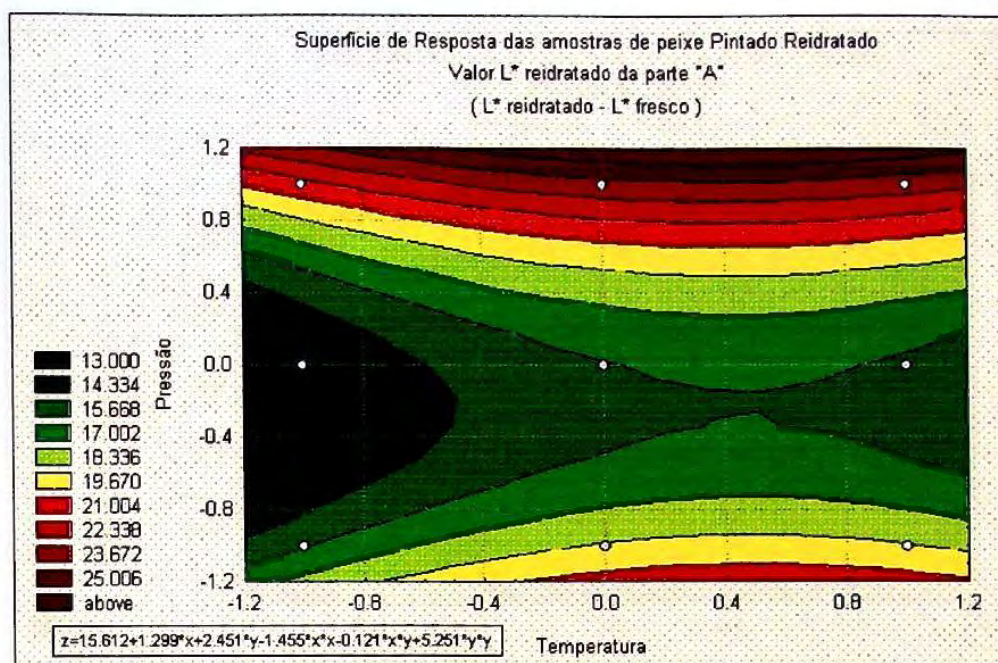


Figura 24 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor L* da parte "A" (2D).

A figura 24 apresenta os parâmetros de temperatura de placa -10°C e pressão na câmara de 600mT como as condições ótimas para a liofilização apresentando a menor alteração dos valores L* para a parte "A".

Pressões altas na câmara de liofilização não foram adequadas, aumentando a alteração do valor L* e a variação da temperatura pouco influenciou esta alteração.

A reidratação das amostras alterou o perfil das curvas de superfície de resposta, diminuindo a influência da temperatura das placas de aquecimento na alteração do valor "L" para a parte "A" do peixe Pintado.

A equação do valor L* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado foi:

$$Y = 15,612 + 1,299 \cdot X + 2,541 \cdot Y - 1,455 \cdot X \cdot X - 0,121 \cdot X \cdot Y + 5,251 \cdot Y \cdot Y$$

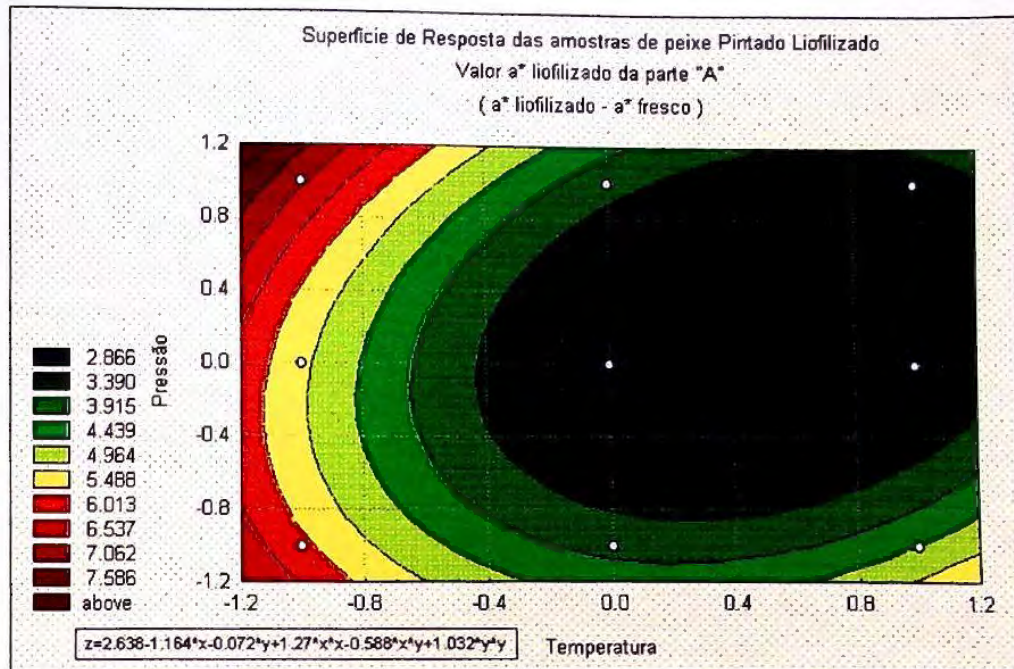


Figura 25 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor a* da parte "A" (2D).

A superfície de resposta na figura 25 apresenta duas condições ótimas de pressão na câmara de liofilização e temperatura das placas de aquecimento para o valor a* da parte "A" (P= 600mT, T= 20°C e P= 600mT, T= 50°C), para a liofilização do peixe Pintado.

A equação do valor a* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado foi:

$$Y = 2,638 - 1,164 \cdot X - 0,072 \cdot Y + 1,27 \cdot X \cdot X - 0,588 \cdot X \cdot Y + 1,032 \cdot Y \cdot Y$$

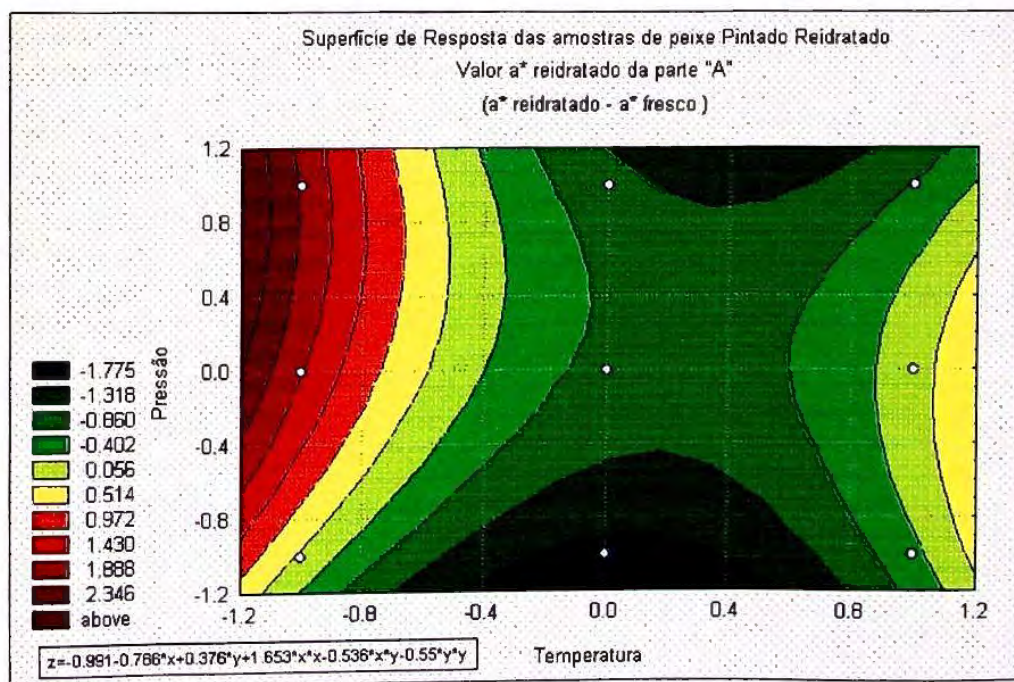


Figura 26 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor a* da parte "A" (2D).

Conforme a figura 26, as condições ótimas para a liofilização, quanto ao valor a^* das amostras liofilizadas e reidratadas da parte "A" foram: $P= 0,1\text{mT}$, $T= -10^\circ\text{C}$ e $P= 600\text{mT}$, $T= 50^\circ\text{C}$.

A equação do valor a^* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado foi:

$$Y = 0,991 - 0,786*X + 0,376*Y + 1,653*X*X - 0,536*X*Y - 0,55*Y*Y$$

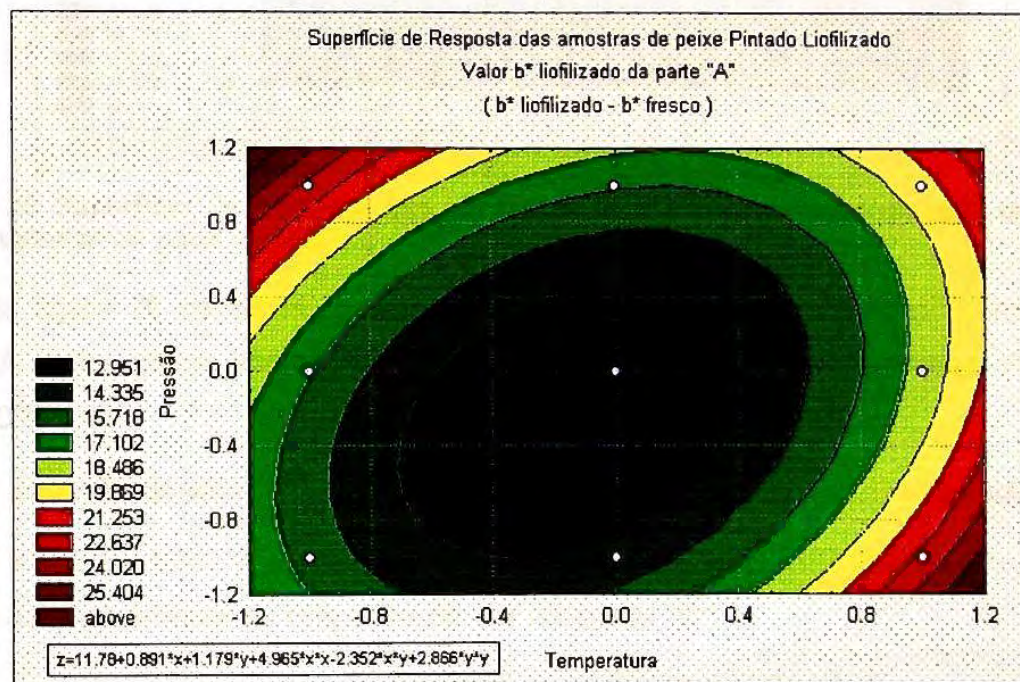


Figura 27 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor b^* da parte "A" (2D).

Na Figura 27 podemos observar que as condições ótimas para a liofilização foram de $P= 600\text{mT}$ e $T= 20^\circ\text{C}$ em relação ao valor b^* da parte "A". Os mesmos parâmetros ótimos para a liofilização das amostras quanto ao valor b^* da parte "T".

A equação do valor b^* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado foi:

$$Y = 11,78 + 0,891*X + 1,179*Y + 4,965*X*X - 2,352*X*Y + 2,866*Y*Y$$

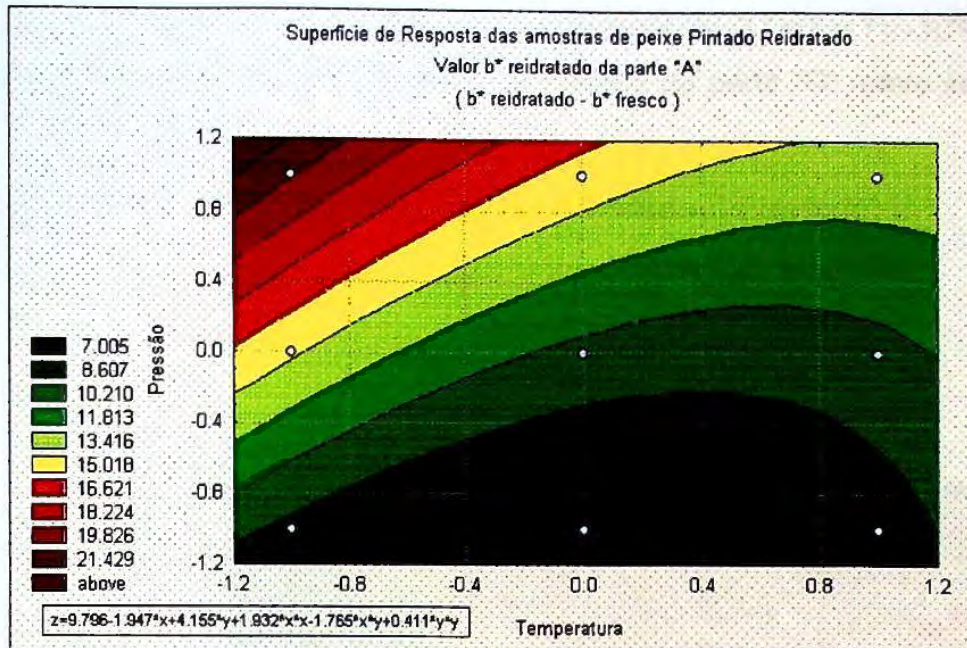


Figura 28 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor b^* da parte "A" (2D).

Na figura 28 podemos observar que as condições ótimas para a liofilização da parte "A", referente ao valor b^* das amostras liofilizadas e reidratadas foram $P = 0,1\text{mT}$ e $T = 20^\circ\text{C}$.

A equação do valor b^* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado foi:

$$Y = 9,796 - 1,947*X + 4,155*Y + 1,932*X*X - 1,765*X*Y + 0,411*Y*Y$$

5.3.6 Superfícies de resposta da cor na parte "C"

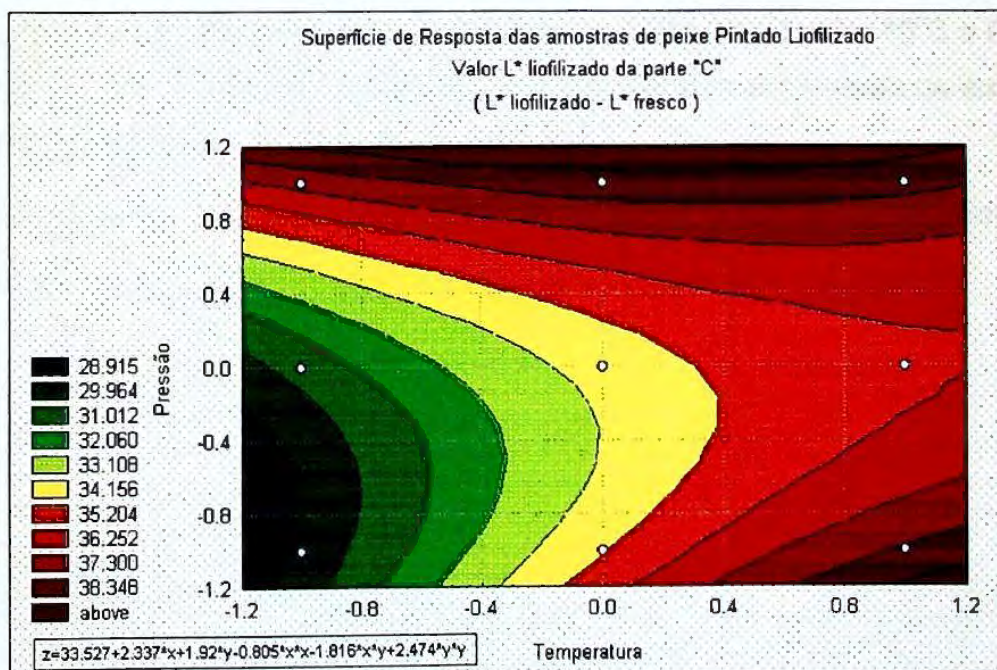


Figura 29 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor L^* da parte "C" (2D).

Na figura 29 podemos observar que os parâmetros $P = 0,1\text{mT}$ e $T = -10^\circ\text{C}$ foram os melhores para a liofilização das amostras de Pintado da parte "C" referentes ao valor L^* .

A equação do valor L^* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado foi:

$$Y = 33,527 + 2,337*X + 1,92*Y - 0,805*X*X - 1,816*X*Y + 2,474*Y*Y$$

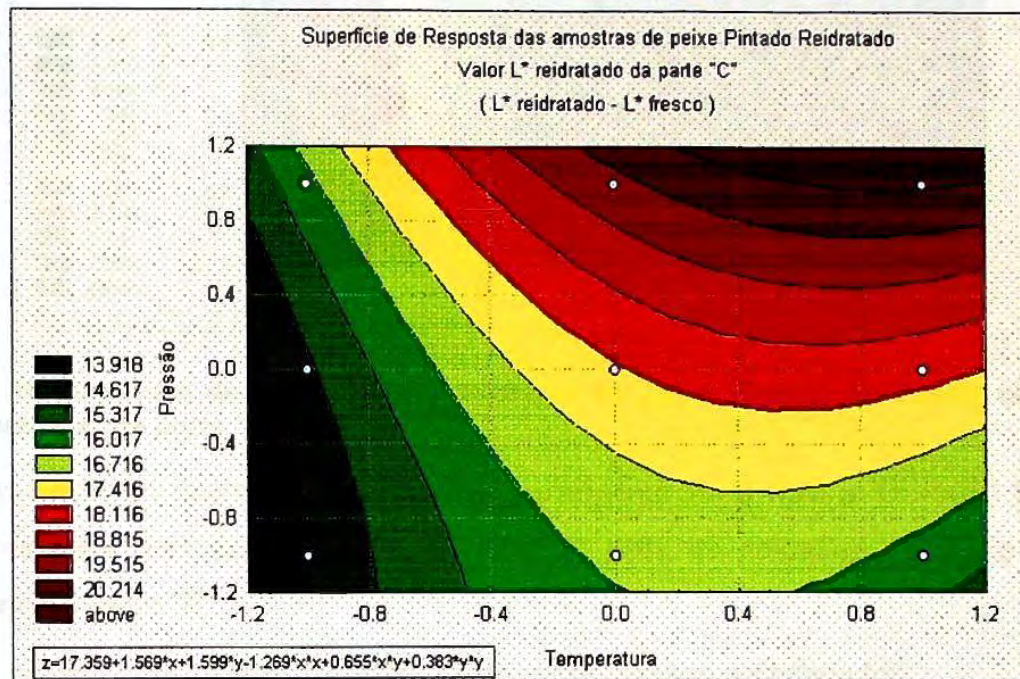


Figura 30 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor L^* da parte "C" (2D).

Na figura 30 podemos notar que os parâmetros $P = 0,1\text{mT}$ e $T = -10^\circ\text{C}$ e $P = 600\text{mT}$ e $T = -10^\circ\text{C}$ foram os melhores para minimizar a perda do valor L^* para as amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado da parte "C".

A equação do valor L^* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado foi:

$$Y = 17,359 + 1,569*X + 1,599*Y - 1,269*X*X + 0,655*X*Y + 0,383*Y*Y$$

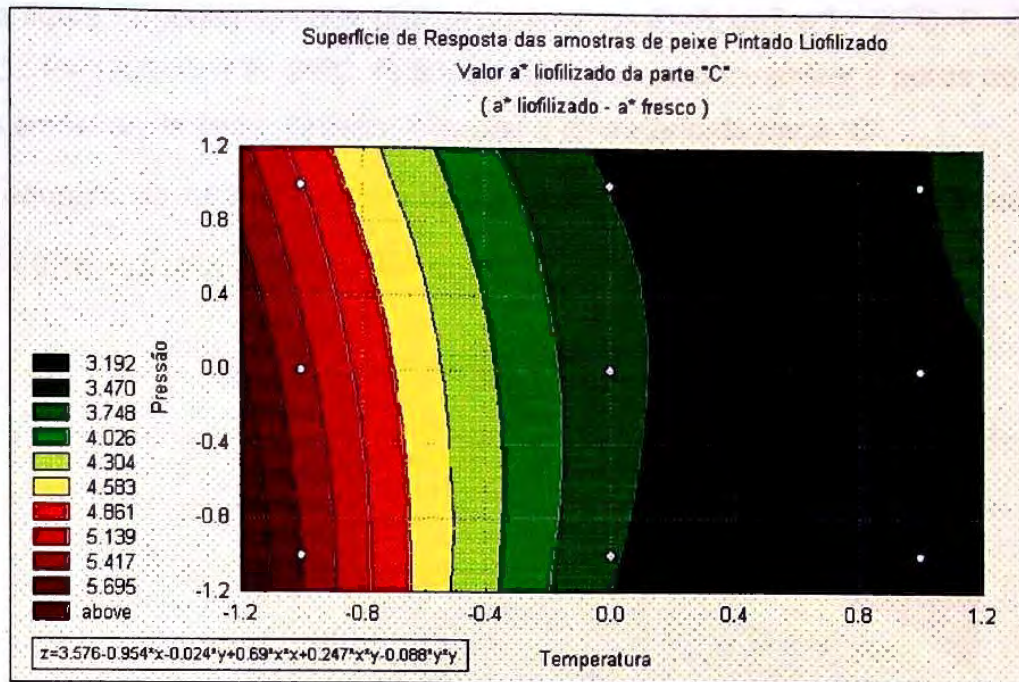


Figura 31 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor a^* da parte "C" (2D).

Na figura 31 podemos notar que os parâmetros $P= 0,1mT$ e $T= -10^{\circ}C$ foram os melhores para minimizar a perda do valor a^* para as amostras de peixe Pintado liofilizado da parte "C".

A equação do valor a^* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado foi:

$$Y = 3,576 - 0,954*X - 0,024*Y + 0,69*X*X + 0,247*X*Y - 0,088*Y*Y$$

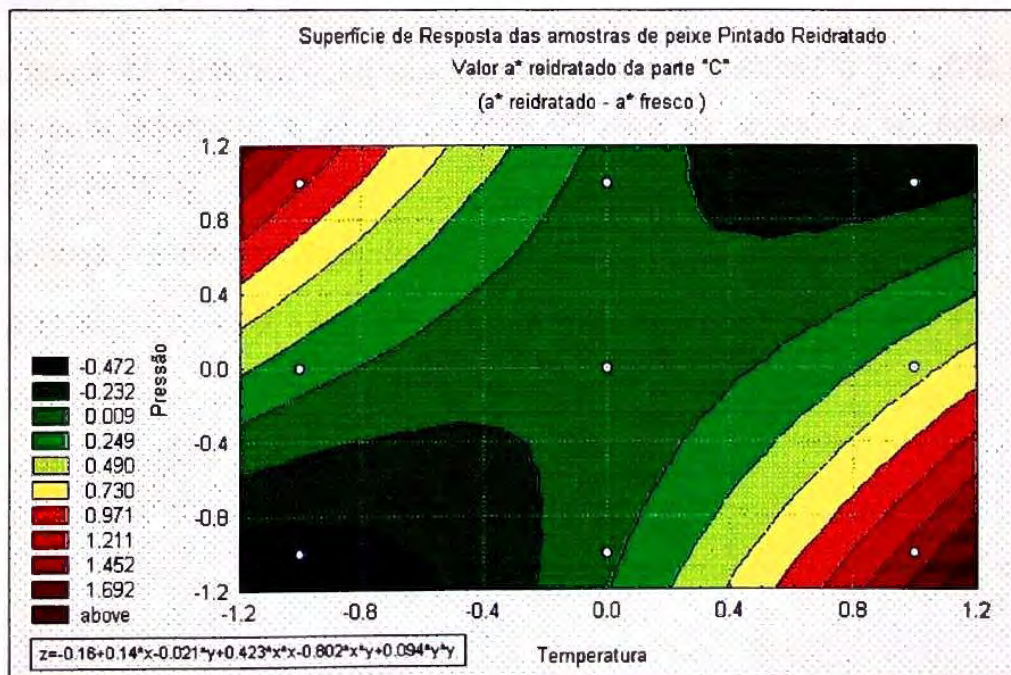


Figura 32 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor a^* da parte "C" (2D).

Na figura 32 podemos notar que os parâmetros $P = 0,1\text{mT}$ e $T = 20^\circ\text{C}$; $P = 600\text{mT}$ e $T = 20^\circ\text{C}$; $P = 1200\text{mT}$ e $T = 20^\circ\text{C}$ foram os melhores para minimizar a perda do valor a^* para as amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado da parte "C".

A equação do valor a^* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado foi:

$$Y = 0,16 + 0,14*X - 0,021*Y + 0,423*X*X - 0,802*X*Y + 0,094*Y*Y$$

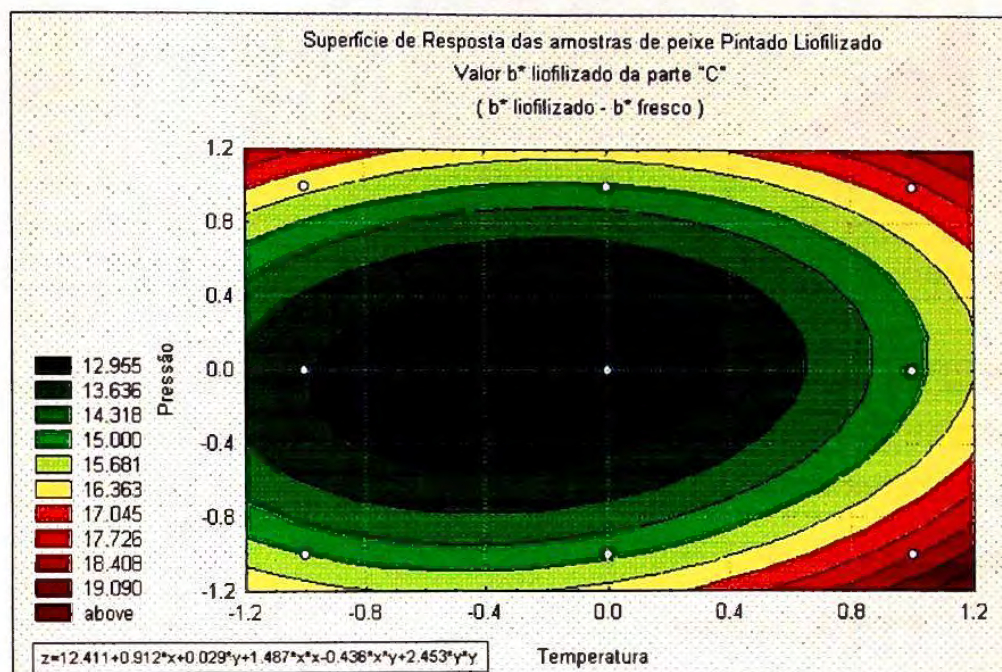


Figura 33 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor b^* da parte "C" (2D).

Na figura 33 podemos notar que os parâmetros $P = 600\text{mT}$ e $T = 20^\circ\text{C}$ foram os melhores para minimizar a perda do valor b^* para as amostras de peixe Pintado liofilizado da parte "C".

