



KAREN LEDENGUE DE MATOS REGALADO

**MICROESTRUTURA E QUALIDADE DO FILÉ DE TILÁPIA
(*Oreochromis niloticus*) SUBMETIDO A DIFERENTES
MÉTODOS DE CONGELAMENTO**

**LAVRAS - MG
2023**

KAREN LENDENGUE DE MATOS REGALADO

**MICROESTRUTURA E QUALIDADE DO FILÉ DE TILÁPIA (*Oreochromis niloticus*)
SUBMETIDO A DIFERENTES MÉTODOS DE CONGELAMENTO**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos, para a obtenção do título de Mestre.

Prof. Dr. Jaime Vilela de Resende
Orientador

Profa. Dra. Maria Emília de Sousa Gomes
Coorientadora

**LAVRAS – MG
2023**

**Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).**

Regalado, Karen Lendengue de Matos.

Microestrutura e qualidade do filé de tilápia (*Oreochromis niloticus*) submetido a diferentes métodos de congelamento / Karen Lendengue de Matos Regalado. - 2023.

79 p. : il.

Orientador(a): Jaime Vilela de Resende.

Coorientador(a): Maria Emília de Sousa Gomes.

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Lavras, 2023.

Bibliografia.

1. Armazenamento. 2. Cristais de gelo. 3. Qualidade. I. Resende, Jaime Vilela de. II. Gomes, Maria Emília de Sousa. III. Título.

KAREN LENDENGUE DE MATOS REGALADO

**MICROESTRUTURA E QUALIDADE DO FILÉ DE TILÁPIA (*Oreochromis niloticus*)
SUBMETIDOS A DIFERENTES MÉTODOS DE CONGELAMENTO**

**MICROESTRUTURE AND QUALITY OF TILAPIA FILLETS (*oreochromis niloticus*)
SUBMITTED TO DIFFERENT FREEZING METHODS**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos, para a obtenção do título de Mestre.

APROVADA em 20 de janeiro de 2023.

Dra. Maria Emília de Sousa Gomes

UFLA

Dra. Amanda Maria Teixeira Lago

UFLA

Dr. André Luiz Medeiros de Souza

SEDEICS/RJ

Prof. Dr. Jaime Vilela de Resende
Orientador

Profa. Dra. Maria Emília de Sousa Gomes
Coorientadora

**LAVRAS – MG
2023**

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, por me conceder saúde, paciência e guiar meu caminho e dar forças para concluir mais uma etapa da minha vida.

À minha maior inspiração, minha Mãe, por todo amor, carinho, paciência, por me ensinar muito sobre a vida e nunca me deixar desistir, minha maior incentivadora.

Ao meu Pai-drasto Newton, por não medir esforços para nos ver bem, por todo carinho, amor e por ser como um pai para mim.

Às minhas irmãs Caroline e Flávia por estarem sempre comigo, mesmo que distante, por acreditarem em mim e me incentivarem a realizar os meus sonhos. Em especial à minha companheira de vida, Kelly, minha irmã inseparável, por participar de todos os momentos da minha vida.

Aos meus orientadores, os professores Jaime Vilela de Resende e Maria Emília de Sousa Gomes, pela orientação. Obrigada por todo conhecimento repassado, oportunidade, ensinamentos, confiança e incentivo.

Ao André Luiz Medeiros de Souza, Amanda Maria Teixeira Lago e Maria Emília de Sousa Gomes por aceitarem compor minha banca de defesa, enriquecendo o trabalho.

Um agradecimento especial aos membros da Planta Piloto de Pescado, Francielly, Ana Luiza e Marcelo, pela contribuição e por me ajudarem em todas as análises. Vocês foram fundamentais para a realização do trabalho.

Às minhas colegas de laboratório Larissa e Ana Cristina, por toda ajuda, por compartilharem o conhecimento e conversas nas horas de descontração.

À Joyce, pela amizade e companheirismo e por tornar o processo mais leve.