A equação do valor b^* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado foi:

$$Y = 12,411 + 0,912*X + 0,029*Y + 1,487*X*X - 0,436*X*Y + 2,453*Y*Y$$

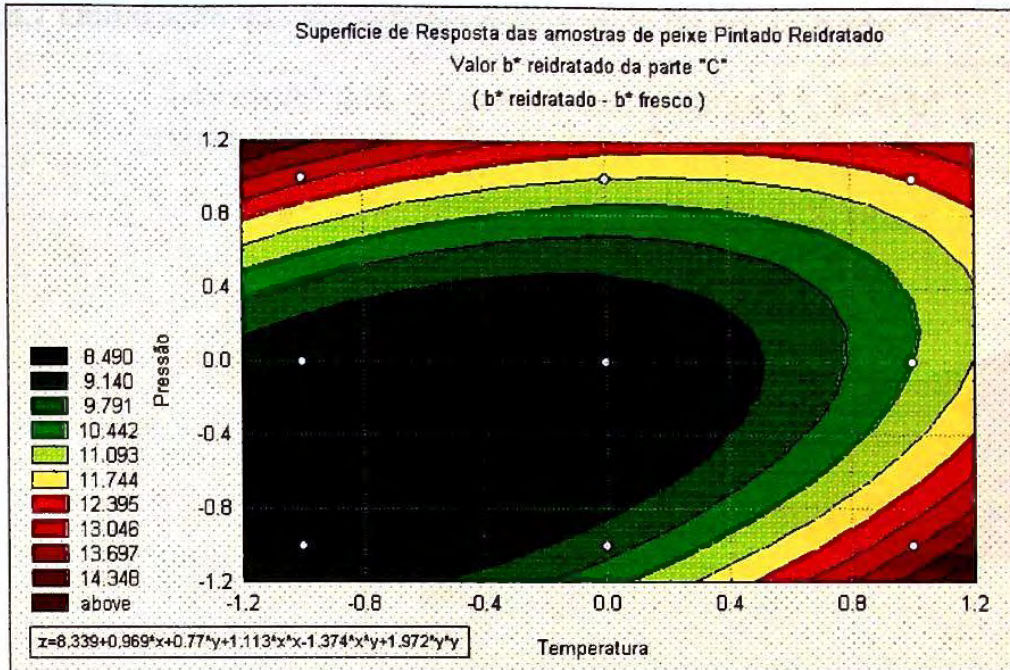


Figura 34 Superfície de resposta das amostras de peixe Pintado reidratado quanto ao valor b* da parte "C" (2D).

Na figura 34 podemos notar que os parâmetros P= 0,1mT e T= -10°C; P= 600mT e T= -10°C; P= 600mT e T= 20°C foram os melhores para minimizar a perda do valor b* para as amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado da parte "C".

A equação do valor b* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado foi:

$$Y = 8,339 + 0,969 \cdot X + 0,77 \cdot Y + 1,113 \cdot X^2 - 1,374 \cdot X \cdot Y + 1,972 \cdot Y^2$$

Figura 36 Observação das respostas dos valores L*, a* e b* referentes à parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

Como não houve sobreposição das respostas obtidas (figuras 23 e 24), a colorização da colorização, quando se propôs que o L* do peixe Pintado liofilizado deve apresentar a colorização mais próxima possível ao peixe fresco, deve-se atentar pelo valor de E (figuras 25 e 26). Os parâmetros de colorização que aumentaram as respostas

5.3.7 Otimização das Superfícies de resposta da cor na parte "T"

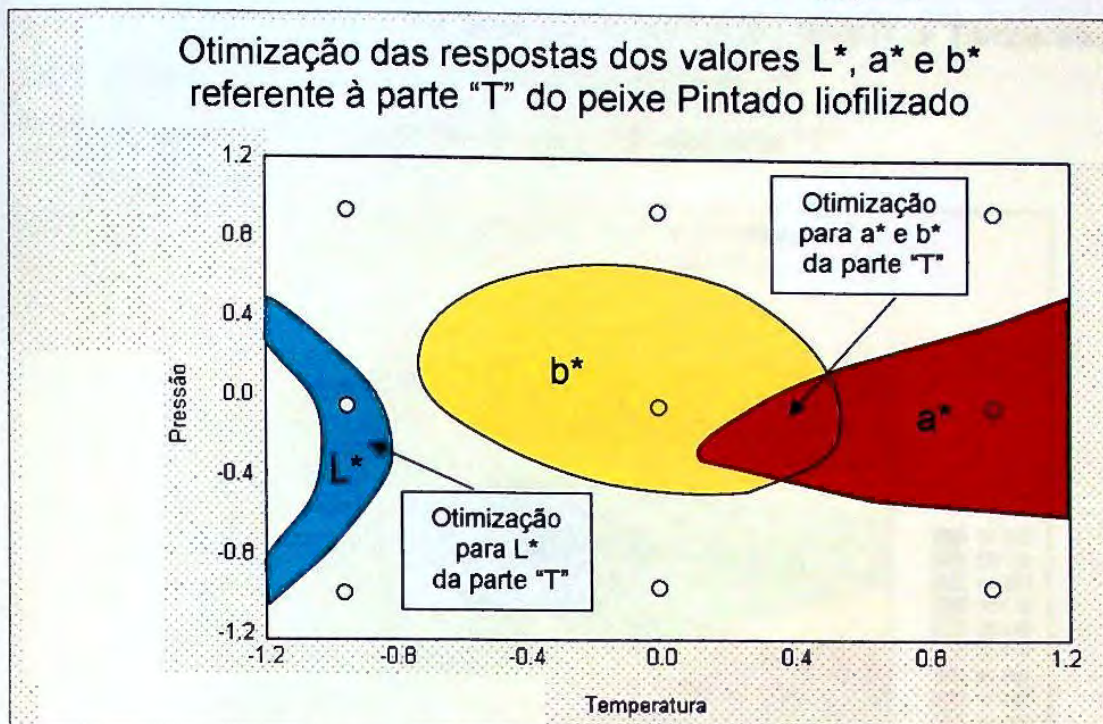


Figura 35 Otimização das respostas dos valores L^* , a^* e b^* referente à parte "T" do peixe Pintado liofilizado.

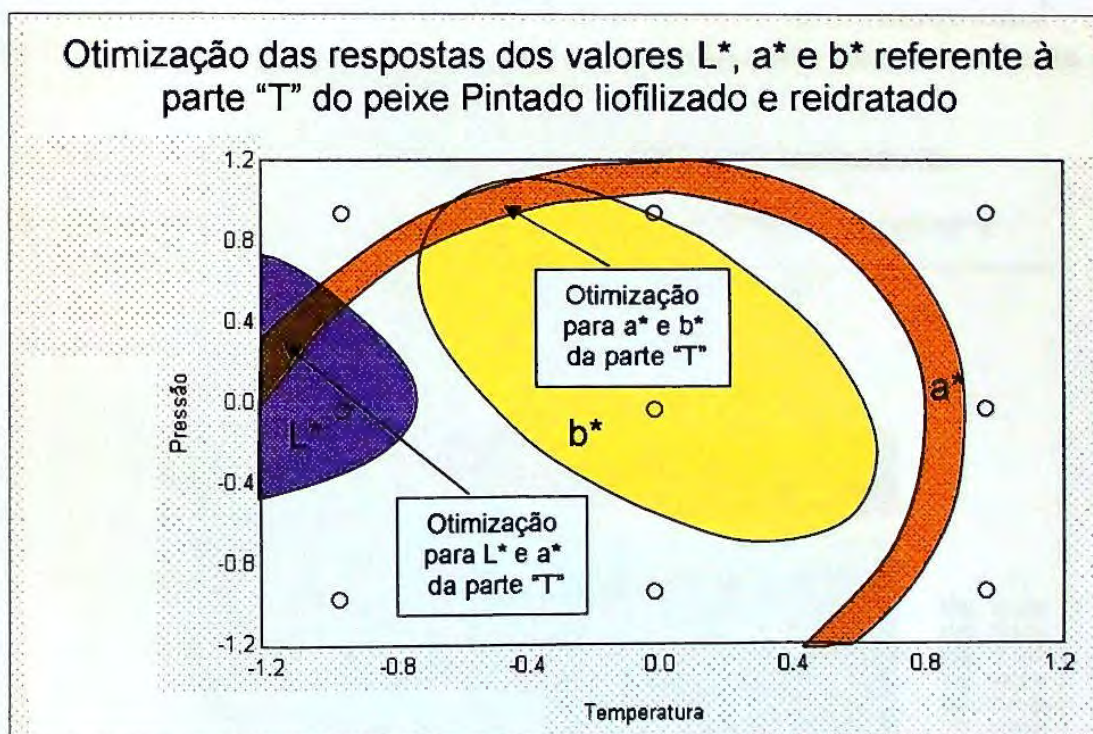


Figura 36 Otimização das respostas dos valores L^* , a^* e b^* referente à parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

Como não houve sobreposição dos valores ótimos (figuras 23 e 24), a otimização da liofilização, quando se propõe que o filé de peixe Pintado liofilizado deva apresentar a coloração mais próxima possível do peixe Pintado fresco, deve-se orientar pelo valor ΔE (figuras 25 e 26). Os parâmetros de liofilização que apresentam as menores

alterações de cor são pressão na câmara de liofilização 600mT e Temperatura das placas de aquecimento 20°C, para as amostras da parte "T".

5.3.8 Superfícies de resposta do valor ΔE na parte "T"

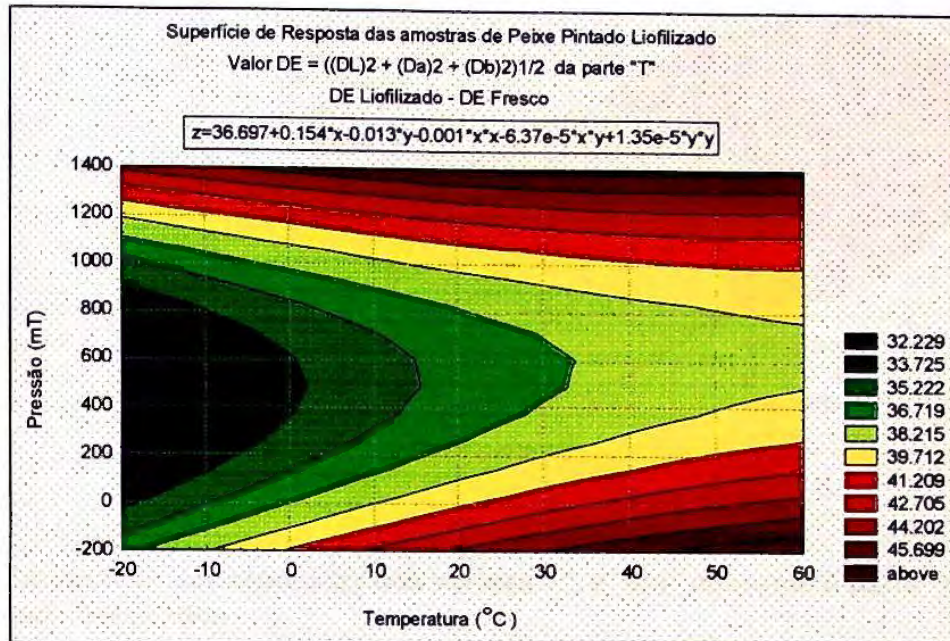


Figura 37 Superfície de resposta da cor das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor ΔE da parte "T" (2D).

A equação do valor ΔE da parte "T" do peixe Pintado liofilizado foi:

$$Y = 36,697 + 0,154 * X + 0,013 * Y - 0,001 * X * X - 6,37 * X * Y + 0,001 * Y * Y$$

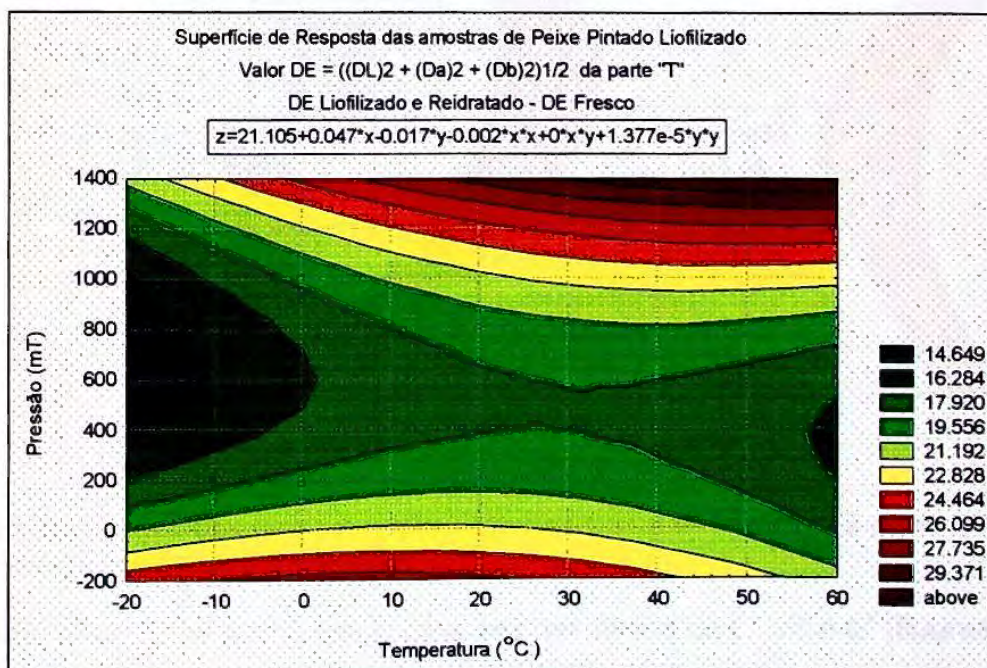


Figura 38 Superfície de resposta da cor das amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado quanto ao valor ΔE da parte "T" (2D).

A equação do valor ΔE da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado foi:

$$Y = 21,105 + 0,047 * X - 0,017 * Y - 0,002 * X * X + 0,0 * X * Y + 0,001 * Y * Y$$

5.3.9 Otimização das Superfícies de resposta da cor na parte "A"

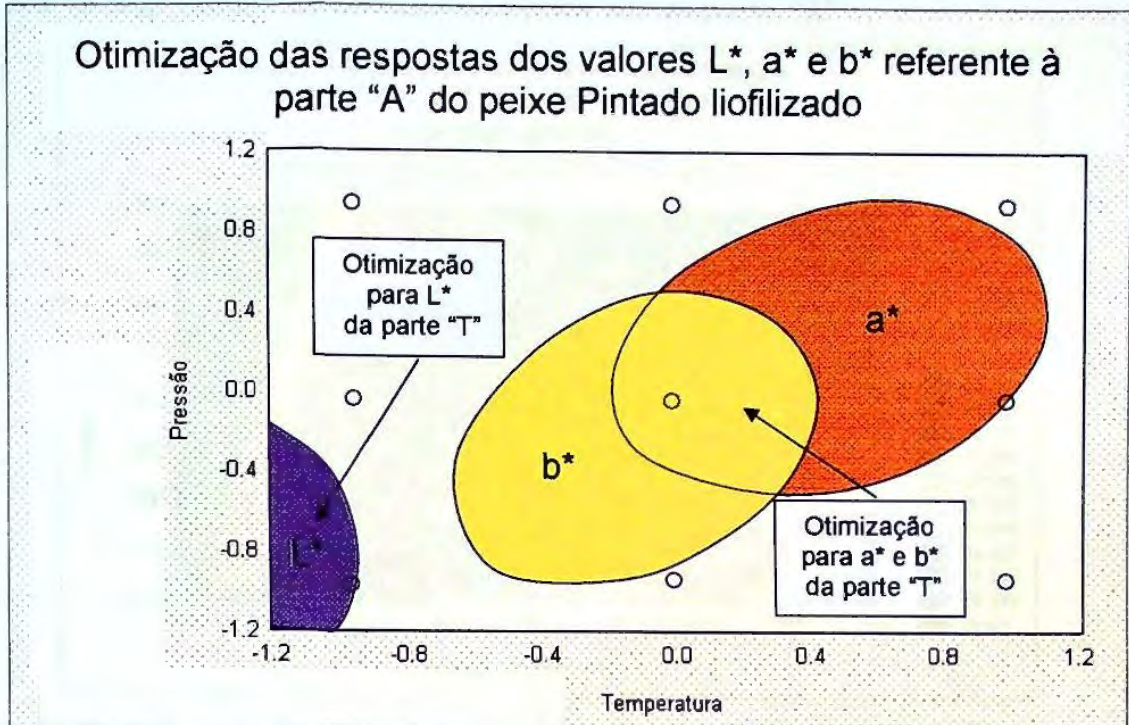


Figura 39 Otimização das respostas dos valores L^* , a^* e b^* referente à parte "A" do peixe Pintado liofilizado.

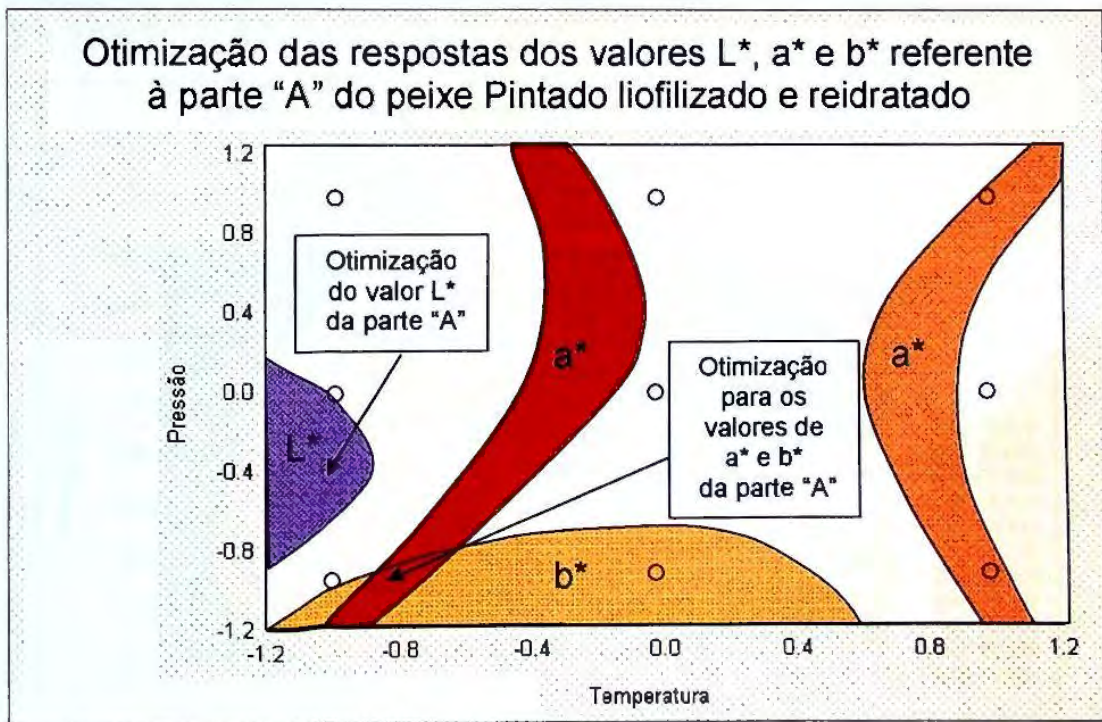


Figura 40 Otimização das respostas dos valores L^* , a^* e b^* referente à parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

Como não houve sobreposição dos valores ótimos de L^* , a^* e b^* (figuras 33 e 34), a otimização da liofilização pelo valor ΔE (figuras 35 e 36) é útil para se avaliar os três valores em conjunto.

5.3.10 Superfícies de resposta do valor ΔE na parte "A"

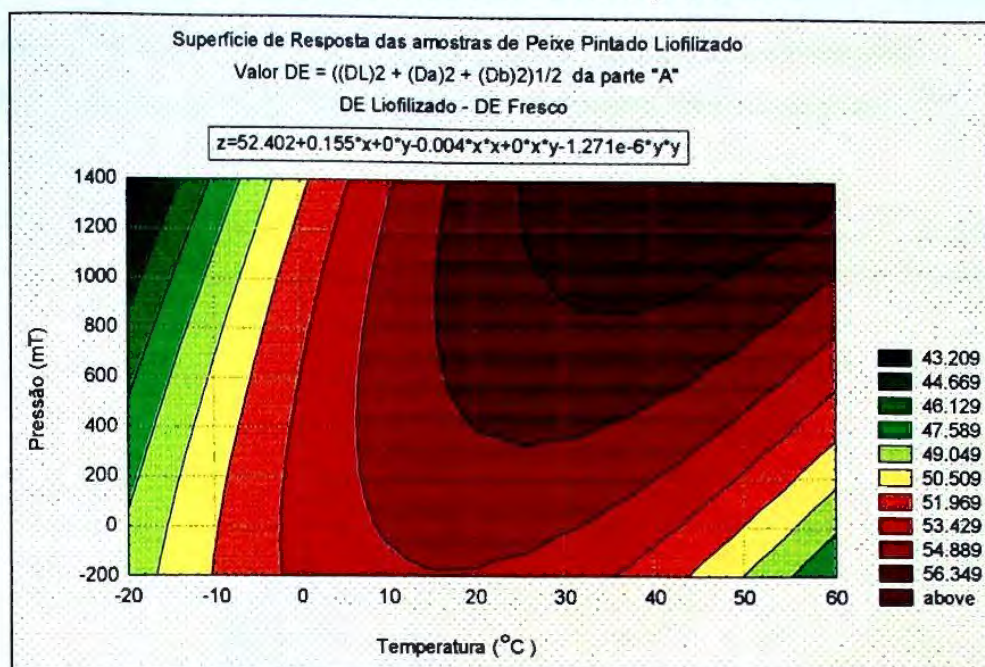


Figura 41 Superfície de resposta da cor das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor ΔE da parte "A" (2D).

A equação do valor ΔE da parte "A" do peixe Pintado liofilizado foi:
 $Y = 52,402 + 0,155 \cdot X + 0,0 \cdot Y - 0,004 \cdot X \cdot X + 0,0 \cdot X \cdot Y - 0,0 \cdot Y \cdot Y$

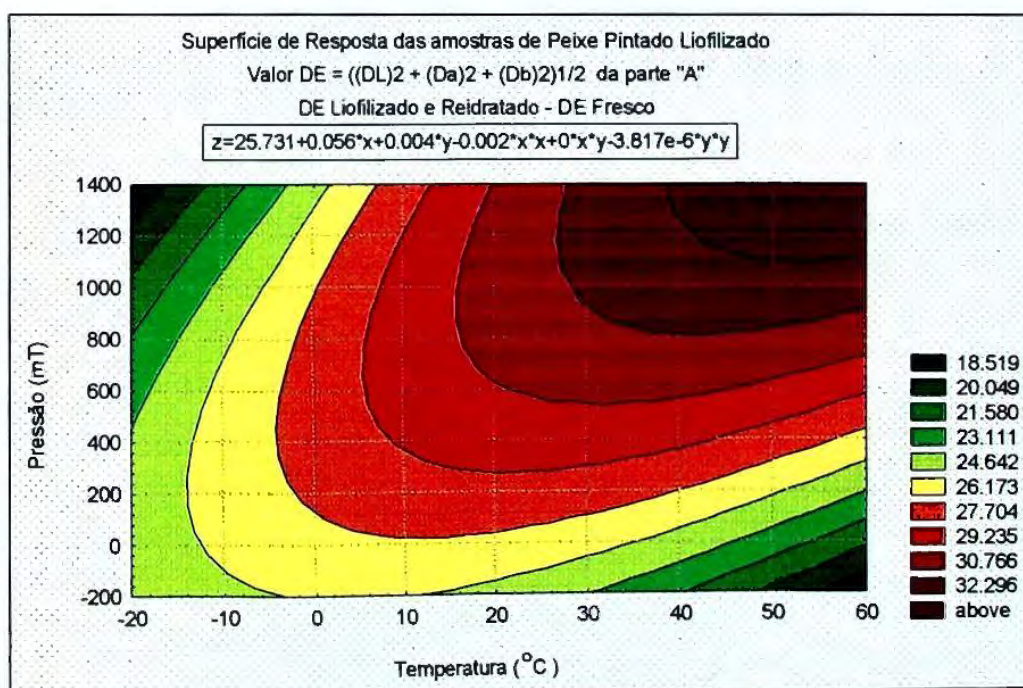


Figura 42 Superfície de resposta da cor das amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado quanto ao valor ΔE da parte "A" (2D).

A equação do valor ΔE da parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado foi:

$$Y = 25,731 + 0,056 \cdot X + 0,004 \cdot Y - 0,002 \cdot X \cdot X + 0,0 \cdot X \cdot Y - 0,0 \cdot Y \cdot Y$$

Os parâmetros de liofilização que apresentam as menores alterações de cor são pressão na câmara de liofilização 1200mT e Temperatura das placas de aquecimento - 10°C, para as amostras da parte "A" liofilizadas e liofilizadas e reidratadas.

5.3.11 Otimização das Superfícies de resposta da cor na parte "C"

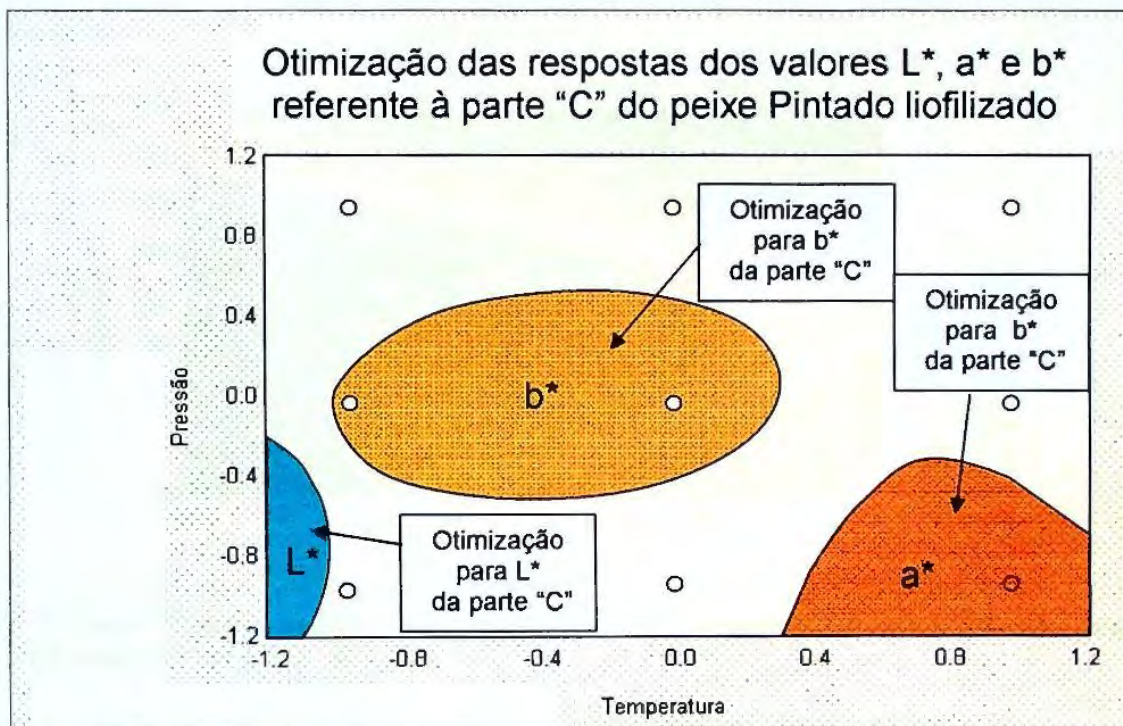


Figura 43 Otimização das respostas dos valores L^* , a^* e b^* referente à parte "C" do peixe Pintado liofilizado.

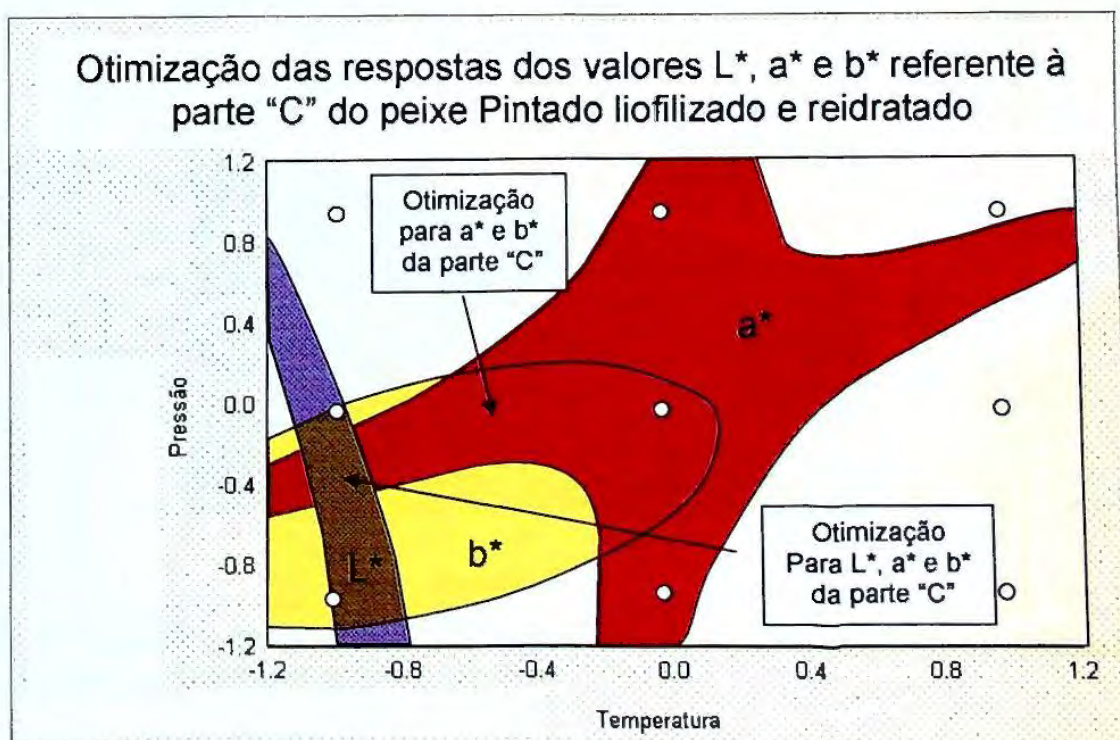


Figura 44 Otimização das respostas dos valores L^* , a^* e b^* referente à parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

A sobreposição dos valores ótimos é mostrada nas figuras 61 e 62, a otimização da liofilização também pode ser obtida pelo valor ΔE (figuras 63 e 64).

5.3.12 Superfícies de resposta do valor ΔE na parte "C"

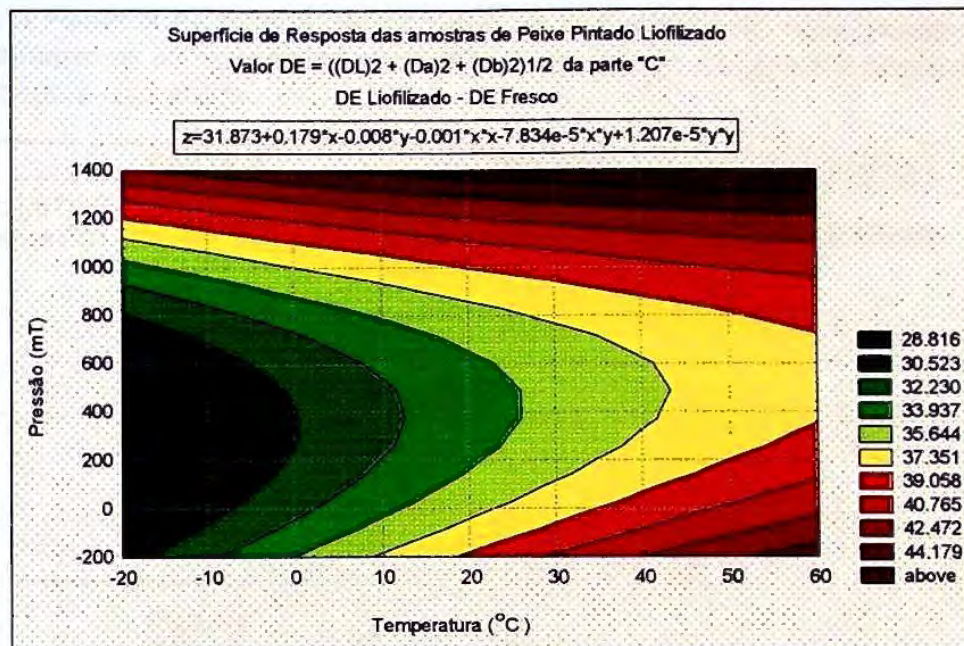


Figura 45 Superfície de resposta da cor das amostras de peixe Pintado liofilizado quanto ao valor ΔE da parte "C" (2D).

A equação do valor ΔE da parte "C" do peixe Pintado liofilizado foi:

$$Y = 31,873 + 0,179 \cdot X - 0,008 \cdot Y - 0,001 \cdot X^2 - 0,00007 \cdot X \cdot Y + 0,00001 \cdot Y^2$$

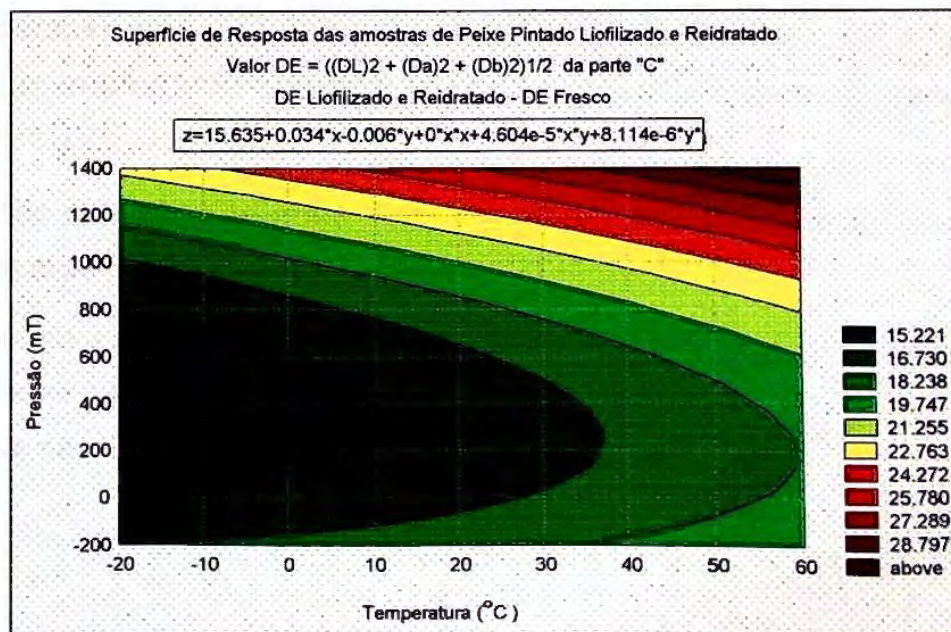


Figura 46 Superfície de resposta da cor das amostras de peixe Pintado liofilizado e reidratado quanto ao valor ΔE da parte "C" (2D).

A equação do valor ΔE da parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado foi:

$$Y = 15,635 + 0,034 \cdot X - 0,006 \cdot Y + 0,0 \cdot X^2 + 0,00005 \cdot X \cdot Y + 0,000008 \cdot Y^2$$

Apesar da superfície de resposta fornecer uma região de iso-respostas, citarei os parâmetros estudados presentes nesta região como uma referência de análise dos resultados.

Tabela 3 Parâmetros ótimos de temperatura das placas de aquecimento e pressão na câmara de liofilização para as diferentes partes do peixe Pintado liofilizado e liofilizado e reidratado.

Pressão (mT) / Temperatura (°C)	PARTE A		PARTE T		PARTE C	
	Liofilizado	Liofilizado e Reidratado	Liofilizado	Liofilizado e Reidratado	Liofilizado	Liofilizado e Reidratado
L*	0,1/-10	600/-10	600/-10	600/-10	0,1/-10	600/-10
a*	600/20	1200/50 0,1/50	600/50	0,1/-10 600/50 1200/20	600/20 600/50	0,1/20 600/20 1200/20
b*	600/20 600/50	600/-10 600/20	600/20	600/20	600/20	0,1/-10 600/-10 600/20
ΔE^*	1200/-10 600/-10	1200/-10	600/-10	600/-10	600/-10 0/-10	600/-10 0/-10

Os valores ótimos de pressão na câmara de liofilização e temperatura das placas de aquecimento encontrados para o ΔE^* foram fortemente influenciados pelo valor L* nas partes do peixe estudadas.

A temperatura de -10°C , nos experimentos efetuados, foi a temperatura que exerceu menor influência na alteração da cor nas partes estudadas do peixe Pintado liofilizado e liofilizado e reidratado.

A pressão de 600mT foi a que minimizou a alteração de cor entre as pressões utilizadas nos experimentos.

A temperatura atua sobre a cor, na maioria dos experimentos, de forma linear e a pressão de forma quadrática. A interação da pressão e da temperatura sobre a cor não foi significativa na maioria dos experimentos realizados.

5.4 Textura

A superfície de resposta foi utilizada para avaliar a textura das amostras liofilizadas e reidratadas em relação às amostras frescas do peixe Pintado para as partes "T", "A" e "C". Na análise de textura foi avaliado o parâmetro dureza (em gramas).

Os testes de comparação da textura das amostras liofilizadas em relação às amostras frescas não foi efetuado, pois os resultados foram muito inconsistentes devido à alta dureza das amostras liofilizadas e que ultrapassava o limite de compressão do texturômetro.

As superfícies de resposta da textura que apresentam o teste de compressão simples são apresentados nas figuras 47 a 49.

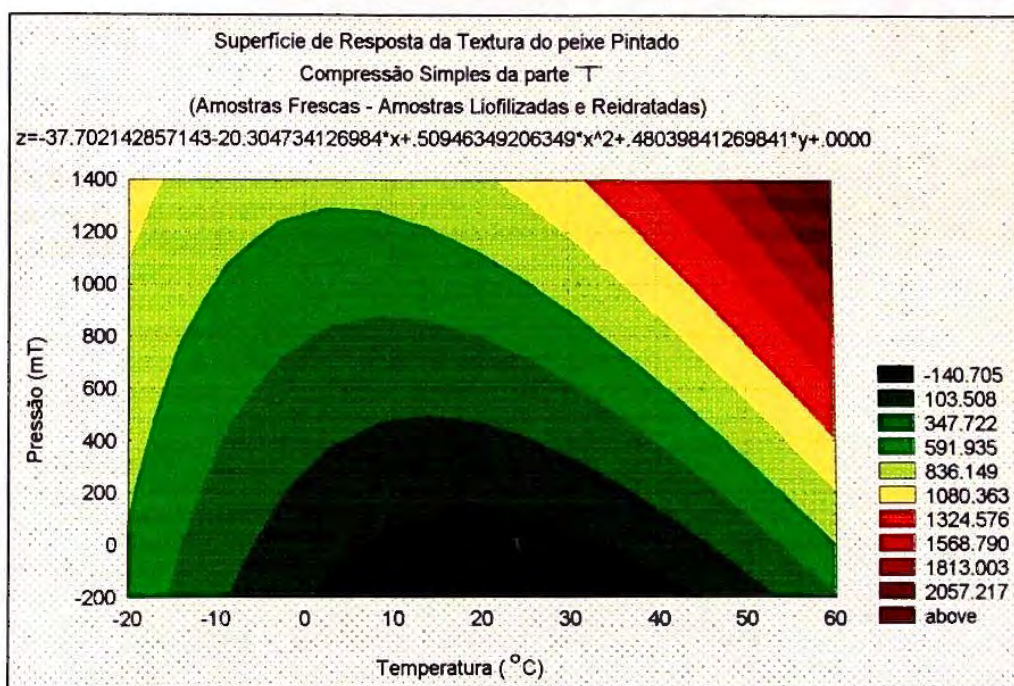


Figura 47 Superfície de resposta das amostras da parte "T" do peixe Pintado submetidas ao teste de compressão simples. A resposta foi obtida da diferença em gramas entre as amostras liofilizadas e reidratadas em relação às amostras frescas.

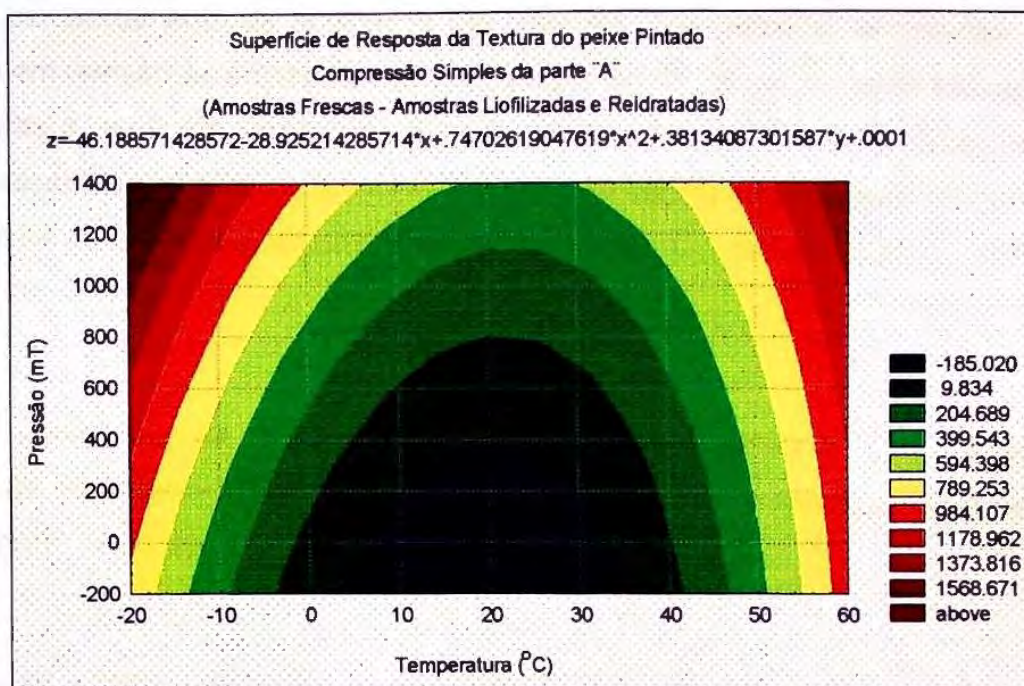


Figura 48 Superfície de resposta das amostras da parte "A" do peixe Pintado submetidas ao teste de compressão simples. A resposta foi obtida da diferença em gramas entre as amostras liofilizadas e reidratadas em relação às amostras frescas.

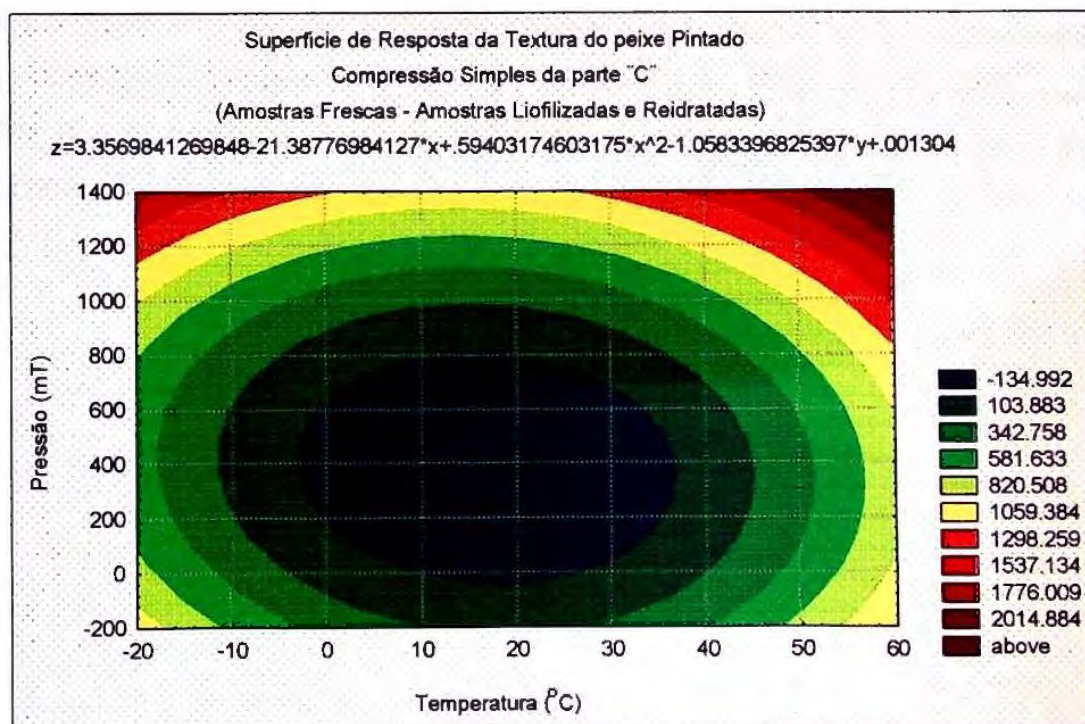


Figura 49 Superfície de resposta das amostras da parte "C" do peixe Pintado submetidas ao teste de compressão simples. A resposta foi obtida da diferença em gramas entre as amostras liofilizadas e reidratadas em relação às amostras frescas.

O comportamento da dureza(g) das amostras liofilizadas e reidratadas de peixe Pintado em relação às amostras frescas das partes "T", "A" e "C", pode ser visualizado nas figuras 47 a 49. Os parâmetros que minimizaram a alteração dos valores de dureza foram pressão na câmara de 0,1mT e temperatura das placas de aquecimento de 20°C nas partes do peixe estudadas, apenas na parte "C", os parâmetros P=600mT e T=20°C

Os parâmetros de temperatura das placas de aquecimento 50°C e pressão na câmara de liofilização 1200mT não foram adequados para a retenção da dureza para as partes "T", "A" e "C".

Um $R^2 = 0,60; 0,53; 0,54$ na regressão da superfície de resposta da textura das partes "T", "A" e "C" (Tabelas 50, 51 e 52 em Anexos) indica que 60; 53 e 54% das variações são explicadas por estes modelos, porém, a variação na maciez das amostras de peixe é complexa e depende de vários fatores como idade, peso, teor de gordura, estresse no abate, entre outros fatores. Porém, como a diferença encontrada entre as condições ótimas e as extremas é grande (aproximadamente 2.000 g), pode-se afirmar que amostras submetidas a pressões de 1200mT e temperatura de placas 50°C durante a liofilização sofrerão alteração na dureza.

5.5 Ressonância Magnética Nuclear

Os experimentos foram conduzidos com a análise da reidratação por RMN com os parâmetros de temperatura das placas de aquecimento e pressão na câmara de liofilização das liofilizações estudadas.

Um exemplo da forma de análise é demonstrada nas figuras 74 e 75 para os parâmetros de liofilização pressão 600mT e temperatura -10°C .

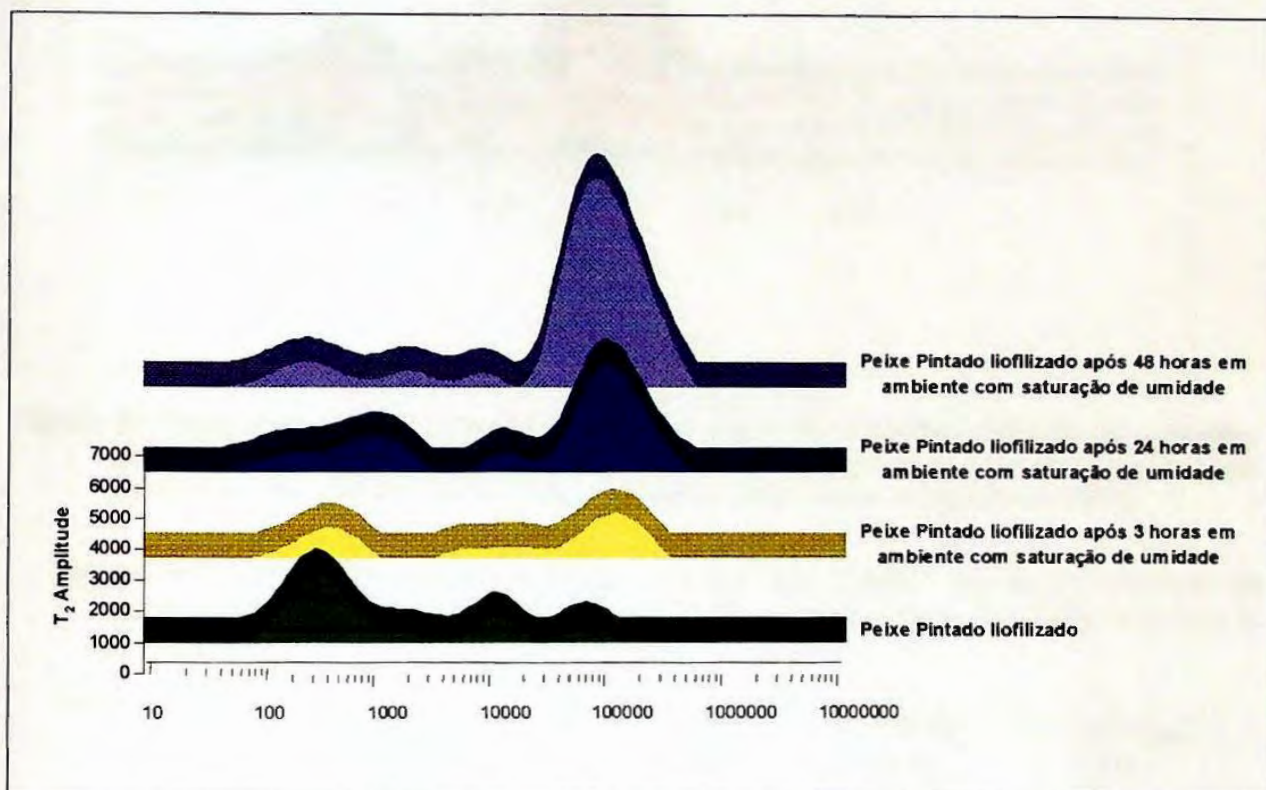


Figura 50 Tempos de relaxação das amostras da parte "A" do peixe Pintado, observados pela técnica de RMN (CPMG T_2), em diferentes tempos de reidratação (pressão na câmara de liofilização = 600mT e Temperatura das placas de aquecimento = -10°C).

Tabela 4 Dados de Ressonância Magnética Nuclear (CPMG T_2) do experimento de reidratação das amostras de peixe Pintado liofilizado

	T_{21}	T_{22}	T_{23}
Peixe Pintado Liofilizado	$T_2 = 450\mu\text{s}$ 54.74%	$T_2 = 11772\mu\text{s}$ 40.60%	$T_2 = 60190\mu\text{s}$ 4.66%
Peixe Pintado Liofilizado após 3 horas em ambiente com saturação de umidade	$T_2 = 403\mu\text{s}$ 17.58%	$T_2 = 14633\mu\text{s}$ 43.35%	$T_2 = 10392\mu\text{s}$ 39.07%
Peixe Pintado Liofilizado após 24 horas em ambiente com saturação de umidade	$T_2 = 964\mu\text{s}$ 27.27%	$T_2 = 11772\mu\text{s}$ 14.84%	$T_2 = 93004\mu\text{s}$ 58.49%
Peixe Pintado Liofilizado após 48 horas em ambiente com saturação de umidade	$T_2 = 1852\mu\text{s}$ 11.19%	$T_2 = 7618\mu\text{s}$ 7.84%	$T_2 = 83418\mu\text{s}$ 80.97%

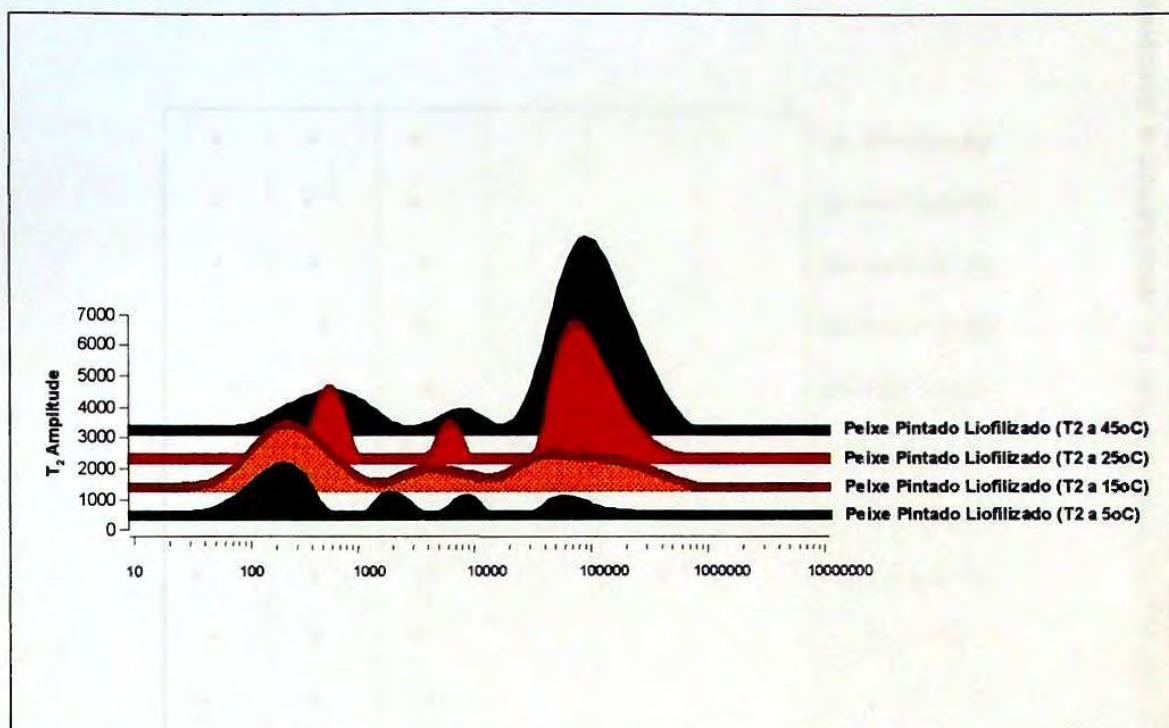


Figura 51 Tempos de relaxação das amostras da parte “A” do peixe Pintado, observados pela técnica de RMN (CPMG T_2), em diferentes temperaturas (pressão na câmara de liofilização = 600mT e Temperatura das placas de aquecimento = -10°C).

Tabela 5 Dados de Ressonância Magnética Nuclear (CPMG T_2) do experimento de migração da água em amostras de peixe Pintado liofilizado nas temperaturas 5, 15, 25, e 45°C .

	T_{21}	T_{22}	T_{23}
Peixe Pintado Liofilizado	$T_2 = 1031\mu\text{s}$ 60.42%	$T_2 = 7618\mu\text{s}$ 15.52%	$T_2 = 53986\mu\text{s}$ 24.06%
Peixe Pintado Liofilizado após 3 horas em ambiente com saturação de umidade	$T_2 = 234\mu\text{s}$ 11.80%	$T_2 = 3966\mu\text{s}$ 36.41%	$T_2 = 43430\mu\text{s}$ 51.79%
Peixe Pintado Liofilizado após 24 horas em ambiente com saturação de umidade	$T_2 = 559\mu\text{s}$ 28.91%	$T_2 = 5497\mu\text{s}$ 12.92%	$T_2 = 67107\mu\text{s}$ 58.17%
Peixe Pintado Liofilizado após 48 horas em ambiente com saturação de umidade	$T_2 = 559\mu\text{s}$ 19.34%	$T_2 = 6833\mu\text{s}$ 15.55%	$T_2 = 83418\mu\text{s}$ 65.11%

O espectro observado como resposta representa a soma dos tempos de relaxação das moléculas de água que apresentam uma mesma mobilidade molecular. Este espectro de mobilidade de água das amostras de peixe Pintado podem ser diferenciados em 3 tipos (T_{21} , T_{22} e T_{23}).

Tempos de Relaxação (T_2)

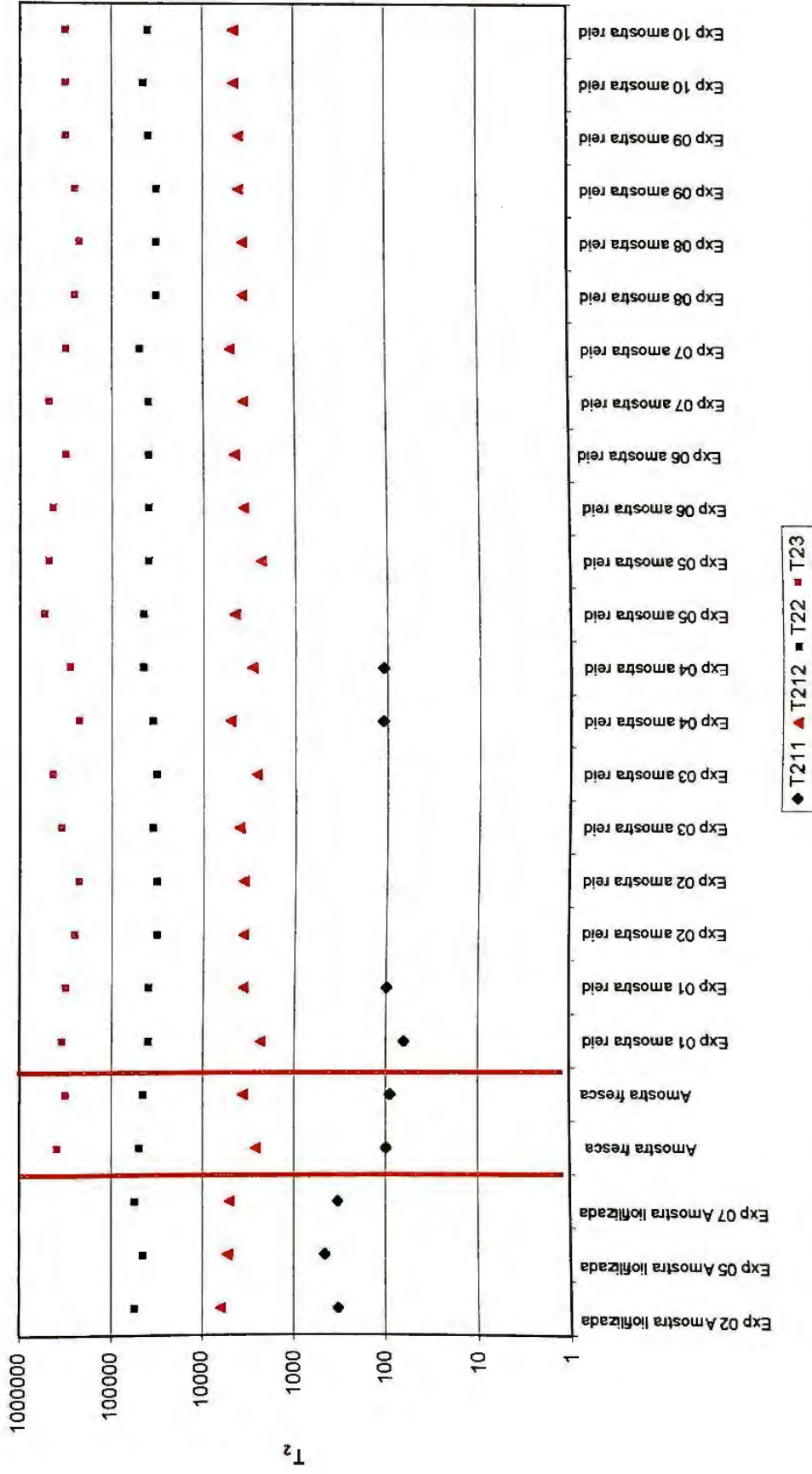


Figura 52 Caracterização das amostras da parte “T” do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T_2), analisando a porcentagem dos sinais T_{21} , T_{22} e T_{23} , obtidos ao se modificar a temperatura (de 5°C a 45°C) das amostras liofilizadas e reidratadas, nos diferentes experimentos estudados.

Os picos dos tempos de relaxação molecular da água obtidos pela técnica CPMG (T_2) nos experimentos de liofilização são apresentados na figura 52.

Os espectros dos sinais obtidos são divididos em três formas dominantes, onde moléculas de água que apresentam tempos de relaxação molecular similares formam uma curva normal de distribuição. O pico de cada uma destas três curvas é denominado T_{21} , T_{22} e T_{23} .

Os tempos de relaxação destes picos não apresentam diferenças significativas entre as amostras frescas e as liofilizadas e reidratadas. Todavia, existe uma variação da porcentagem de sinal dos diferentes tempos de relaxação com o ganho de umidade das amostras liofilizadas.

A grande importância de se estudar a porcentagem dos sinais T_{21} , T_{22} e T_{23} está na possibilidade de visualizar o comportamento e a distribuição da água no peixe Pintado que sofreu um processo de secagem por liofilização ao absorver umidade e prever como será a mobilidade desta água residual em diferentes temperaturas durante o armazenamento.

O sinal T_{21} representa os tempos de relaxação da parcela da água mais fortemente ligada à matriz sólida do peixe. A porcentagem deste sinal diminui em relação ao sinal T_{23} com a reidratação das amostras, pois as moléculas adsorvidas tendem a possuir uma mobilidade molecular maior com o aumento do teor de umidade.

Quanto maior a porcentagem do sinal T_{23} , maior a velocidade de deterioração do alimento, pois as moléculas de água estão livres para promover reações químicas ou propiciar o crescimento de bactérias e fungos.

Em experimentos não apresentados neste trabalho, amostras com alto grau de deterioração não apresentaram diferenças no tempo de relaxação T_{23} , mas a porcentagem era 10 % maior que as amostras frescas.

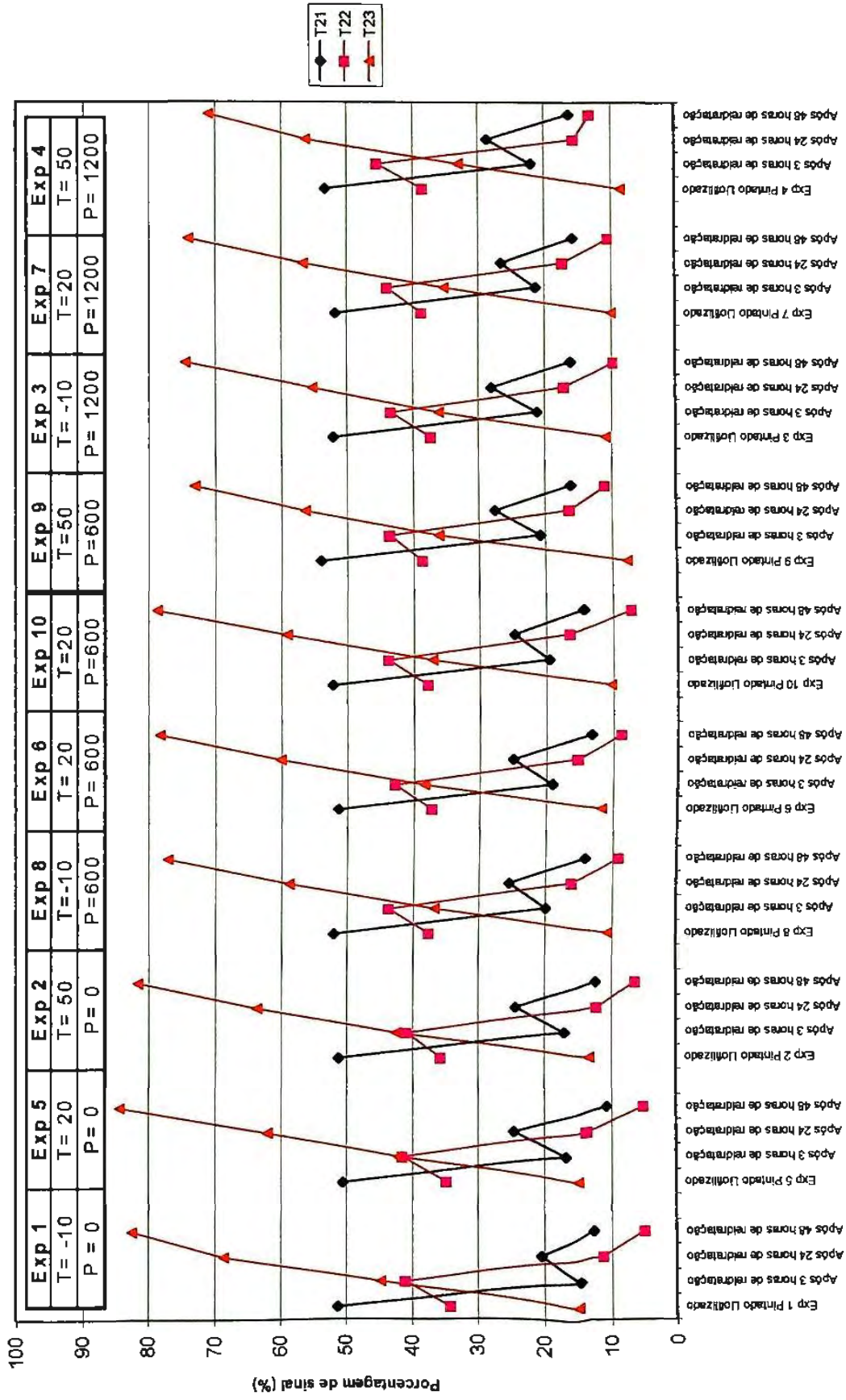


Figura 53 Caracterização das amostras da parte "T" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T₂), analisando a porcentagem dos sinais T₂₁, T₂₂ e T₂₃, obtidos ao se reidratar as amostras liofilizadas em ambiente com saturação de umidade, após 3, 24 e 48 horas, nos diferentes experimentos estudados.

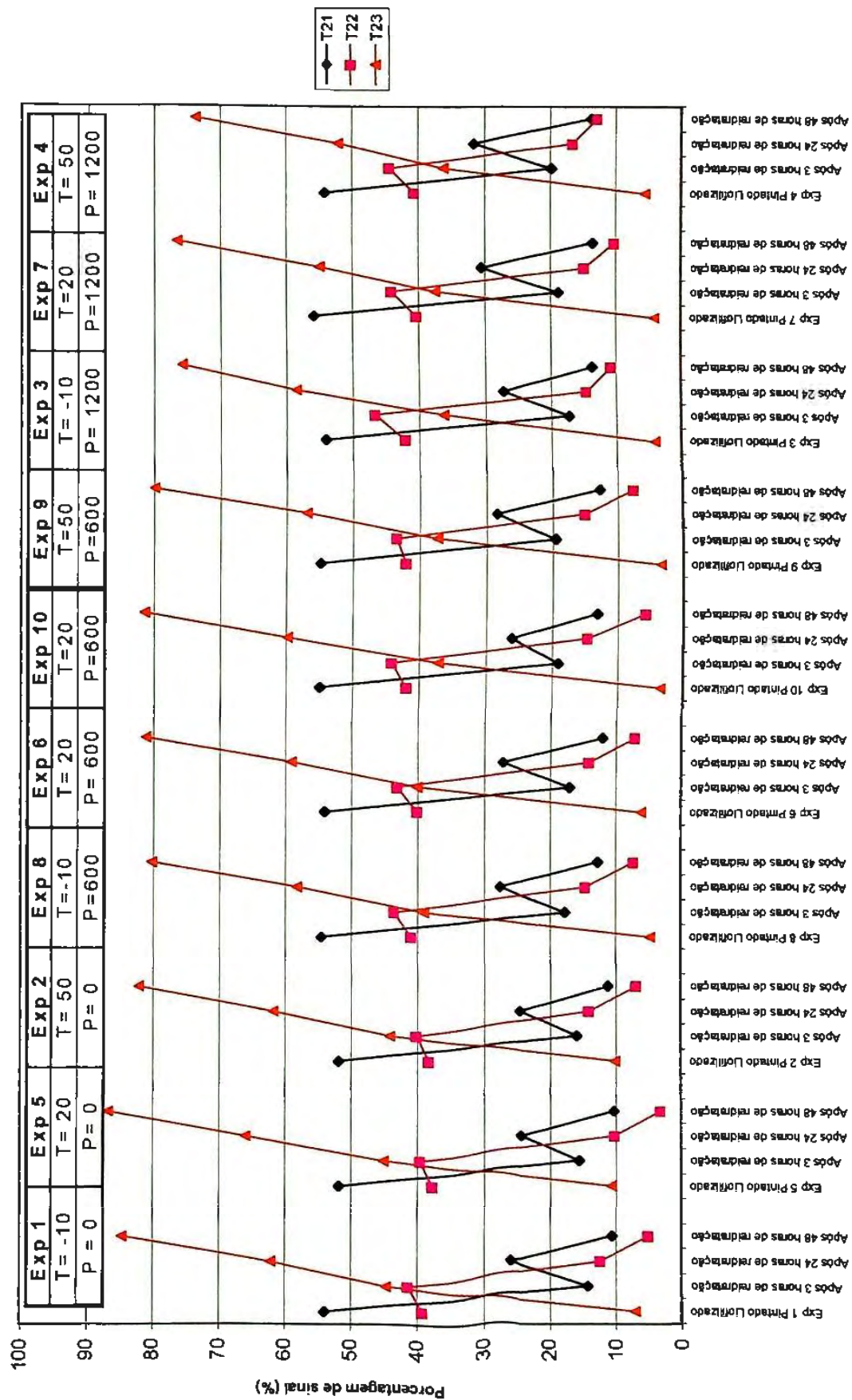


Figura 54 Caracterização das amostras da parte "A" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T₂), analisando a porcentagem dos sinais T₂₁, T₂₂ e T₂₃, obtidos ao se reidratar as amostras liofilizadas em ambiente com saturação de umidade, após 3, 24 e 48 horas, nos diferentes experimentos estudados.

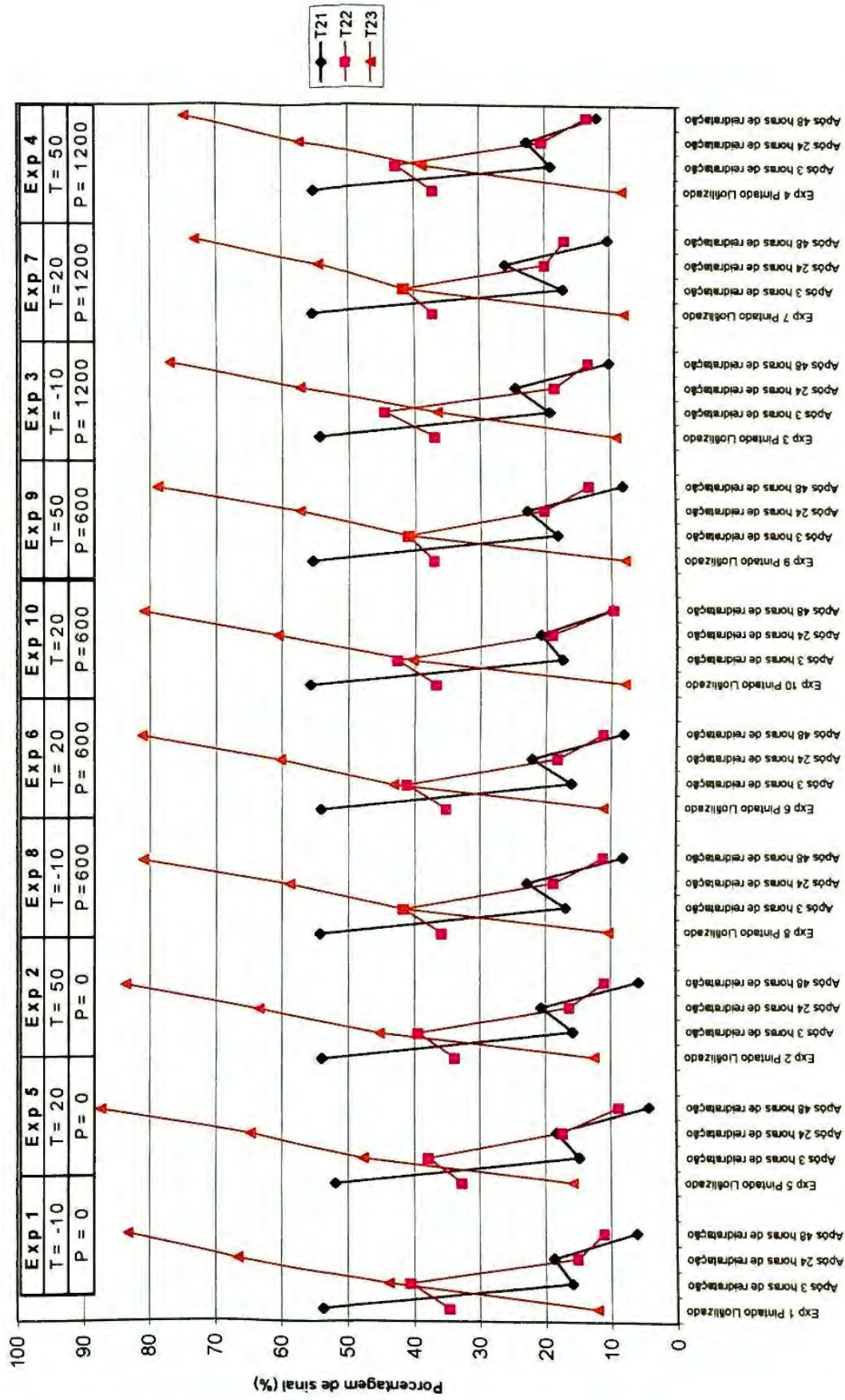


Figura 55 Caracterização das amostras da parte "C" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T₂), analisando a porcentagem dos sinais T₂₁, T₂₂ e T₂₃, obtidos ao se reidratar as amostras liofilizadas em ambiente com saturação de umidade, após 3, 24 e 48 horas, nos diferentes experimentos estudados.

As amostras liofilizadas foram reidratadas em um ambiente com saturação de umidade por 3, 24 e 48 horas e a porcentagem dos tempos de relaxação T_{21} , T_{22} e T_{23} calculados. Os resultados são apresentados nas figuras 53 a 55.

As amostras de peixe Pintado, ao final das 48 horas de hidratação apresentaram em média um teor de umidade de 38%. Para efeito de comparação, amostras liofilizadas do experimento 6, imersas em água destilada a 25°C e 89% de umidade apresentaram porcentagens de T_{21} , T_{22} e T_{23} de 8, 10 e 82%, respectivamente.

Pressões altas (1200mT) na câmara de liofilização influenciaram a porcentagem do sinal T_{23} de forma que, durante a reidratação das amostras liofilizadas, este sinal foi menor que aqueles apresentados pelas amostras liofilizadas em pressões menores (0,1 ou 600mT).

O efeito da pressão na câmara de liofilização foi muito maior que a temperatura das placas de aquecimento sobre porcentagem dos tempos de relaxação das amostras de peixe Pintado nas partes "T", "A" e "C".

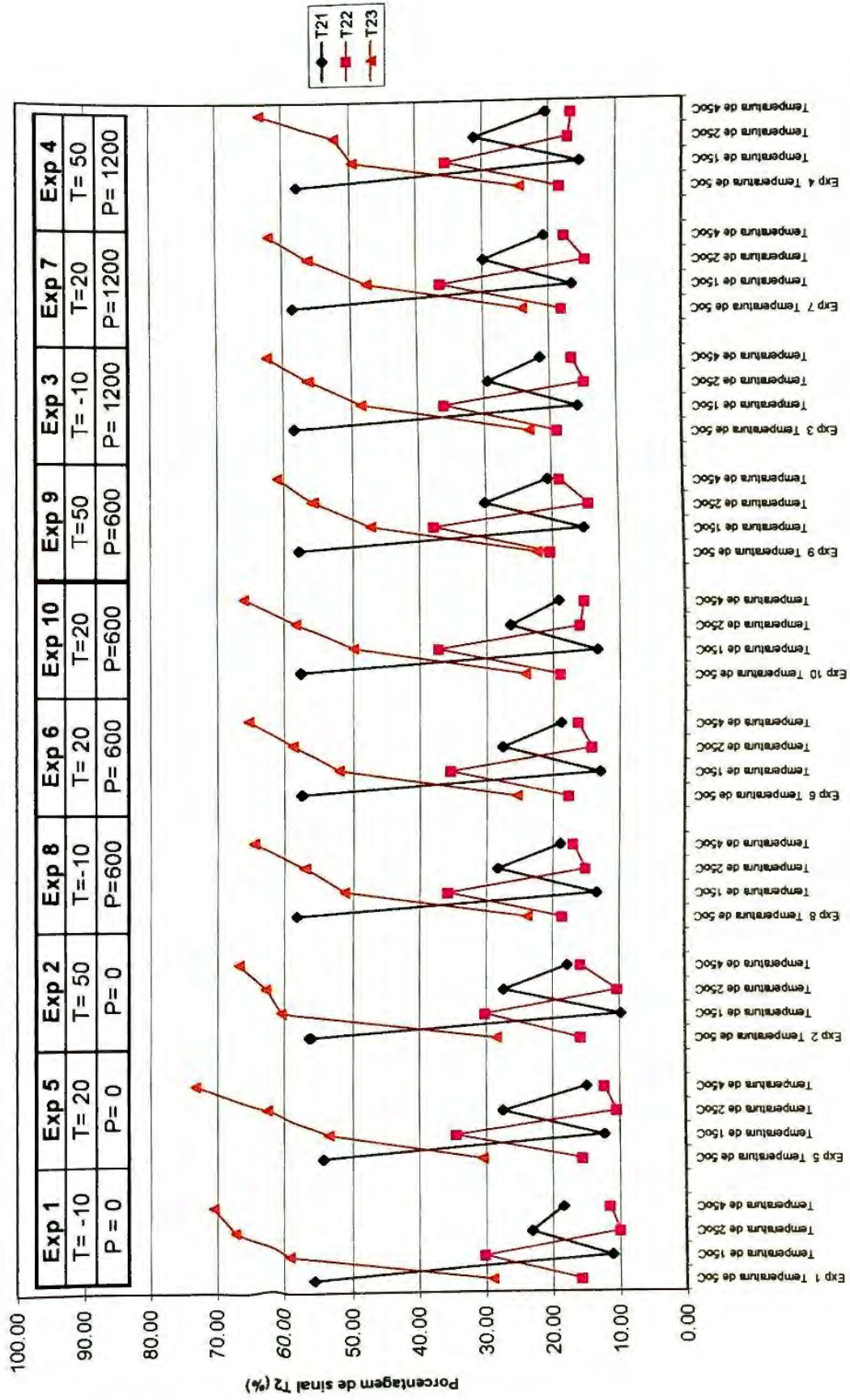


Figura 56 Caracterização das amostras da parte "T" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T₂), analisando a porcentagem dos sinais T₂₁, T₂₂ e T₂₃, obtidos ao se modificar a temperatura (de 5°C a 45°C) das amostras liofilizadas e reidratadas, nos diferentes experimentos estudados.

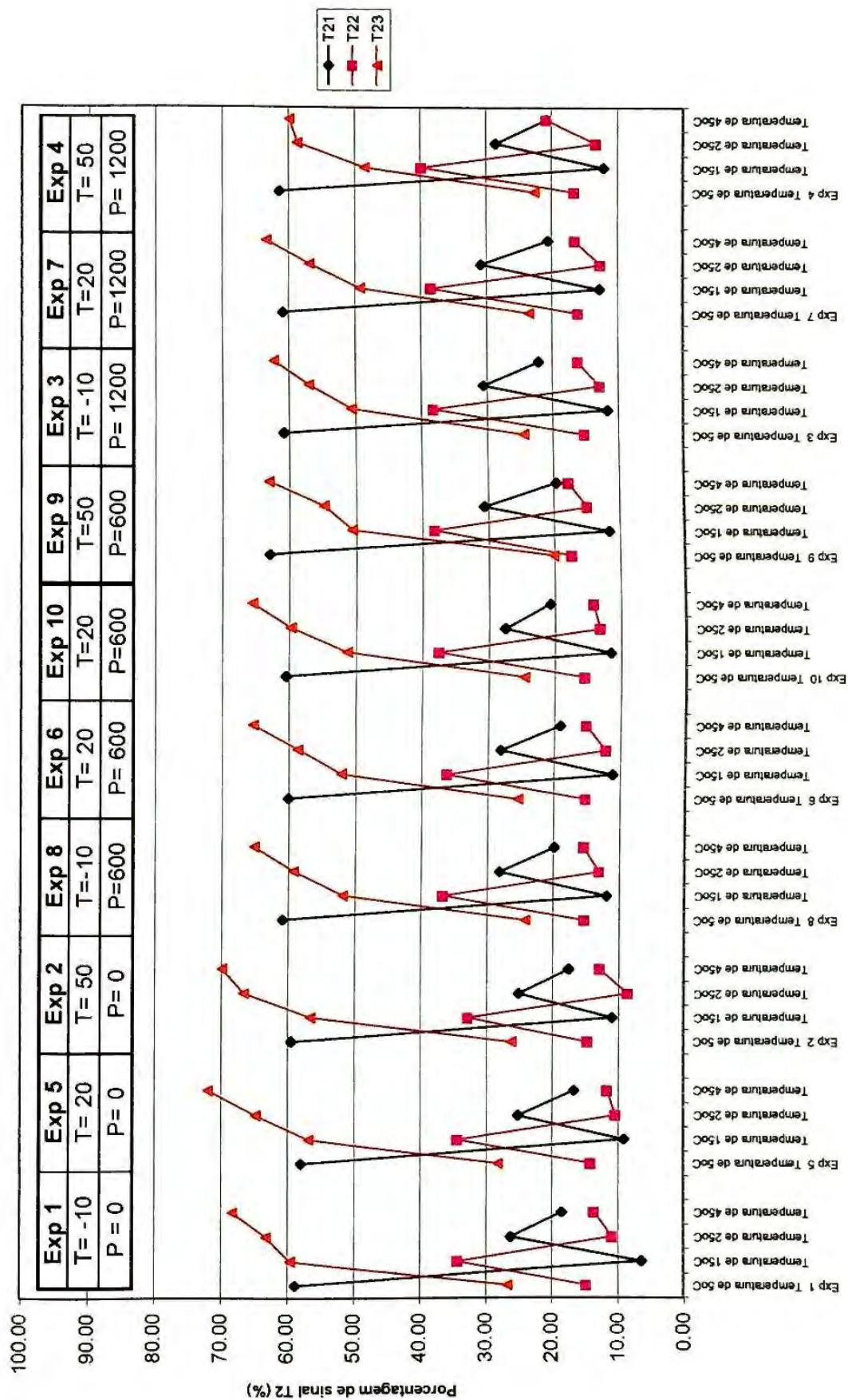


Figura 57 Caracterização das amostras da parte "A" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T_2), analisando a porcentagem dos sinais T_{21} , T_{22} e T_{23} , obtidos ao se modificar a temperatura (de 5°C a 45°C) das amostras liofilizadas e reidratadas, nos diferentes experimentos estudados.

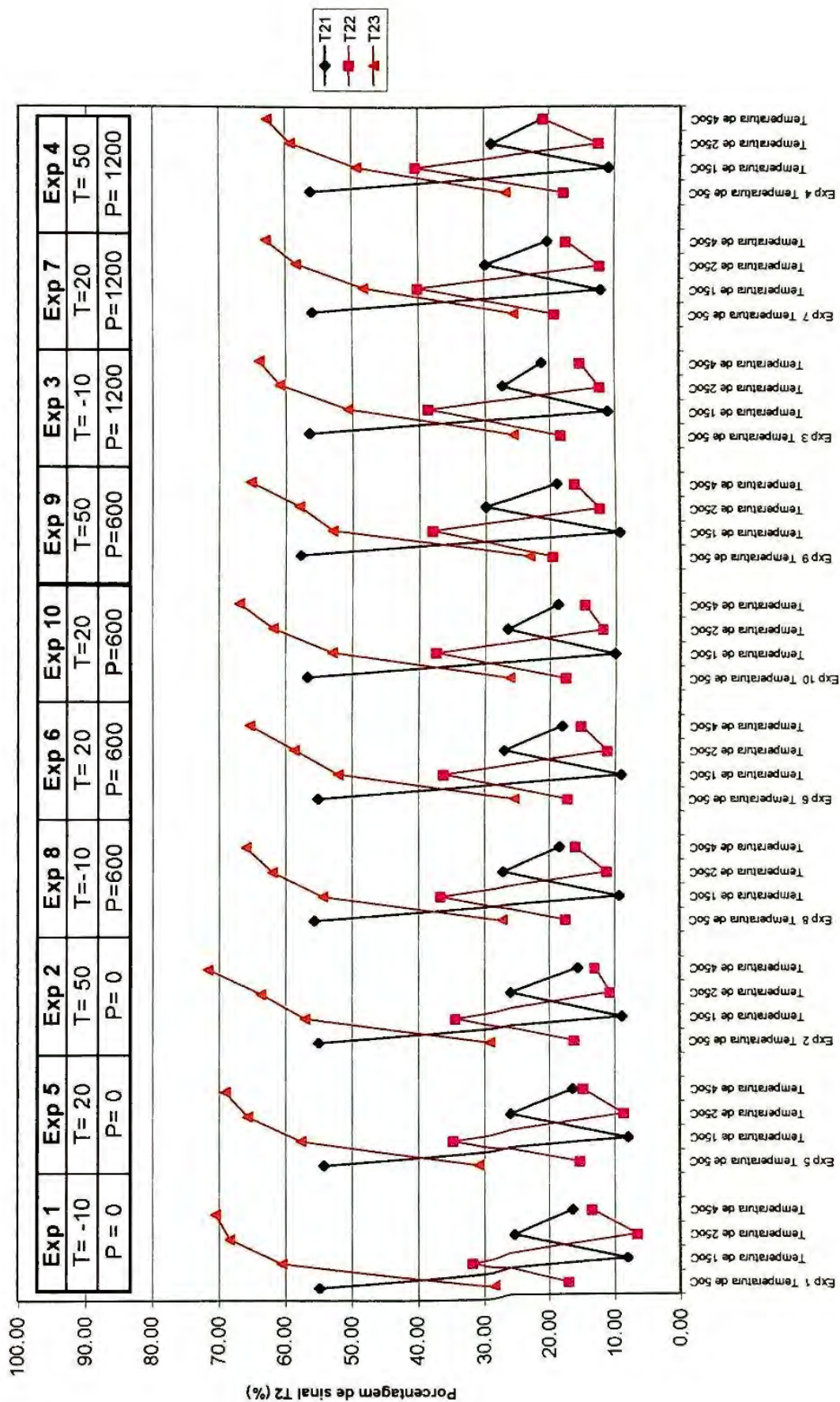


Figura 58 Caracterização das amostras da parte "C" do peixe Pintado, utilizando a técnica de RMN (CPMG T₂), analisando a porcentagem dos sinais T₂₁, T₂₂ e T₂₃, obtidos ao se modificar a temperatura (de 5°C a 45°C) das amostras liofilizadas e reidratadas, nos diferentes experimentos estudados.

Após a reidratação, as amostras foram congeladas e reaquecidas a 5,15,25 e 45°C para a análise por RMN. Os dados da porcentagem dos sinais foram obtidos e apresentados nas figuras 56 a 58.

O aumento da temperatura das amostras propiciou o crescimento da porcentagem do sinal T_{23} em todos os experimentos estudados, porém, a 45°C, nos experimentos em que se utilizou o parâmetro de pressão na câmara de liofilização 1200mT, os tempos de relaxação T_{23} foram menores que os liofilizados em pressões de 0,1 e 600mT.

A porcentagem de T_{23} , após o congelamento, apresentou uma diminuição de até 20% de seu valor. Este fenômeno pode ser explicado pela redistribuição das moléculas de água durante o congelamento lento.

6. CONCLUSÕES

Os parâmetros de liofilização que obtiveram o tempo de secagem mais curto foram os utilizados no experimento 2, pressão na câmara de liofilização 0,1mT e temperatura das placas de aquecimento 50°C, apresentando um tempo total de liofilização de 13 horas e 25 minutos para secar as amostras de peixe Pintado, enquanto que no experimento 3 (pressão na câmara de liofilização= 1200mT e temperatura de placas -10°C) foram utilizadas 40 horas para aumentar a temperatura das placas de aquecimento para 20°C e finalizar a secagem.

A maior taxa de reidratação foi observada no experimento 10 (Temperatura das placas de aquecimento= 20°C e Pressão na câmara de liofilização= 600mT), significativamente diferente para a maioria dos experimentos excetuando o experimento 5 (T= 20°C e P= 0mT) para todas as partes "T", "A" e "C" e para os experimentos 4, 6 e 7 na parte "A".

Entre as amostras liofilizadas, as condições de liofilização dos experimentos 1 (P= 0mT e T=-10°C), 5 (T= 20°C e P= 0mT) e 10 (P= 600mT e T= 20°C) promoveram as menores alterações na intensidade de cor entre os experimentos efetuados, enquanto que os experimentos 4 (P= 1200mT e T= 50°C) e 6 (P= 600mT e T= 20°C) obtiveram os maiores valores de intensidade de cor.

A alteração do espectro de cor não é uniforme. As amostras liofilizadas e as liofilizadas e reidratadas apresentam um aumento da intensidade de cor maior nos comprimentos de onda entre 520 e 700nm.

A reidratação diminuiu a intensidade de cor das amostras liofilizadas, mas as amostras reidratadas não obtiveram os mesmos espectros de cor observados pelas amostras frescas. As amostras reidratadas nas condições de liofilização dos experimentos 1 (P= 0mT e T=-10°C) e 10 (P= 600mT e T= 20°C) promoveram a menor alteração na intensidade de cor entre as amostras frescas e as amostras liofilizadas nos experimentos efetuados, enquanto que os experimentos 4 (P= 1200mT e T= 50°C) e 5 (P= 0mT e T= 20°C) foram os que obtiveram as maiores diferenças nos valores de intensidade de cor.

A temperatura de -10°C e a pressão de 600mT, nos experimentos efetuados, foram os parâmetros que exerceram menor influência na alteração da cor nas partes estudadas do peixe Pintado liofilizado e liofilizado e reidratado.

A temperatura das placas de aquecimento interfere sobre a coloração do peixe Pintado, na maioria dos experimentos, de forma linear e a pressão na câmara de liofilização de forma quadrática.

A interação da pressão na câmara de liofilização e da temperatura das placas de aquecimento sobre a cor não foi significativa na maioria dos experimentos realizados.

Os parâmetros de temperatura das placas de aquecimento 50°C e pressão na câmara de liofilização 1200mT não foram adequados para a retenção da maciez do peixe Pintado para as partes "T", "A" e "C".

Pressões altas (1200mT) na câmara de liofilização influenciaram a porcentagem do sinal T_{23} de forma que, durante a reidratação das amostras liofilizadas, este sinal foi menor que aqueles apresentados pelas amostras liofilizadas em pressões menores (0,1 ou 600mT).

O efeito da pressão na câmara de liofilização foi muito maior que a temperatura das placas de aquecimento sobre porcentagem dos tempos de relaxação das amostras de peixe Pintado nas partes "T", "A" e "C".

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AYROSA, A.M.I.B., PITOMBO, R.N.M. Estudo do perfil de textura da carne bovina cozida liofilizada. In: Congresso Iberoamericano de ingenieria de Alimentos. 1. , Campinas, 1995. Anales. Valencia: cyted, Unicamp, v.2, p127-135, 1996a.

AYROSA, A.M.I.B., PITOMBO, R.N.M. Comportamento higroscópico da carne bovina cozida liofilizada. Ciênc. Tecnol. Aliment. Campinas, v.16, n.1, p.12-17, 1996b.

AYROSA , A. M. I. B; PITOMBO, R.N.M. - Determinacion de la oxidacion de la mioglobina en carne cruda liofilizada. Rev. de Tecnologia e Higiêne de los Alimentos. Madrid. n. 294, p. 23-26, 1998.

AYROSA, A.M.I.B., PITOMBO, R.N.M. Avaliação objetiva de cor da carne bovina crua e cozida liofilizada. Farmácia e Química, v.33, p.38-44, 2000.

BAKER, A.E.; DOERRY, W.T.; KULP, K.; KEMP, K. A response-surface analysis of the oxidative requirements of no-time doughs. Cereal Chem., St. Paul, v.65, n.4, p.367-372, 1988.

BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I.S.; BRUNS, R.E. Planejamento e otimização de experimentos. Campinas: Unicamp, 1995. 300p.

BELTON, P.S. NMR in heterogeneous systems, In: Belton, P.S.; Delgadillo, I.; Gil, A.M., Webb, G.A. eds. Magnetic Resonance in Food Science, The Royal Society of Chemistry, London, 1995, p.18-32.

BENGTSSON, N.E. Freeze drying of sliced beef. In: GOLDBLITH. S.A., REY, L., ROTHMAYR, W.W., eds. Freeze drying and advanced food technology. London: Academic Press, 1975, p.253-76.

BRAKE, N. C. & FENNEMA, O. R. (1999). Glass transition values of muscle tissue. Journal of Food Science, 64,10–15.

- BRANDT, M.A., SKINNER, E.Z., COLEMAN, J.A. Texture profile method. *J. Food Sci.*, Chicago, v.28, p.404-409, 1963.
- CARR, H.Y., PURCELL, E.M. Effects of diffusion on free precession in nuclear magnetic resonance experiments. *Phys. Ver.*, New York, v.94, n.3, p.630-638, 1954.
- CHEN, P. L., LONG, R. RUAN, R, LABUZA, T.P. NMR studies of water mobility in bread during storage, *Lebensm. -Wiss u. -Technol.* v. 30, p.178-83, 1997.
- CLYDESDALE, F.M. Color measurement. In: GRUENWEDEL, D.W., WHITAKER, J.R. *Food Analysis: principles and techniques*. New York: Marcel Dekker, 1984. v.1, p.95-149.
- CURRIE, E.W., JORDAN, R.; WOLFE, F.H. Changes in water structure in postmortem muscle, as determined by NMR T1 values *J. Food. Sc.* v.46 p.822-823, 1981.
- DOEHLERT, D. H. Uniform shell designs. *Appl. Statist.*, 1970. v.19, p.231-239.
- FARID M., BAL'A A., PODOLAK R., E MARSHALL D. L., Microbial and color quality of fillets obtained from steam-pasteurized deheaded and eviscerated whole catfish, *Food Microbiology*, v.17, p.625-631, 2000.
- FERREIRA, V.L.P. *Colorimetria em alimentos*, campinas. Ital, 1991, 43p.
- FLINK, J. Energy analysis in dehydration processes. *Food Technol.*, Champain v.31,p.77-84,1977.
- FRANCIS, F.J., CLYDESDALE, F.M. *Food colorimetry: theory and applications*. Westport: Avi , 1975. 477 p.
- FRANKS, F. Hydration Phenomena: An update and implication for the food process industry. In: *Water relationships in foods.*, Plenum Press, New York, 1991, p.1-19.

- GENIN, N., RENÉ, F. Influence of freezing rate and the ripeness state of fresh courgette on the quality of freeze-dried products and freeze-drying time. J. Food Eng., London, v.29, p. 201-209, 1996a.
- GENIN, N., RENÉ, F., CORDEU, G. . A method for on-line determination of residual water content and sublimation end-point during freeze-drying. Chem. Eng. Process., v.35, p.255-263. 1996b.
- GIESE, J. Color measurement in foods as a quality parameter. Food Technol., Chicago, v.54, n.2, p.62-63, 2000.
- GULLET, E.A., FRANCIS, F.J., CLYDESDALE, F.M. Colorimetry of foods: orange juice. J. Food Sci., Chicago, v.37, p.389-393, 1972.
- LE LOCH, C. Amélioration de la lyophilisation sous vide et analyse de la qualité des produits. PhD thesis, INA-PG, Paris, 1992.
- LEVINE, H., SLADE, S. Water relationships in foods., Plenum Press, New York, 1991.
- LIMA, G.A.M.R., PITOMBO, R.M.N. Nuclear Magnetic Resonance Studies of Water Mobility in Freeze-dried Pintado (*Pseudoplatystoma corruscans*) "Fifth International Conference on Magnetic Resonance in Food Science" Fundação João Magalhães Edifício 1 Campus Universitario de Santiago 3810-193 Aveiro, Portugal, setembro de 2000.
- MEIBOOM, A., GILL, D. Modified spin-echo method for measuring nuclear relaxation times. Rev. Sci. Instrum., New York, v.29, n.8, p. 688-691, 1958.
- METTLER, E.; SEIBEL, W. Effects of emulsifiers and hydrocolloids on whole wheat bread quality: a response surface methodology study. Cereal Chem., St. Paul, v.70, n.4, p.373-377, 1993.

MORGAN, E. Chemometrics: experimental design. London: ACOI, 1997. 275p.

NAGASHIMA N., SUZUKI, E. Pulsed NMR and state of water in foods. In: Water activity: Influences on food quality eds. Rockland L.B., Stewart, G.F. Academic Press New York, 1981, p.247-64.

PITOMBO, R.N.M. A liofilização como técnica de conservação de material de pesquisa. Ciência e Cultura, São Paulo, v.41, p.427-431, 1989.

PITOMBO, R.N.M. e LIMA, G. A. M. R., Nuclear magnetic resonance and water activity in measuring the water mobility in Pintado (*Pseudoplatystoma corruscans*) fish, Journal of Food Engineering, 58, p.59-66, 2003.

PITOMBO, R.N.M., SPRING, C., PASSOS, R.F., TONATO, M., VITOLO, M. Effect of moisture content on the invertase activity of freeze-dried *S. cerevesae*, Cryobiology, New York, v.31, p.383-392, 1994.

RENÉ, F., WOLF, E., RODOLPHE, F. Vacuum freeze-drying of a liquid in a vial: determination of heat and mass transfer coefficients and optimization of operating pressure. Chem.Eng. Process,v.32, p.245-251, 1993.

RENÉ, F., GENIN, N., SCHOTT, G. Maîtrise de la qualité sensorielle des produits déshydrstés em relation avec la matière première et les conditions opératoires de la liophilization. Ind. Agric. Alim.,Paris v.113,p.387-90,1996.

ROOS, Y.H., KAREL, M., KOKINE, J.L. Glass transitions in low moisture and frozen foods: effects on shelf life and quality. Food Technol., v.30, p.95-108, 1996.

RUAN R.R. CHEN, P.L., Water in foods and biological materials – A Nuclear Magnetic Approach., Technomic publishing Company, Lancaster, p.1-50, 1998.

SIMATOS, D. Characterization of the condition of water in foods. Physic-Chemical aspects. In: SEOW, C.C. ed. Food Preservation by Moisture Control., London, Elsevier Applied Science, 1988, p.1-41.

STEEN, C. & LAMBELET, T. P. Texture changes in cod mince measured by low-field nuclear magnetic resonance spectroscopy. *Journal of Science of Food and Agriculture*, 74,268–272, 1997.

STEJSKAL, K.E. Restricted self-diffusion of protons in colloidal systems by pulsed gradient spin echo method. *Journal of Chemical Physics* 49(4), 1968.

WEISSER, H. NMR spectroscopy In: food industry minispec application, note n° 7, BRUKER, 1990.

WOLFF, E. & GILBERT, H. Développements technologique- nouveaux en lyophilisation. J. Food Eng., London, v. 8, p.91 – 108, 1988.

YASUY, T., ISHIOROSHI, M., NAKANO, H. Changes in shear modulus, ultrastructure and spin-spin relaxation times of water associated with heat-induced gelation of myosin. *J. Food Sci.*, v. 44, p.1201-1211, 1979.

8. ANEXOS

8.1. Liofilização

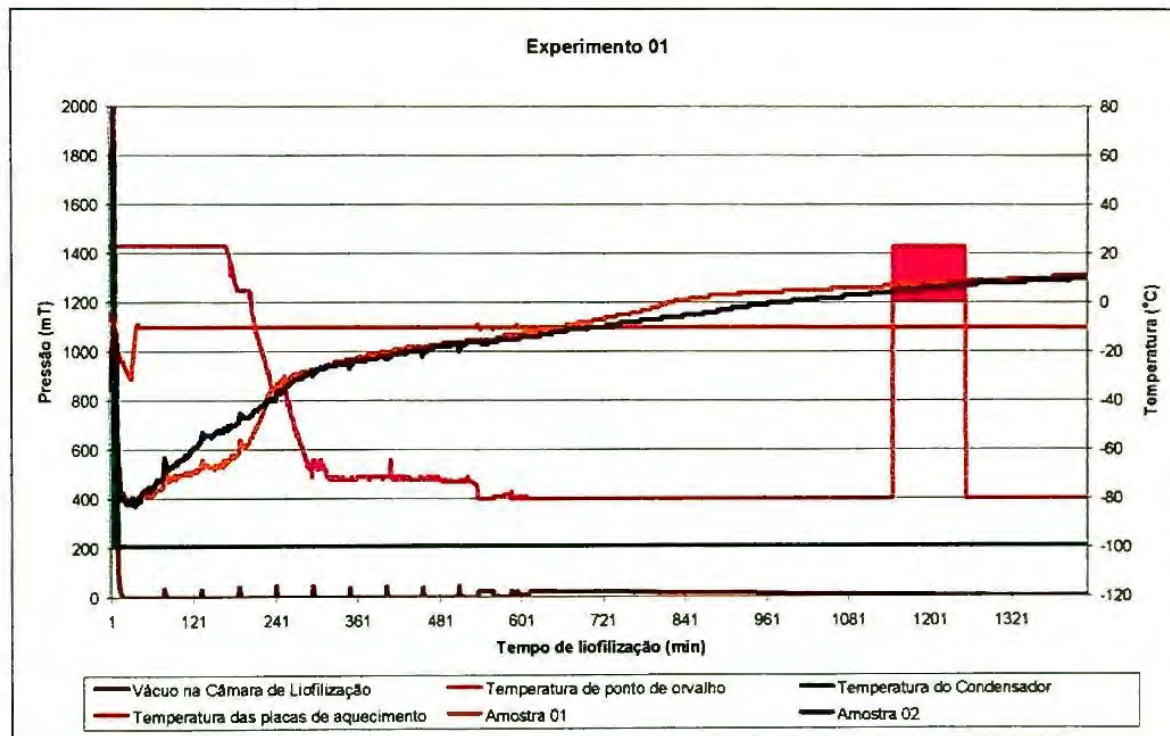


Figura 59 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 01 Pressão 0,1mT e Temperatura de placa -10°C.

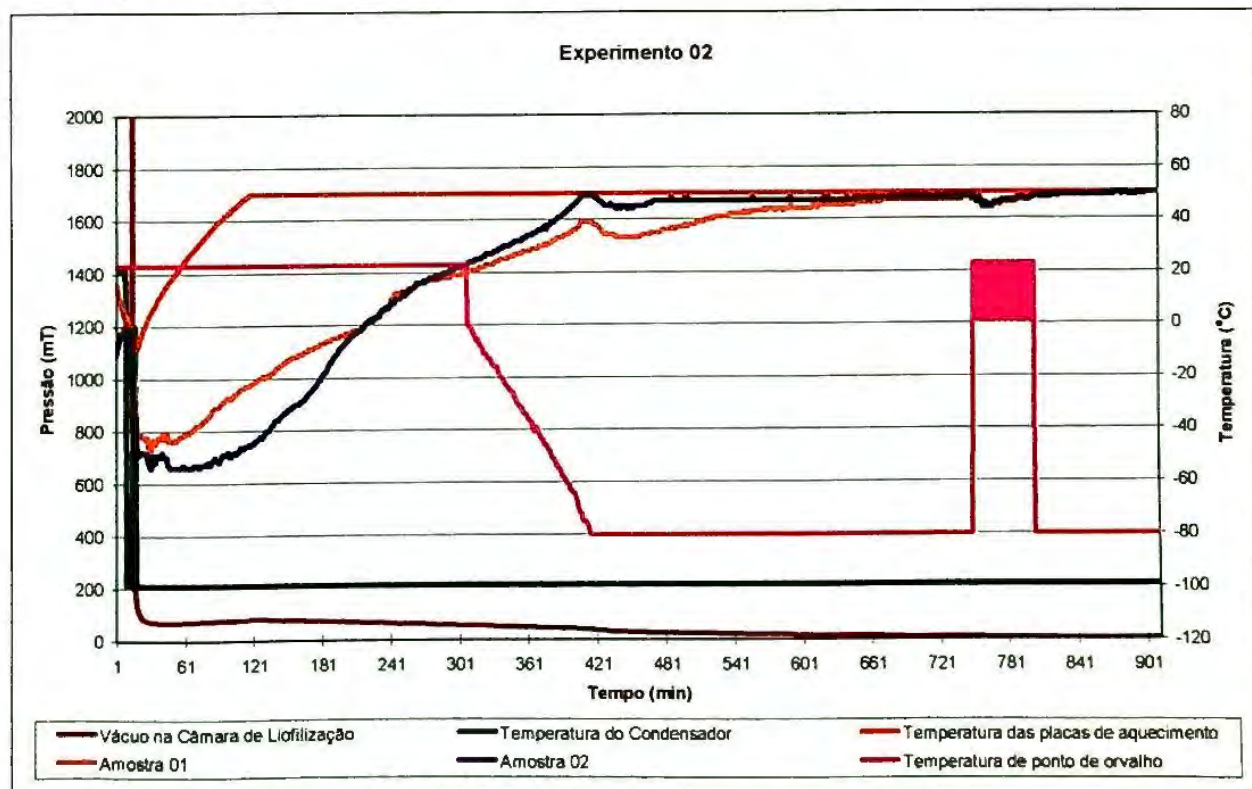


Figura 60 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 02 Pressão 0,1mT e Temperatura de placa 50°C.

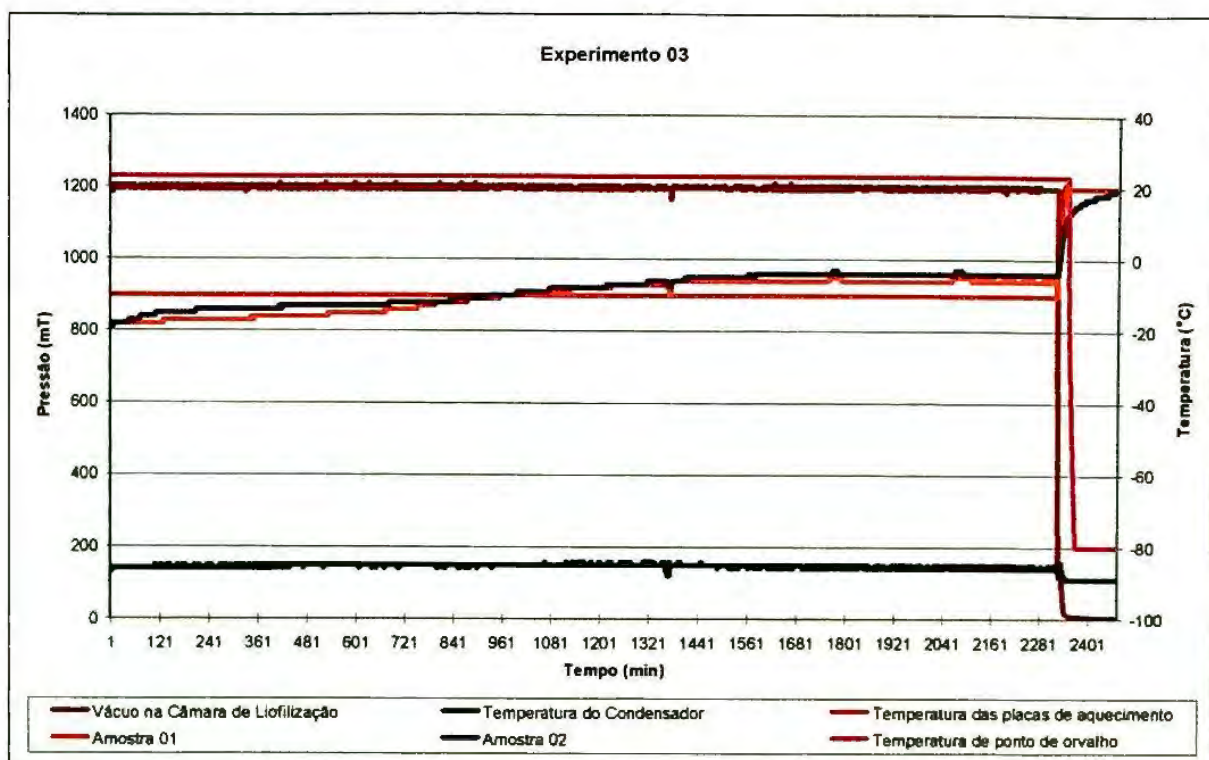


Figura 61 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 03 Pressão 1200mT e Temperatura de placa -10°C.

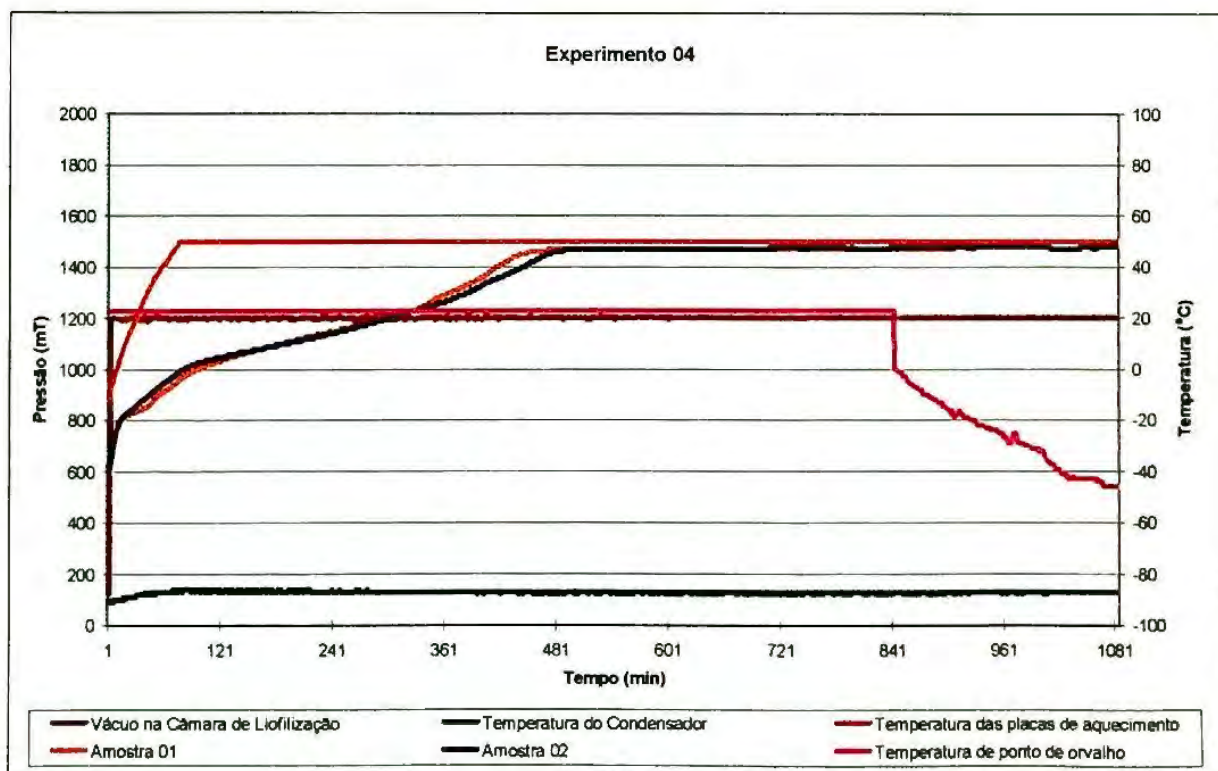


Figura 62 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 04 Pressão 1200mT e Temperatura de placa 50°C.

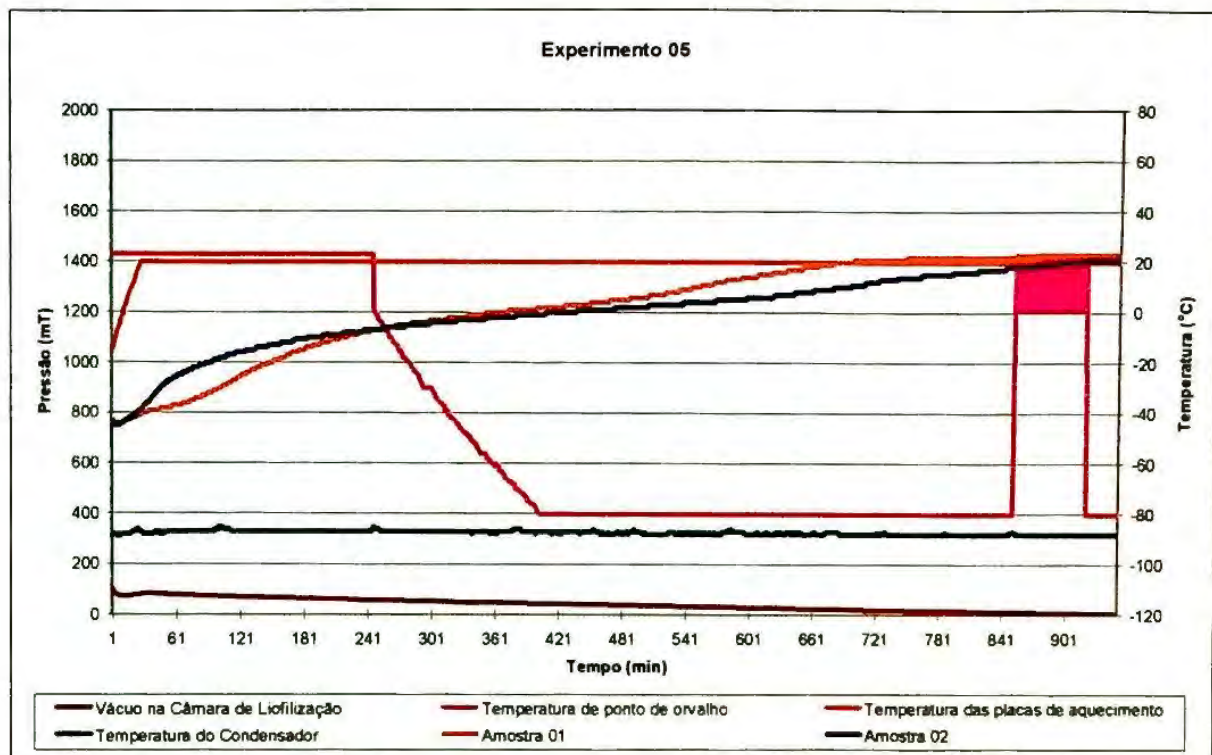


Figura 63 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 05 Pressão 0,1mT e Temperatura de placa 20°C.

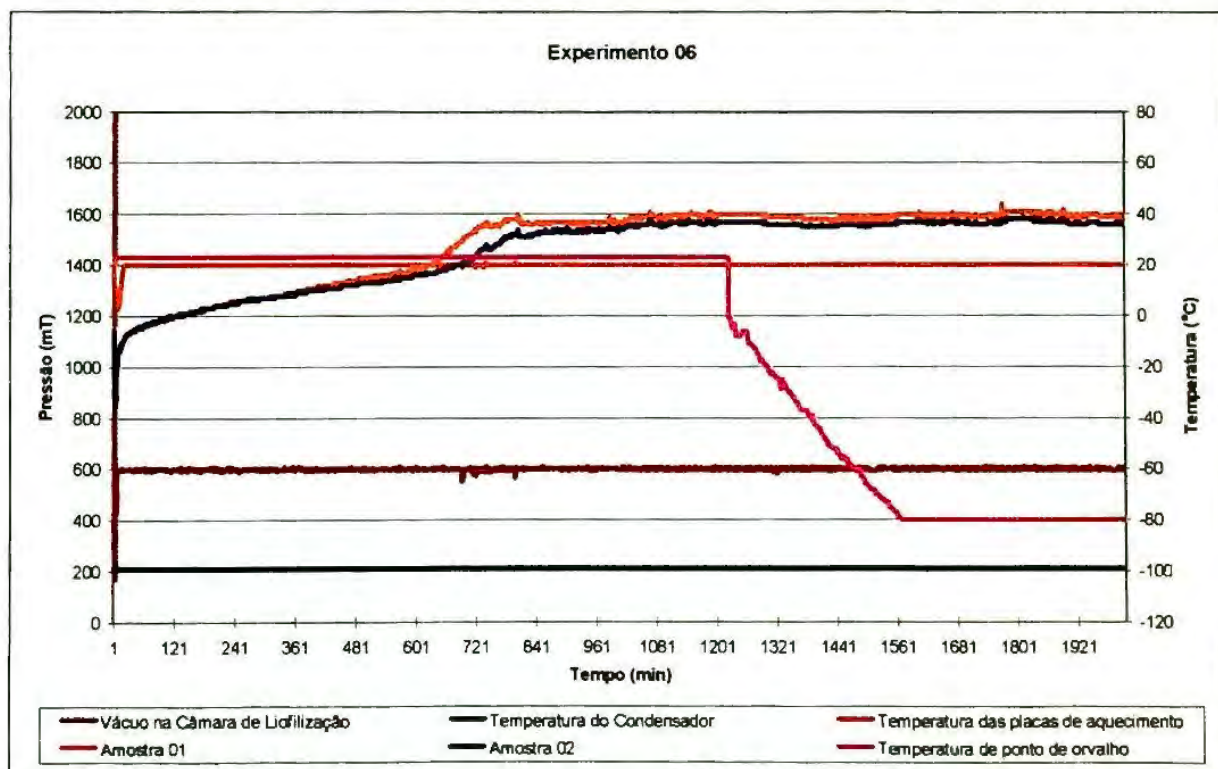


Figura 64 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 06 Pressão 600mT e Temperatura de placa 20°C.

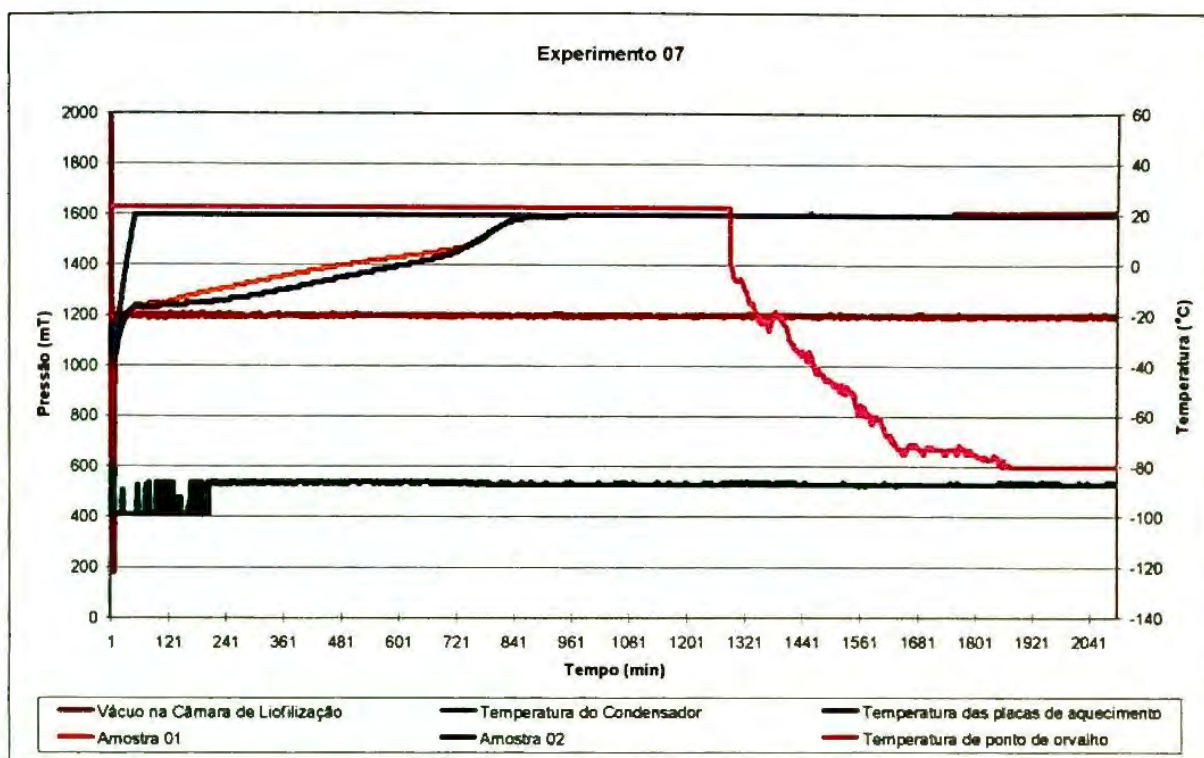


Figura 65 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 07 Pressão 1200mT e Temperatura de placa 20°C.

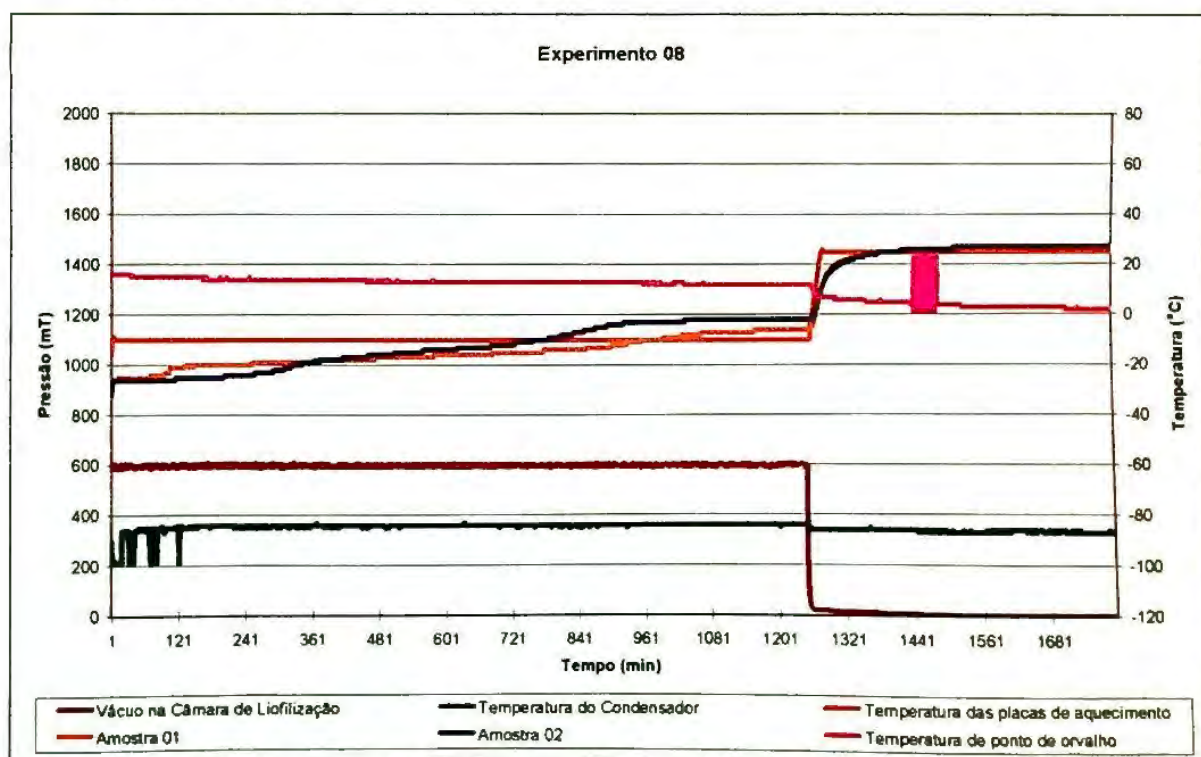


Figura 66 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 08 Pressão 600mT e Temperatura de placa -10°C.

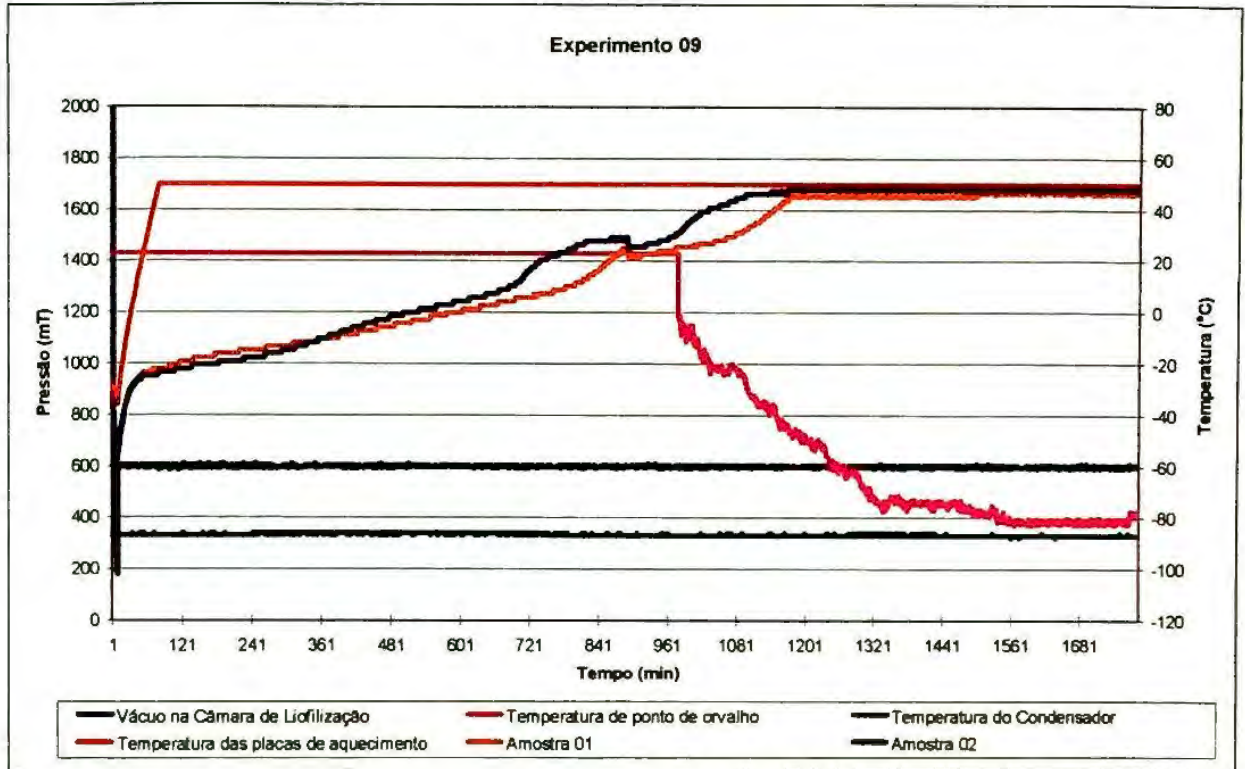


Figura 67 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 09 Pressão 600mT e Temperatura de placa 50°C.

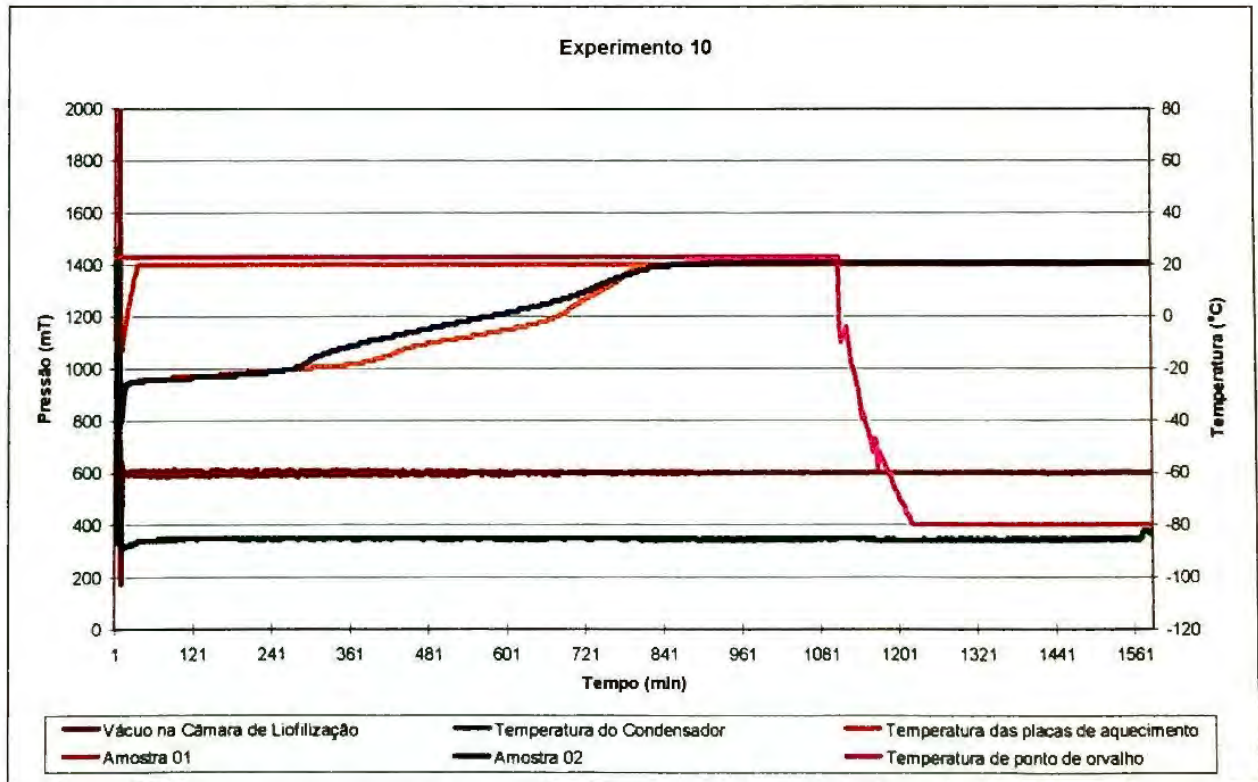


Figura 68 Liofilização do peixe Pintado nos parâmetros do experimento 10 Pressão 600mT e Temperatura de placa 20°C.

8.2. Colorimetria

Tabela 6 Dados de colorimetria do experimento 01. Parâmetros de processamento: Pressão 0,1mT e Temperatura de placa -10°C.

(Média das 34 amostras)	Fr L*	Fr a*	Fr b*	Lio L*	Lio a*	Lio b*	Reid L*	Reid a*	Reid b*
Média Total	46,89	-0,07	7,46	74,12	5,63	20,88	59,25	0,10	16,31
Desvio padrão	2,29	1,11	1,94	4,90	1,80	2,64	3,30	1,00	2,89
Média "T"	47,43	-0,63	8,89	78,62	4,18	21,73	61,24	-0,10	18,18
Desvio padrão	1,87	0,47	2,10	2,33	0,85	2,92	2,91	0,70	2,23
Média "A"	44,87	0,79	7,78	69,54	7,26	21,15	56,44	1,05	17,07
Desvio padrão	1,29	0,76	1,17	3,04	1,00	2,83	2,61	0,55	2,23
Média "C"	48,24	-0,34	5,86	74,20	5,47	19,84	59,99	-0,59	13,91
Desvio padrão	2,15	1,35	1,05	4,17	1,84	1,98	2,52	0,91	2,39

Tabela 7 Dados de colorimetria do experimento 02. Parâmetros de processamento: Pressão 0,1mT e Temperatura de placa 50°C.

Média de 34 amostras	Fr L*	Fr a*	Fr b*	Lio L*	Lio a*	Lio b*	Reid L*	Reid a*	Reid b*
Média Total	42,10	-0,63	1,41	80,14	3,21	20,92	57,84	0,14	12,77
Desvio padrão	1,77	0,79	1,94	2,11	1,06	2,93	1,87	1,24	4,01
Média "T"	40,64	-1,16	1,14	81,20	2,86	20,45	57,58	0,22	13,28
Desvio padrão	1,42	0,46	1,12	1,16	0,59	1,90	1,95	0,77	2,95
Média "A"	42,38	0,21	3,57	78,15	4,50	23,92	58,43	-0,78	10,34
Desvio padrão	1,40	0,43	0,58	1,56	0,57	2,41	2,15	0,86	2,42
Média "C"	43,17	-0,90	-0,31	81,00	2,36	18,60	57,53	0,90	14,53
Desvio padrão	1,54	0,65	1,38	2,02	0,47	1,42	1,53	1,40	5,04

Tabela 8 Dados de colorimetria do experimento 03. Parâmetros de processamento: Pressão 1200mT e Temperatura de placa -10°C.

Média de 34 amostras	Fr L*	Fr a*	Fr b*	Lio L*	Lio a*	Lio b*	Reid L*	Reid a*	Reid b*
Média Total	44,29	-0,39	3,79	80,28	4,76	22,14	62,09	0,52	18,13
Desvio padrão	2,57	0,88	3,09	2,79	1,48	4,37	4,58	1,48	6,50
Média "T"	44,67	-0,16	4,63	80,80	4,39	21,13	58,98	-0,16	14,18
Desvio padrão	2,86	0,89	3,00	2,58	0,68	2,92	1,80	1,26	3,75
Média "A"	43,94	-0,57	3,29	78,89	6,15	27,03	65,78	1,90	26,10
Desvio padrão	3,00	0,82	3,75	3,44	1,48	2,38	4,13	1,16	3,11
Média "C"	44,27	-0,43	3,48	81,07	3,82	18,58	61,55	-0,11	14,44
Desvio padrão	1,98	0,96	2,59	1,90	1,04	2,35	4,55	1,04	3,33

Tabela 9 Dados de colorimetria do experimento 04. Parâmetros de processamento: Pressão 1200mT e Temperatura de placa 50°C.

Média de 34 amostras	Fr L*	Fr a*	Fr b*	Lio L*	Lio a*	Lio b*	Reid L*	Reid a*	Reid b*
Média Total	42,54	-0,60	1,57	83,20	2,25	21,84	67,30	-1,03	16,33
Desvio padrão	2,35	0,78	1,83	2,29	0,51	2,10	2,97	0,59	2,43
Média "T"	41,53	-0,98	1,09	82,75	2,31	20,87	68,01	-0,81	18,12
Desvio padrão	1,49	0,49	1,15	2,71	0,39	1,62	3,22	0,48	2,49
Média "A"	43,43	-0,40	1,31	84,31	2,03	22,10	68,49	-1,44	14,93
Desvio padrão	2,11	0,83	2,61	1,82	0,57	2,53	2,41	0,43	1,61
Média "C"	42,64	-0,45	2,24	82,59	2,41	22,49	65,55	-0,84	15,98
Desvio padrão	2,95	0,87	1,37	2,07	0,50	1,89	2,54	0,65	2,08

Tabela 10 Dados de colorimetria do experimento 05. Parâmetros de processamento: Pressão 0,1mT e Temperatura de placa 20°C.

Média de 34 amostras	Fr L*	Fr a*	Fr b*	Lio L*	Lio a*	Lio b*	Reid L*	Reid a*	Reid b*
Média Total	40,99	2,11	7,12	76,36	4,69	21,81	63,50	0,45	13,57
Desvio padrão	5,16	1,53	2,15	3,54	1,26	3,16	3,32	1,29	4,61
Média "T"	40,18	2,08	7,57	76,93	4,75	22,39	64,13	0,28	14,16
Desvio padrão	3,34	1,58	2,32	4,78	1,12	2,35	3,89	1,48	5,95
Média "A"	38,97	2,73	7,55	74,81	5,34	23,73	64,25	0,44	13,94
Desvio padrão	5,87	1,51	1,46	2,75	1,55	3,18	2,75	1,47	4,95
Média "C"	43,57	1,58	6,33	77,26	4,03	19,53	62,24	0,60	12,69
Desvio padrão	5,15	1,40	2,44	2,51	0,73	2,47	3,13	1,00	2,81

Tabela 11 Dados de colorimetria do experimento 06. Parâmetros de processamento: Pressão 600mT e Temperatura de placa 20°C.

Média de 34 amostras	Fr L*	Fr a*	Fr b*	Lio L*	Lio a*	Lio b*	Reid L*	Reid a*	Reid b*
Média Total	45,46	-0,57	4,00	83,37	3,32	17,37	60,24	-0,39	16,28
Desvio padrão	2,61	0,85	1,60	3,52	1,19	2,04	2,68	0,96	2,93
Média "T"	44,87	-0,87	3,73	83,94	2,91	16,90	60,28	-1,18	13,77
Desvio padrão	1,74	0,28	1,93	3,50	0,71	2,07	1,88	0,62	1,96
Média "A"	43,83	0,36	4,01	82,36	3,93	18,99	59,75	0,49	19,41
Desvio padrão	1,84	0,78	1,28	2,25	1,04	1,78	3,14	0,59	1,69
Média "C"	47,49	-1,14	4,25	83,77	3,13	16,31	60,65	-0,47	15,71
Desvio padrão	2,65	0,49	1,65	4,46	1,48	1,27	3,00	0,82	1,82

Tabela 12 Dados de colorimetria do experimento 07. Parâmetros de processamento: Pressão 1200mT e Temperatura de placa 20°C.

Média de 34 amostras	Fr L*	Fr a*	Fr b*	Lio L*	Lio a*	Lio b*	Reid L*	Reid a*	Reid b*
Média Total	42,17	1,03	7,46	79,16	6,09	22,14	61,30	0,69	18,58
Desvio padrão	2,43	1,18	2,58	3,00	1,23	3,09	3,27	0,98	3,06
Média "T"	42,42	0,28	8,45	80,67	5,97	24,11	61,93	1,19	20,15
Desvio padrão	2,19	0,59	2,62	2,61	1,08	3,19	3,04	1,48	3,63
Média "A"	41,27	2,25	7,64	78,06	6,08	20,64	61,25	0,50	18,40
Desvio padrão	2,42	1,05	0,85	3,57	1,29	2,38	4,35	0,61	3,11
Média "C"	42,77	0,61	6,38	78,78	6,21	21,69	60,77	0,41	17,29
Desvio padrão	2,60	0,79	3,27	2,36	1,40	2,81	2,42	0,44	1,75

Tabela 13 Dados de colorimetria do experimento 08. Parâmetros de processamento: Pressão 600mT e Temperatura de placa -10°C.

Média de 34 amostras	Fr L*	Fr a*	Fr b*	Lio L*	Lio a*	Lio b*	Reid L*	Reid a*	Reid b*
Média Total	50.23	-0.45	4.86	82.58	3.09	18.88	66.96	-0.55	14.19
Desvio padrão	3.72	1.46	3.28	2.58	1.30	3.18	2.78	1.17	3.98
Média "T"	48.07	1.38	8.26	80.14	4.72	22.21	66.07	0.93	19.28
Desvio padrão	3.24	1.05	2.18	1.28	0.65	2.68	2.24	0.82	2.49
Média "A"	49.55	-1.14	2.34	83.67	2.64	18.32	66.10	-1.03	12.04
Desvio padrão	1.51	0.49	1.13	2.19	0.53	1.58	2.48	0.35	1.48
Média "C"	52.82	-1.50	4.07	83.82	2.02	16.34	68.56	-1.46	11.49
Desvio padrão	4.17	0.38	2.85	2.30	0.58	1.78	2.95	0.22	1.19

Tabela 14 Dados de colorimetria do experimento 09. Parâmetros de processamento: Pressão 600mT e Temperatura de placa 50°C.

Média de 34 amostras	Fr L*	Fr a*	Fr b*	Lio L*	Lio a*	Lio b*	Reid L*	Reid a*	Reid b*
Média Total	51.20	-1.83	1.07	83.04	1.54	16.18	67.45	-1.56	10.14
Desvio padrão	3.14	0.90	2.86	3.53	1.04	2.49	3.50	0.54	2.82
Média "T"	50.04	-1.14	2.50	81.96	2.39	18.40	66.72	-1.03	12.81
Desvio padrão	2.59	0.90	2.16	2.58	0.94	2.60	2.97	0.48	1.89
Média "A"	51.05	-2.14	-1.26	83.54	1.36	15.82	65.89	-1.81	8.20
Desvio padrão	3.59	0.58	3.04	2.30	0.75	1.29	3.36	0.34	2.99
Média "C"	52.38	-2.18	1.90	83.57	0.94	14.47	69.55	-1.82	9.46
Desvio padrão	2.97	0.84	1.91	4.99	0.89	1.66	3.27	0.40	1.07

Tabela 15 Dados de colorimetria do experimento 10. Parâmetros de processamento: Pressão 600mT e Temperatura de placa 20°C.

Média de 34 amostras	Fr L*	Fr a*	Fr b*	Lio L*	Lio a*	Lio b*	Reid L*	Reid a*	Reid b*
Média Total	52.46	-0.84	5.23	80.98	2.02	16.55	63.71	-2.21	12.72
Desvio padrão	2.76	1.77	2.71	3.66	0.78	1.71	2.97	0.88	2.85
Média "T"	51.81	-1.26	3.36	82.78	1.52	15.29	64.51	-1.70	10.31
Desvio padrão	2.18	1.37	1.96	2.16	0.59	1.44	1.51	0.41	1.77
Média "A"	53.73	0.71	8.02	78.68	2.66	16.66	64.39	-0.45	15.42
Desvio padrão	3.31	1.98	2.21	4.41	0.88	0.78	3.28	1.06	1.33
Média "C"	51.89	-1.87	4.38	81.43	1.88	17.59	65.19	-1.39	12.89
Desvio padrão	2.47	0.57	1.43	3.09	0.38	1.88	3.77	0.53	2.64

7.3.. Reidratação

Tabela 16 Dados de reidratação coletados para o experimento 01. Parâmetros de processamento: Pressão 0,1 mT e Temperatura de placa -10 °C.

(Média das 34 amostras)	% Reidratação aos 5 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 15 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 25 minutos em relação ao peixe fresco
Média Total	81,30	85,60	86,80
Desvio padrão	6,84	6,41	5,78
Média "T"	87,14	91,59	92,12
Desvio padrão	4,86	3,37	2,32
Média "A"	77,76	82,27	84,36
Desvio padrão	6,79	6,06	5,86
Média "C"	79,17	83,15	84,15
Desvio padrão	5,05	5,12	4,72

Tabela 17 Dados de reidratação coletados para o experimento 02. Parâmetros de processamento: Pressão 0,1 mT e Temperatura de placa 50°C.

(Média das 34 amostras)	% Reidratação aos 5 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 15 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 25 minutos em relação ao peixe fresco
Média Total	84,65	88,36	89,93
Desvio padrão	4,01	4,23	4,26
Média "T"	85,82	89,70	91,85
Desvio padrão	2,61	2,79	2,72
Média "A"	83,82	87,07	88,52
Desvio padrão	3,66	3,99	3,66
Média "C"	84,34	88,32	89,48
Desvio padrão	5,26	5,36	5,45

Tabela 18 Dados de reidratação coletados para o experimento 03. Parâmetros de processamento: Pressão 1200 mT e Temperatura de placa -10°C.

(Média das 34 amostras)	% Reidratação aos 5 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 15 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 25 minutos em relação ao peixe fresco
Média Total	85,15	87,73	89,73
Desvio padrão	3,24	3,30	3,23
Média "T"	87,06	89,71	91,93
Desvio padrão	2,10	2,08	2,27
Média "A"	83,95	86,15	88,17
Desvio padrão	3,22	3,43	3,25
Média "C"	84,51	87,36	89,14
Desvio padrão	3,53	3,40	3,06

Tabela 19 Dados de reidratação coletados para o experimento 04. Parâmetros de processamento: Pressão 1200 mT e Temperatura de placa 50°C.

(Média das 34 amostras)	% Reidratação aos 5 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 15 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 25 minutos em relação ao peixe fresco
Média Total	90,31	91,19	91,62
Desvio padrão	2,18	1,80	1,46
Média "T"	91,53	92,30	92,67
Desvio padrão	1,75	1,51	1,33
Média "A"	89,59	90,52	90,93
Desvio padrão	2,34	1,99	1,34
Média "C"	89,86	90,79	91,29
Desvio padrão	2,06	1,49	1,22

Tabela 20 Dados de reidratação coletados para o experimento 05. Parâmetros de processamento: Pressão 0,1 mT e Temperatura de placa 20°C.

(Média das 34 amostras)	% Reidratação aos 5 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 15 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 25 minutos em relação ao peixe fresco
Média Total	87,65	90,93	93,11
Desvio padrão	5,79	5,97	5,91
Média "T"	87,95	90,69	92,97
Desvio padrão	7,23	7,06	6,82
Média "A"	87,63	91,44	93,93
Desvio padrão	3,43	3,40	3,38
Média "C"	87,39	90,68	92,49
Desvio padrão	6,48	7,12	7,15

Tabela 21 Dados de reidratação coletados para o experimento 06. Parâmetros de processamento: Pressão 600 mT e Temperatura de placa 20°C.

(Média das 34 amostras)	% Reidratação aos 5 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 15 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 25 minutos em relação ao peixe fresco
Média Total	88,06	88,94	88,91
Desvio padrão	7,94	8,04	6,95
Média "T"	86,50	87,35	89,48
Desvio padrão	7,35	7,61	8,22
Média "A"	87,70	88,63	89,63
Desvio padrão	5,79	5,83	5,87
Média "C"	89,82	90,68	87,73
Desvio padrão	10,17	10,23	7,06

Tabela 22 Dados de reidratação coletados para o experimento 07. Parâmetros de processamento: Pressão 1200 mT e Temperatura de placa 20°C.

(Média das 34 amostras)	% Reidratação aos 5 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 15 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 25 minutos em relação ao peixe fresco
Média Total	88,74	90,86	92,61
Desvio padrão	2,76	2,15	1,77
Média "T"	87,54	90,24	92,62
Desvio padrão	2,44	2,16	1,75
Média "A"	88,70	90,96	92,42
Desvio padrão	2,77	2,49	2,23
Média "C"	89,87	91,34	92,79
Desvio padrão	2,77	1,81	1,43

Tabela 23 Dados de reidratação coletados para o experimento 08. Parâmetros de processamento: Pressão 600 mT e Temperatura de placa -10°C.

(Média das 34 amostras)	% Reidratação aos 5 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 15 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 25 minutos em relação ao peixe fresco
Média Total	89,26	91,31	92,46
Desvio padrão	4,28	3,94	3,98
Média "T"	86,82	89,27	90,60
Desvio padrão	3,03	2,90	3,15
Média "A"	93,23	94,93	95,90
Desvio padrão	2,63	2,45	2,69
Média "C"	87,86	89,86	91,02
Desvio padrão	4,05	3,73	3,79

Tabela 24 Dados de reidratação coletados para o experimento 09. Parâmetros de processamento: Pressão 600 mT e Temperatura de placa 50°C.

	% Reidratação aos 5 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 15 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 25 minutos em relação ao peixe fresco
Média Total (Média das 34 amostras)	90,33	92,49	93,55
Desvio padrão	3,72	2,98	2,67
Média "T"	88,42	90,65	91,60
Desvio padrão	4,64	3,57	2,94
Média "A"	92,47	94,55	95,58
Desvio padrão	2,51	1,76	1,34
Média "C"	90,12	92,28	93,47
Desvio padrão	2,80	2,12	1,97

Tabela 25 Dados de reidratação coletados para o experimento 10. Parâmetros de processamento: Pressão 600 mT e Temperatura de placa 20°C.

	% Reidratação aos 5 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 15 minutos em relação ao peixe fresco	% Reidratação aos 25 minutos em relação ao peixe fresco
Média Total (Média das 34 amostras)	93,07	93,86	94,27
Desvio padrão	2,47	2,38	2,28
Média "T"	94,70	95,40	95,65
Desvio padrão	1,74	1,63	1,55
Média "A"	90,83	91,24	91,76
Desvio padrão	2,45	1,81	1,73
Média "C"	93,62	94,85	95,32
Desvio padrão	1,44	1,12	1,10

Teste T para amostras dependentes: níveis-p										
Valores destacados apresentam diferenças significativas a $p < .05000$										
5 minutos de reidratação das amostras para os diferentes experimentos da parte T										
	EXP_1	EXP_2	EXP_3	EXP_4	EXP_5	EXP_6	EXP_7	EXP_8	EXP_9	EXP_10
EXP_1	1.000000	0.379015	0.955543	0.006466	0.787034	0.797413	0.806250	0.842657	0.568786	0.001845
EXP_2	0.379015	1.000000	0.334680	0.000055	0.317870	0.781707	0.080032	0.497365	0.215157	0.000014
EXP_3	0.955543	0.334680	1.000000	0.001097	0.725475	0.826050	0.627600	0.799120	0.371753	0.000000
EXP_4	0.006466	0.000055	0.001097	1.000000	0.152613	0.041590	0.000696	0.000915	0.061277	0.005052
EXP_5	0.787034	0.317870	0.725475	0.152613	1.000000	0.716326	0.872925	0.593315	0.829619	0.007792
EXP_6	0.797413	0.781707	0.826050	0.041590	0.716326	1.000000	0.682627	0.914548	0.536312	0.009988
EXP_7	0.806250	0.080032	0.627600	0.000696	0.872925	0.682627	1.000000	0.577932	0.655431	0.000011
EXP_8	0.842657	0.497365	0.799120	0.000915	0.593315	0.914548	0.577932	1.000000	0.083265	0.000001
EXP_9	0.568786	0.215157	0.371753	0.061277	0.829619	0.536312	0.655431	0.083265	1.000000	0.000316
EXP_10	0.001845	0.000014	0.000000	0.005052	0.007792	0.009988	0.000011	0.000001	0.000316	1.000000
5 minutos de reidratação das amostras para os diferentes experimentos da parte A										
	EXP_1	EXP_2	EXP_3	EXP_4	EXP_5	EXP_6	EXP_7	EXP_8	EXP_9	EXP_10
EXP_1	1.000000	0.006000	0.011874	0.000525	0.000667	0.010781	0.001927	0.000008	0.000055	0.000137
EXP_2	0.006000	1.000000	0.934784	0.002866	0.019087	0.112859	0.011537	0.000014	0.000006	0.000250
EXP_3	0.011874	0.934784	1.000000	0.000391	0.025264	0.090851	0.014518	0.000004	0.000230	0.000295
EXP_4	0.000525	0.002866	0.000391	1.000000	0.186494	0.189628	0.497102	0.019642	0.044697	0.291636
EXP_5	0.000667	0.019087	0.025264	0.186494	1.000000	0.980183	0.474883	0.000580	0.002098	0.017276
EXP_6	0.010781	0.112859	0.090851	0.189628	0.980183	1.000000	0.610076	0.041857	0.038719	0.184795
EXP_7	0.001927	0.011537	0.014518	0.497102	0.474883	0.610076	1.000000	0.004662	0.000345	0.082826
EXP_8	0.000008	0.000014	0.000004	0.019642	0.000580	0.041857	0.004662	1.000000	0.508591	0.015223
EXP_9	0.000055	0.000006	0.000230	0.044697	0.002098	0.038719	0.000345	0.508591	1.000000	0.174530
EXP_10	0.000137	0.000250	0.000295	0.291636	0.017276	0.184795	0.082826	0.015223	0.174530	1.000000
5 minutos de reidratação das amostras para os diferentes experimentos da parte C										
	EXP_1	EXP_2	EXP_3	EXP_4	EXP_5	EXP_6	EXP_7	EXP_8	EXP_9	EXP_10
EXP_1	1.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000
EXP_2	0.000000	1.000000	0.938297	0.004753	0.158786	0.181566	0.009360	0.149033	0.007593	0.000060
EXP_3	0.000000	0.938297	1.000000	0.000276	0.240702	0.104486	0.001627	0.046121	0.000280	0.000003
EXP_4	0.000000	0.004753	0.000276	1.000000	0.255555	0.988980	0.989533	0.127933	0.656773	0.000328
EXP_5	0.000000	0.158786	0.240702	0.255555	1.000000	0.567379	0.142108	0.829490	0.235880	0.010664
EXP_6	0.000000	0.181566	0.104486	0.988980	0.567379	1.000000	0.987213	0.408189	0.917830	0.230254
EXP_7	0.000000	0.009360	0.001627	0.989533	0.142108	0.987213	1.000000	0.195823	0.797529	0.001271
EXP_8	0.000000	0.149033	0.046121	0.127933	0.829490	0.408189	0.195823	1.000000	0.152857	0.001158
EXP_9	0.000000	0.007593	0.000280	0.656773	0.235880	0.917830	0.797529	0.152857	1.000000	0.001803
EXP_10	0.000000	0.000060	0.000003	0.000328	0.010664	0.230254	0.001271	0.001158	0.001803	1.000000

Figura 69 Teste T para as amostras reidratadas por 5 minutos em água destilada a 25°C, das partes "T", "A" e "C" do peixe Pintado liofilizado.

Teste T para amostras dependentes: níveis-p										
Valores destacados apresentam diferenças significativas a $p < .05000$										
15 minutos de reidratação das amostras para os diferentes experimentos da parte T										
	EXP_1	EXP_2	EXP_3	EXP_4	EXP_5	EXP_6	EXP_7	EXP_8	EXP_9	EXP_10
EXP_1	1.000000	0.151652	0.111950	0.515196	0.736424	0.094260	0.322646	0.082808	0.559036	0.011620
EXP_2	0.151652	1.000000	0.993337	0.022253	0.623887	0.398157	0.554802	0.766774	0.595621	0.000501
EXP_3	0.111950	0.993337	1.000000	0.019083	0.687443	0.364918	0.558344	0.640107	0.446026	0.000002
EXP_4	0.515196	0.022253	0.019083	1.000000	0.497150	0.046470	0.024962	0.011167	0.185611	0.004353
EXP_5	0.736424	0.623887	0.687443	0.497150	1.000000	0.435105	0.834632	0.494680	0.988610	0.043068
EXP_6	0.094260	0.398157	0.364918	0.046470	0.435105	1.000000	0.305472	0.512240	0.248383	0.011236
EXP_7	0.322646	0.554802	0.558344	0.024962	0.834632	0.305472	1.000000	0.328024	0.763357	0.000018
EXP_8	0.082808	0.766774	0.640107	0.011167	0.494680	0.512240	0.328024	1.000000	0.086408	0.000006
EXP_9	0.559036	0.595621	0.446026	0.185611	0.988610	0.248383	0.763357	0.086408	1.000000	0.000761
EXP_10	0.011620	0.000501	0.000002	0.004353	0.043068	0.011236	0.000018	0.000006	0.000761	1.000000
15 minutos de reidratação das amostras para os diferentes experimentos da parte A										
	EXP_1	EXP_2	EXP_3	EXP_4	EXP_5	EXP_6	EXP_7	EXP_8	EXP_9	EXP_10
EXP_1	1.000000	0.022969	0.060154	0.001574	0.001052	0.048563	0.003853	0.000015	0.000066	0.000869
EXP_2	0.022969	1.000000	0.564231	0.041733	0.017245	0.509776	0.033212	0.000045	0.000056	0.009220
EXP_3	0.060154	0.564231	1.000000	0.003111	0.004329	0.244475	0.010997	0.000021	0.000126	0.001335
EXP_4	0.001574	0.041733	0.003111	1.000000	0.493328	0.231505	0.715993	0.003857	0.002633	0.438752
EXP_5	0.001052	0.017245	0.004329	0.493328	1.000000	0.301351	0.726518	0.007047	0.018003	0.866056
EXP_6	0.048563	0.509776	0.244475	0.231505	0.301351	1.000000	0.255750	0.026267	0.013932	0.237364
EXP_7	0.003853	0.033212	0.010997	0.715993	0.726518	0.255750	1.000000	0.005737	0.000106	0.772813
EXP_8	0.000015	0.000045	0.000021	0.003857	0.007047	0.026267	0.005737	1.000000	0.638419	0.000332
EXP_9	0.000066	0.000056	0.000126	0.002633	0.018003	0.013932	0.000106	0.638419	1.000000	0.000997
EXP_10	0.000869	0.009220	0.001335	0.438752	0.866056	0.237364	0.772813	0.000332	0.000997	1.000000
15 minutos de reidratação das amostras para os diferentes experimentos da parte C										
	EXP_1	EXP_2	EXP_3	EXP_4	EXP_5	EXP_6	EXP_7	EXP_8	EXP_9	EXP_10
EXP_1	1.000000	0.033862	0.041593	0.001630	0.027908	0.076787	0.000284	0.012930	0.000229	0.000005
EXP_2	0.033862	1.000000	0.441996	0.332513	0.402236	0.888236	0.190921	0.860133	0.083740	0.004554
EXP_3	0.041593	0.441996	1.000000	0.008257	0.206042	0.477986	0.007167	0.170335	0.003664	0.000062
EXP_4	0.001630	0.332513	0.008257	1.000000	0.867339	0.714752	0.236323	0.278811	0.032304	0.000070
EXP_5	0.027908	0.402236	0.206042	0.867339	1.000000	0.755682	0.881935	0.476986	0.669552	0.141315
EXP_6	0.076787	0.888236	0.477986	0.714752	0.755682	1.000000	0.559858	0.949267	0.404892	0.122069
EXP_7	0.000284	0.190921	0.007167	0.236323	0.881935	0.559858	1.000000	0.174470	0.243019	0.000028
EXP_8	0.012930	0.860133	0.170335	0.278811	0.476986	0.949267	0.174470	1.000000	0.077683	0.001758
EXP_9	0.000229	0.083740	0.003664	0.032304	0.669552	0.404892	0.243019	0.077683	1.000000	0.002287
EXP_10	0.000005	0.004554	0.000062	0.000070	0.141315	0.122069	0.000028	0.001758	0.002287	1.000000

Figura 70 Teste T para as amostras reidratadas por 15 minutos em água destilada a 25°C, das partes "T", "A" e "C" do peixe Pintado liofilizado.

Teste T para amostras dependentes: níveis-p
Valores destacados apresentam diferenças significativas a $p < .05000$

25 minutos de reidratação das amostras para os diferentes experimentos da parte T

	EXP_1	EXP_2	EXP_3	EXP_4	EXP_5	EXP_6	EXP_7	EXP_8	EXP_9	EXP_10
EXP_1	1.000000	0.779394	0.854910	0.451349	0.722902	0.323133	0.615190	0.183494	0.671564	0.003794
EXP_2	0.779394	1.000000	0.938061	0.408347	0.583590	0.445878	0.363354	0.376262	0.870430	0.006306
EXP_3	0.854910	0.938061	1.000000	0.465104	0.664366	0.399772	0.425623	0.143018	0.754378	0.000115
EXP_4	0.451349	0.408347	0.465104	1.000000	0.893039	0.195281	0.942508	0.084134	0.309572	0.002492
EXP_5	0.722902	0.583590	0.664366	0.893039	1.000000	0.416553	0.860370	0.266506	0.525504	0.207381
EXP_6	0.323133	0.445878	0.399772	0.195281	0.416553	1.000000	0.292706	0.719942	0.457616	0.041143
EXP_7	0.615190	0.363354	0.425623	0.942508	0.860370	0.292706	1.000000	0.043224	0.354962	0.000531
EXP_8	0.183494	0.376262	0.143018	0.084134	0.266506	0.719942	0.043224	1.000000	0.235889	0.000110
EXP_9	0.671564	0.870430	0.754378	0.309572	0.525504	0.457616	0.354962	0.235889	1.000000	0.000960
EXP_10	0.003794	0.006306	0.000115	0.002492	0.207381	0.041143	0.000531	0.000110	0.000960	1.000000

25 minutos de reidratação das amostras para os diferentes experimentos da parte A

	EXP_1	EXP_2	EXP_3	EXP_4	EXP_5	EXP_6	EXP_7	EXP_8	EXP_9	EXP_10
EXP_1	1.000000	0.046175	0.084114	0.004528	0.000812	0.099642	0.004397	0.000031	0.000103	0.002756
EXP_2	0.046175	1.000000	0.836196	0.071747	0.006435	0.620748	0.017277	0.000065	0.000076	0.027297
EXP_3	0.084114	0.836196	1.000000	0.016341	0.001702	0.470480	0.009283	0.000053	0.000125	0.008072
EXP_4	0.004528	0.071747	0.016341	1.000000	0.028738	0.430944	0.147637	0.000137	0.000034	0.238563
EXP_5	0.000812	0.006435	0.001702	0.028738	1.000000	0.121942	0.264664	0.145000	0.135201	0.086858
EXP_6	0.099642	0.620748	0.470480	0.430944	0.121942	1.000000	0.188770	0.022227	0.011536	0.313641
EXP_7	0.004397	0.017277	0.009283	0.147637	0.264664	0.188770	1.000000	0.002426	0.000141	0.354198
EXP_8	0.000031	0.000065	0.000053	0.000137	0.145000	0.022227	0.002426	1.000000	0.980536	0.000029
EXP_9	0.000103	0.000076	0.000125	0.000034	0.135201	0.011536	0.000141	0.980536	1.000000	0.000084
EXP_10	0.002756	0.027297	0.008072	0.238563	0.086858	0.313641	0.354198	0.000029	0.000084	1.000000

25 minutos de reidratação das amostras para os diferentes experimentos da parte C

	EXP_1	EXP_2	EXP_3	EXP_4	EXP_5	EXP_6	EXP_7	EXP_8	EXP_9	EXP_10
EXP_1	1.000000	0.021959	0.017639	0.001832	0.019709	0.326202	0.000104	0.006625	0.000111	0.000009
EXP_2	0.021959	1.000000	0.568207	0.628204	0.335519	0.338199	0.162278	0.903549	0.097272	0.007722
EXP_3	0.017639	0.568207	1.000000	0.060103	0.194648	0.340300	0.012239	0.285981	0.006399	0.000215
EXP_4	0.001832	0.628204	0.060103	1.000000	0.461742	0.105515	0.011867	0.635874	0.003203	0.000009
EXP_5	0.019709	0.335519	0.194648	0.461742	1.000000	0.186285	0.998816	0.363227	0.841484	0.328998
EXP_6	0.326202	0.338199	0.340300	0.105515	0.186285	1.000000	0.044804	0.170022	0.022062	0.005665
EXP_7	0.000104	0.162278	0.012239	0.011867	0.998816	0.044804	1.000000	0.108241	0.422597	0.000586
EXP_8	0.006625	0.903549	0.285981	0.635874	0.363227	0.170022	0.108241	1.000000	0.069358	0.004513
EXP_9	0.000111	0.097272	0.006399	0.003203	0.841484	0.022062	0.422597	0.069358	1.000000	0.004553
EXP_10	0.000009	0.007722	0.000215	0.000009	0.328998	0.005665	0.000586	0.004513	0.004553	1.000000

Figura 71 Teste T para as amostras reidratadas por 25 minutos em água destilada a 25°C, das partes "T", "A" e "C" do peixe Pintado liofilizado.

8.3.. ESPECTROS DE COR

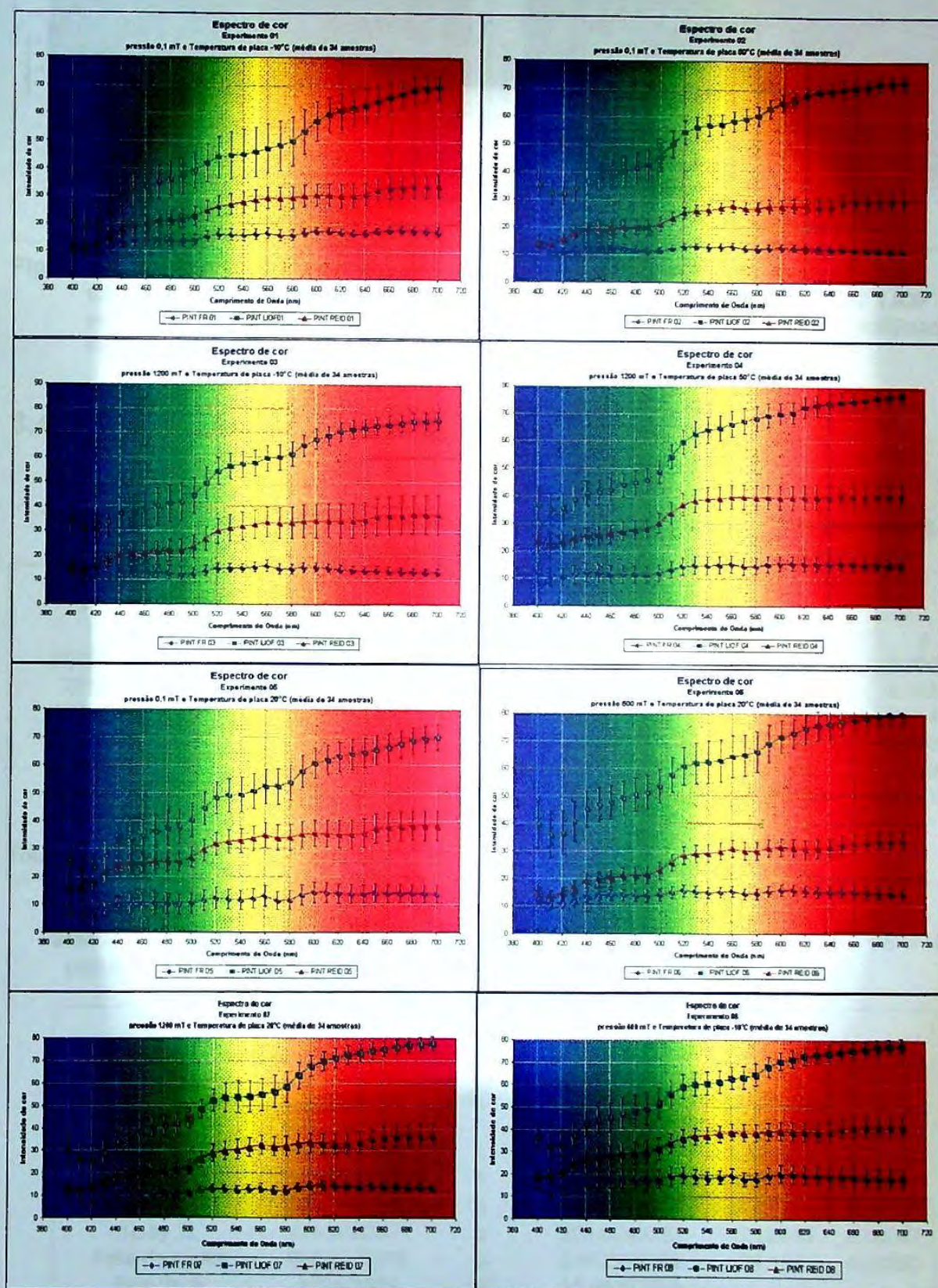


Figura 72 Espectros de cor do peixe Pintado nos parâmetros de liofilização dos experimentos 01 a 08. PINT FR 08= amostras de Pintado fresco PINT LIOF 08= amostras de Pintado liofilizado PINT REID 08 = amostras de Pintado liofilizado e reidratado

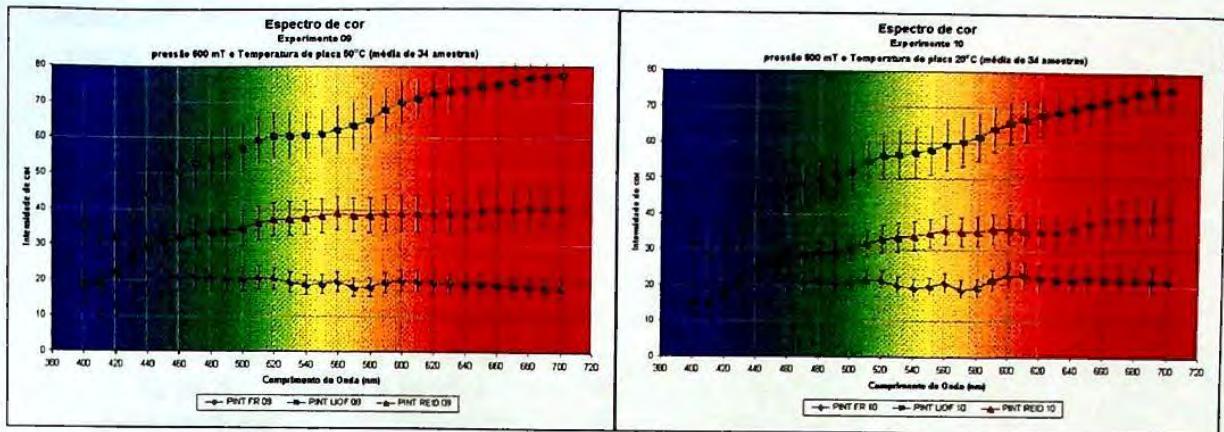


Figura 73 Espectros de cor do peixe Pintado nos parâmetros de liofilização dos experimentos 09 a 10. PINT FR 10= amostras de Pintado fresco PINT LIOF 10= amostras de Pintado liofilizado PINT REID 10 = amostras de Pintado liofilizado e reidratado

8.4. Análise estatística das superfícies de resposta

Tabela 26 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor L* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
$R^2=$	0,35221				
Ajuste=	0,32107				
(1)TEMP (L)	374.8030061	1	374.8030061	25.04379	0.00000
TEMP (Q)	51.901104	1	51.901104	3.467956	0.06548
(2)PRESS (L)	92.56038788	1	92.56038788	6.18475	0.01452
PRESS (Q)	427.978704	1	427.978704	28.59691	0.00000
1L by 2L	50.20454545	1	50.20454545	3.354594	0.06997
Falta de ajuste	254.1816074	3	84.72720245	5.661348	0.00126
Erro Puro	1511.55655	101	14.96590644		
Total Soma Quadrática	2725.797735	109			$p < 0,05$ é significativo

Tabela 27 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor L* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
$R^2=$	0,30158				
Ajuste=	0,261				
(1)TEMP (L)	358.2608015	1	358.2608015	27.53105	0.00000
TEMP (Q)	15.88192597	1	15.88192597	1.220469	0.27189
(2)PRESS (L)	57.51200152	1	57.51200152	4.41959	0.03802
PRESS (Q)	333.2642926	1	333.2642926	25.61016	0.00000
1L by 2L	224.6892023	1	224.6892023	17.26656	0.00007
Falta de ajuste	942.8678278	3	314.2892759	24.152	0.00000
Erro Puro	1314.3102	101	13.01297228		
Total Soma Quadrática	3231.818255	109			$p < 0,05$ é significativo

Tabela 28 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor a* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado.

	R ² =	0.17798				
	Ajuste=	0.13846				
	Soma		GL	Média	F	p
	Quadrática			Quadrática		
(1)TEMP (L)	6.379854545		1	6.379854545	6.640386	0.01141
TEMP (Q)	0.083809524		1	0.083809524	0.087232	0.76833
(2)PRESS (L)	7.527940909		1	7.527940909	7.835356	0.00614
PRESS (Q)	16.51478452		1	16.51478452	17.18919	0.00007
1L by 2L	0.660275		1	0.660275	0.687238	0.40906
Falta de ajuste	50.96330487		3	16.98776829	17.68149	0.00000
Erro Puro	97.03733182		101	0.960765662		
Total Soma						
Quadrática	180.04491		109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 29 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor a* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

	R ² =	0.0862				
	Ajuste=	0.04216				
	Soma		GL	Média	F	p
	Quadrática			Quadrática		
(1)TEMP (L)	4.492854545		1	4.492854545	2.237626	0.13781
TEMP (Q)	10.50453506		1	10.50453506	5.23169	0.02426
(2)PRESS (L)	1.680013636		1	1.680013636	0.836716	0.36252
PRESS (Q)	3.380619156		1	3.380619156	1.683687	0.19739
1L by 2L	1.354509091		1	1.354509091	0.674601	0.41339
Falta de ajuste	50.38164675		3	16.79388225	8.364043	0.00005
Erro Puro	202.7945273		101	2.007866607		
Total Soma						
Quadrática	277.0285718		109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 30 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor b* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado.

	R ² =	0.54175				
	Ajuste=	0.51972				
	Soma		GL	Média	F	p
	Quadrática			Quadrática		
(1)TEMP (L)	8.712733333		1	8.712733333	1.206878	0.27456
TEMP (Q)	304.9802192		1	304.9802192	42.24551	0.00000
(2)PRESS (L)	37.98492273		1	37.98492273	5.261628	0.02387
PRESS (Q)	362.564329		1	362.564329	50.222	0.00000
1L by 2L	110.0312818		1	110.0312818	15.24141	0.00017
Falta de ajuste	80.65447706		3	26.88482569	3.724055	0.01379
Erro Puro	729.1426045		101	7.219233708		
Total Soma						
Quadrática	1767.152909		109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 31 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor b* da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

	R ² =	0.42954			
	Ajuste=	0.40211			
	Soma		GL	Média	F
	Quadrática			Quadrática	p
(1)TEMP (L)	0.013674242		1	0.013674242	0.97429
TEMP (Q)	395.0055623		1	395.0055623	0.00000
(2)PRESS (L)	1.006401515		1	1.006401515	0.78220
PRESS (Q)	148.0961108		1	148.0961108	0.00109
1L by 2L	548.8445455		1	548.8445455	0.00000
Falta de ajuste	259.4333346		3	86.47777821	0.00040
Erro Puro	1322.862132		101	13.09764487	
Total Soma					
Quadrática	2773.704172		109		

p < 0,05 é significativo

Tabela 32 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor ΔE da parte "T" do peixe Pintado liofilizado.

	R ² =	0.38301			
	Ajuste=	0.3535			
	Soma		GL	Média	F
	Quadrática			Quadrática	p
(1)TEMP (L)	327.8365643		1	327.8365643	8.15E-06
TEMP (Q)	29.8959909		1	29.8959909	0.15863
(2)PRESS (L)	89.18883089		1	89.18883089	0.01588
PRESS (Q)	619.7459721		1	619.7459721	3.62E-09
1L by 2L	37.39335174		1	37.39335174	0.115338
Falta de ajuste	236.1727832		3	78.72426107	0.001934
Erro Puro	1497.050419		101	14.82228137	
Total Soma					
Quadrática	2809.176321		109		

p < 0,05 é significativo

Tabela 33 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor ΔE da parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

	R ² =	0.32467			
	Ajuste=	0.2922			
	Soma		GL	Média	F
	Quadrática			Quadrática	p
(1)TEMP (L)	302.5590801		1	302.5590801	1.73E-05
TEMP (Q)	3.233226812		1	3.233226812	0.641852
(2)PRESS (L)	82.81583961		1	82.81583961	0.020143
PRESS (Q)	432.2470117		1	432.2470117	4.55E-07
1L by 2L	337.3328424		1	337.3328424	6.34E-06
Falta de ajuste	907.8873126		3	302.6291042	2.11E-10
Erro Puro	1500.47117		101	14.8561502	
Total Soma					
Quadrática	3566.171454		109		

p < 0,05 é significativo

Tabela 34 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor L* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
R ² =	0.2525				
Ajuste=	0.21657				
(1)TEMP (L)	434.947347	1	434.947347	15.92945	0.000125
TEMP (Q)	9.62594816	1	9.62594816	0.352539	0.554007
(2)PRESS (L)	489.0018561	1	489.0018561	17.90913	5.11E-05
PRESS (Q)	147.2086754	1	147.2086754	5.391349	0.022245
1L by 2L	73.42694545	1	73.42694545	2.689178	0.104143
Falta de ajuste	634.1571723	3	211.3857241	7.74176	0.000105
Erro Puro	2757.7656	101	27.3046099		
Total Soma Quadrática	4537.708236	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 35 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor L* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
R ² =	0.2729				
Ajuste=	0.23795				
(1)TEMP (L)	65.32175152	1	65.32175152	3.048365	0.083859
TEMP (Q)	40.40054556	1	40.40054556	1.885369	0.172766
(2)PRESS (L)	357.8881227	1	357.8881227	16.70153	8.79E-05
PRESS (Q)	828.4469766	1	828.4469766	38.66106	1.15E-08
1L by 2L	4.340736364	1	4.340736364	0.202569	0.65362
Falta de ajuste	1188.734654	3	396.2448846	18.49153	1.23E-09
Erro Puro	2164.274223	101	21.42845765		
Total Soma Quadrática	4611.50644	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 36 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor a* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
R ² =	0.41673				
Ajuste=	0.38869				
(1)TEMP (L)	83.12674091	1	83.12674091	41.50608	4.04E-09
TEMP (Q)	48.87040043	1	48.87040043	24.40152	3.11E-06
(2)PRESS (L)	0.284074242	1	0.284074242	0.141841	0.707247
PRESS (Q)	23.5584974	1	23.5584974	11.76301	0.000876
1L by 2L	12.04364545	1	12.04364545	6.013522	0.015912
Falta de ajuste	51.8736329	3	17.29121097	8.633688	3.72E-05
Erro Puro	202.2788409	101	2.002760801		
Total Soma Quadrática	435.7387173	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 37 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor a* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
R ² =	0.40766				
Ajuste=	0.37918				
(1)TEMP (L)	37.36538788	1	37.36538788	24.75178	2.68E-06
TEMP (Q)	62.97826071	1	62.97826071	41.71839	3.74E-09
(2)PRESS (L)	13.21243788	1	13.21243788	8.752252	0.003852
PRESS (Q)	11.62921602	1	11.62921602	7.703486	0.006568
1L by 2L	14.02330909	1	14.02330909	9.289394	0.002942
Falta de ajuste	39.41909307	3	13.13969769	8.704067	3.43E-05
Erro Puro	152.4700409	101	1.509604365		
Total Soma Quadrática	323.95076	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 38 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor b* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
R ² =	0.51823				
Ajuste=	0.49507				
(1)TEMP (L)	48.12802424	1	48.12802424	4.724844	0.032066
TEMP (Q)	607.3547153	1	607.3547153	59.62547	8.54E-12
(2)PRESS (L)	106.7055515	1	106.7055515	10.47554	0.001636
PRESS (Q)	219.9260001	1	219.9260001	21.59066	1.02E-05
1L by 2L	270.4192364	1	270.4192364	26.54771	1.28E-06
Falta de ajuste	274.0527658	3	91.35092193	8.968139	2.54E-05
Erro Puro	1028.802386	101	10.18616224		
Total Soma Quadrática	2704.33151	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 39 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor b* da parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
R ² =	0.45922				
Ajuste=	0.43322				
(1)TEMP (L)	261.4064015	1	261.4064015	18.63952	3.69E-05
TEMP (Q)	84.99400173	1	84.99400173	6.060475	0.015518
(2)PRESS (L)	1121.381856	1	1121.381856	79.95984	1.91E-14
PRESS (Q)	16.90476234	1	16.90476234	1.20539	0.274858
1L by 2L	122.2444455	1	122.2444455	8.716608	0.003922
Falta de ajuste	494.624871	3	164.874957	11.75637	1.14E-06
Erro Puro	1416.455659	101	14.02431346		
Total Soma Quadrática	3533.919455	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 40 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor ΔE da parte "A" do peixe Pintado liofilizado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
$R^2=$	0.44466				
Ajuste=	0.41796				
(1)TEMP (L)	368.041696	1	368.041696	27.1199	1.01E-08
TEMP (Q)	474.8764476	1	474.8764476	34.99224	4.55E-08
(2)PRESS (L)	257.4217005	1	257.4217005	18.96864	3.19E-05
PRESS (Q)	0.000906643	1	0.000906643	6.68E-05	0.993495
1L by 2L	218.9420512	1	218.9420512	16.13319	0.000114
Falta de ajuste	293.6437002	3	97.8812334	7.212578	0.000196
Erro Puro	1370.661689	101	13.57090781		
Total Soma Quadrática	2996.931147	109			

$p < 0,05$ é significativo

Tabela 41 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor ΔE da parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
$R^2=$	0.2557				
Ajuste=	0.21991				
(1)TEMP (L)	122.6545665	1	122.6545665	6.073099	0.015414
TEMP (Q)	43.87095503	1	43.87095503	2.17222	0.143633
(2)PRESS (L)	158.6616949	1	158.6616949	7.85595	0.006074
PRESS (Q)	40.32394063	1	40.32394063	1.996593	0.160728
1L by 2L	526.9028743	1	526.9028743	26.08899	1.54E-06
Falta de ajuste	606.8742614	3	202.2914205	10.01623	7.74E-06
Erro Puro	2039.8336	101	20.19637228		
Total Soma Quadrática	3555.948058	109			

$p < 0,05$ é significativo

Tabela 42 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor L^* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
$R^2=$	0.37345				
Ajuste=	0.34332				
(1)TEMP (L)	432.4864015	1	432.4864015	23.60545	4.34E-06
TEMP (Q)	5.318192641	1	5.318192641	0.290271	0.591232
(2)PRESS (L)	401.3267045	1	401.3267045	21.90473	8.92E-06
PRESS (Q)	229.5024351	1	229.5024351	12.52643	0.000608
1L by 2L	182.5396455	1	182.5396455	9.963159	0.002105
Falta de ajuste	239.8656407	3	79.95521356	4.364019	0.006216
Erro Puro	1850.467695	101	18.32146233		
Total Soma Quadrática	3336.23775	109			

$p < 0,05$ é significativo

Tabela 43 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor L* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
R ² =	0.25493				
Ajuste=	0.21911				
(1)TEMP (L)	139.3456061	1	139.3456061	9.571252	0.002557
TEMP (Q)	11.03567143	1	11.03567143	0.758009	0.386017
(2)PRESS (L)	306.50565	1	306.50565	21.053	1.29E-05
PRESS (Q)	147.033104	1	147.033104	10.09928	0.001969
1L by 2L	15.02282045	1	15.02282045	1.031875	0.312146
Falta de ajuste	392.0718521	3	130.6906174	8.976766	2.51E-05
Erro Puro	1470.435223	101	14.55876458		
Total Soma Quadrática	2499.777019	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 44 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor a* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
R ² =	0.18624				
Ajuste=	0.14712				
(1)TEMP (L)	30.91407424	1	30.91407424	24.76953	2.66E-06
TEMP (Q)	2.582600108	1	2.582600108	2.069278	0.153384
(2)PRESS (L)	2.927424242	1	2.927424242	2.345564	0.128766
PRESS (Q)	6.061716017	1	6.061716017	4.856878	0.029807
1L by 2L	4.448184091	1	4.448184091	3.564055	0.061914
Falta de ajuste	74.17158626	3	24.72386209	19.8097	3.55E-10
Erro Puro	126.0549136	101	1.248068452		
Total Soma Quadrática	246.0509173	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 45 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor a* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
R ² =	0.21276				
Ajuste=	0.17492				
(1)TEMP (L)	7.042933333	1	7.042933333	6.210416	0.014327
TEMP (Q)	2.769857251	1	2.769857251	2.442444	0.12122
(2)PRESS (L)	1.616801515	1	1.616801515	1.425686	0.235267
PRESS (Q)	3.780097403	1	3.780097403	3.333267	0.070847
1L by 2L	22.12363636	1	22.12363636	19.50849	2.52E-05
Falta de ajuste	20.18374502	3	6.727915007	5.932635	0.000907
Erro Puro	114.5392227	101	1.13405171		
Total Soma Quadrática	171.1340218	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 46 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor b* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
R ² =	0.43028				
Ajuste=	0.40289				
(1)TEMP (L)	192.5462581	1	192.5462561	26.95208	1.08E-06
TEMP (Q)	48.26971439	1	48.26971439	6.756659	0.010738
(2)PRESS (L)	31.94918788	1	31.94918788	4.472157	0.036912
PRESS (Q)	322.1401909	1	322.1401909	45.09228	1.12E-09
1L by 2L	1.957236364	1	1.957236364	0.273968	0.601829
Falta de ajuste	139.3588424	3	46.45228081	8.50226	0.000456
Erro Puro	721.5461455	101	7.144021242		
Total Soma Quadrática	1511.102346	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 47 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor b* da parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
R ² =	0.2679				
Ajuste=	0.2327				
(1)TEMP (L)	176.7600015	1	176.7600015	19.00778	3.14E-05
TEMP (Q)	13.71185455	1	13.71185455	1.474496	0.227469
(2)PRESS (L)	64.05455152	1	64.05455152	6.888068	0.010024
PRESS (Q)	131.0423386	1	131.0423386	14.09156	0.000291
1L by 2L	52.05862727	1	52.05862727	5.598094	0.019888
Falta de ajuste	307.6972788	3	102.5657596	11.02935	2.52E-06
Erro Puro	939.2342773	101	9.29934928		
Total Soma Quadrática	1703.22818	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 48 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor ΔE da parte "C" do peixe Pintado liofilizado.

	Soma Quadrática	GL	Média Quadrática	F	p
R ² =	0.44368				
Ajuste=	0.41693				
(1)TEMP (L)	542.1206388	1	542.1206388	34.06116	6.49E-08
TEMP (Q)	14.54479803	1	14.54479803	0.913842	0.34138
(2)PRESS (L)	428.7549374	1	428.7549374	26.93845	1.09E-06
PRESS (Q)	437.2130488	1	437.2130488	27.46987	8.77E-07
1L by 2L	129.9598125	1	129.9598125	8.165308	0.005186
Falta de ajuste	321.1663134	3	107.0554378	6.726238	0.000349
Erro Puro	1607.525435	101	15.91609341		
Total Soma Quadrática	3466.8514	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 49 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro cor quanto ao valor ΔE da parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

R ² =		0.29266			
Ajuste=		0.25866			
	Soma	GL	Média	F	p
	Quadrática		Quadrática		
(1)TEMP (L)	222.6385903	1	222.6385903	13.91244	0.000316
TEMP (Q)	1.132462976	1	1.132462976	0.070766	0.790766
(2)PRESS (L)	350.5926169	1	350.5926169	21.90815	8.91E-06
PRESS (Q)	239.1360429	1	239.1360429	14.94335	0.000196
1L by 2L	13.29402827	1	13.29402827	0.830729	0.364232
Falta de ajuste	412.2146449	3	137.4048818	8.58828	3.93E-05
Erro Puro	1616.286967	101	16.00284126		
Total Soma					
Quadrática	2867.802358	109			

p < 0,05 é significativo

Tabela 50 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro de textura compressão simples referente a parte "T" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

R ² =		0.60791			
Ajuste=		0.1178			
	Soma	GL	Média	F	p
	Quadrática		Quadrática		
(1)TEMP (L)	299905.7408	1	299905.7408	0.854864	0.407509
TEMP (Q)	490555.264	1	490555.264	1.3983	0.302496
(2)PRESS (L)	1174014.594	1	1174014.594	3.346462	0.141337
PRESS (Q)	24.90651905	1	24.90651905	7.1E-05	0.993681
1L by 2L	195996.5712	1	195996.5712	0.558677	0.496339
Erro Puro	1403290.491	4	350822.6228		
Total Soma					
Quadrática	3579002.577	108			

p < 0,05 é significativo

Tabela 51 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro de textura compressão simples referente a parte "A" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

R ² =		0.53889			
Ajuste=		0.1258			
	Soma	GL	Média	F	p
	Quadrática		Quadrática		
(1)TEMP (L)	12462.48375	1	12462.48375	0.035626	0.85948
TEMP (Q)	1054710.964	1	1054710.964	3.015057	0.157501
(2)PRESS (L)	481457.0228	1	481457.0228	1.376321	0.30582
PRESS (Q)	6305.347296	1	6305.347296	0.018025	0.899684
1L by 2L	22052.25	1	22052.25	0.06304	0.814125
Erro Puro	1399258.385	4	349814.5961		
Total Soma					
Quadrática	3034521.029	108			

p < 0,05 é significativo

Tabela 52 Análise de Variância (ANOVA) do parâmetro de textura compressão simples referente a parte "C" do peixe Pintado liofilizado e reidratado.

	R ² =	0.54547				
	Ajuste=	0.1367				
	Soma		GL	Média	F	p
	Quadrática			Quadrática		
(1)TEMP (L)	117230.6904		1	117230.6904	0.246066	0.645878
TEMP (Q)	666931.3219		1	666931.3219	1.399882	0.302259
(2)PRESS (L)	734790.015		1	734790.015	1.542317	0.282116
PRESS (Q)	514597.0728		1	514597.0728	1.080134	0.35736
1L by 2L	18810.1225		1	18810.1225	0.039482	0.852187
Erro Puro	1905678.03		4	476419.5074		
Total Soma						
Quadrática	4192652.411		108			

p < 0,05 é significativo