À Universidade Federal de Lavras e ao Departamento de Ciência dos Alimentos, pela oportunidade concedida para a realização da Pós-Graduação.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pela concessão da bolsa de estudos, à Capes.

E a todos os professores, servidores e funcionários por contribuições.

Agradeço a todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

RESUMO

O objetivo do estudo foi avaliar os efeitos dos diferentes métodos de congelamento (congelamento lento, por ar estático (AE) a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$; rápido, por ar forçado (AF) a $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$; congelamento misto, criomecânico (CM), associando o congelamento com nitrogênio líquido com o congelamento por ar forçado a $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$; e o congelamento ultra-rápido, com nitrogênio líquido (NL) em tempos de armazenamento congelado (0, 30, 60 e 90 dias a $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$) sobre a qualidade de filés de tilápia nilótica (*Oreochromis niloticus*) e obter as curvas de congelamento de cada processo. Os resultados apontaram que o tempo de congelamento para NL, AF, CM e AE foi de 5, 32, 127, 146 e 268 minutos, respectivamente. Entre os métodos de congelamento avaliados, o congelamento NL demorou menor intervalo de tempo para passar pela zona máxima de formação de cristais de gelo. As amostras do tratamento (NL) ficaram mais amareladas durante o armazenamento e tiveram maiores teores de N-BVT, que pode ser em consequência da alta taxa de congelamento, causando fraturas e interferindo na qualidade dos filés, devido à temperatura ultrabaixa de congelamento. As amostras do congelamento AE tiveram os piores índices de qualidade e a microestrutura foi visivelmente afetada, com maiores espaços entre as fibras deixados pelos cristais de gelo. Os resultados mostraram que os métodos de congelamentos AF e CM possuem velocidade de congelamento rápido e apresentaram melhor qualidade dos filés de tilápia durante os 90 dias de armazenamento, comparados aos demais avaliados, indicando potencial promissor para a conservação do pescado durante o armazenamento a longo prazo.

Palavras-chave: Armazenamento. Cristais de gelo. Qualidade.

ABSTRACT

The objective of the study was to evaluate the effects of different freezing methods (slow freezing, static air (AE) at -20 °C; fast, forced air (AF) at -25 °C; mixed freezing, cryomechanical (CM) by associating freezing with liquid nitrogen with air-forced freezing to -25 °C; and ultra-fast freezing with liquid nitrogen (NL) in times of frozen storage (0, 30, 60 and 90 days to -18) on the quality of Nile tilapia fillets (*Oreochromis niloticus*) and get the freezing curves of each process. The results showed that the freezing time for NL, AF, CM and AE was 5, 32, 127, 146 and 268 minutes, respectively. Among the freezing methods evaluated, NL freezing took less time to pass through the maximum zone of ice crystal formation. The samples of the treatment (NL) were more yellowish during storage and had higher levels of N-BVT, which may be due to the high freezing rate, causing fractures and interfering with the quality of the fillets, due to the ultra-low freezing temperature. The samples of freezing AE had the worst quality indexes and the microstructure was visibly affected, with larger spaces between the fibers left by the ice crystals. The results showed that the freezing methods AF and CM have fast freezing speed and presented better quality of tilapia fillets during the 90 days of storage, compared to the others evaluated, promising potential for the conservation of fish during long-term storage.

Keywords: Storage. Ice crystals. Quality.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de congelamento da água.	23
Figura 2 - Estrutura do pescado fresco e congelado. (a) Pescado não congelado; (b) Formação cristais de gelo pequenos; (c) Formação de grandes cristais de gelo. ..	24
Figura 3 - Obtenção e preparo das amostras de filé de tilápia nilótica (<i>Oreochromis niloticus</i>).	32
Figura 4 - Perfil de tempo-temperatura de filés de tilápia nilótica por congelamento criogênico com nitrogênio líquido (NL), com ar forçado (AF), ar estático (AE) e criomecânico (CM). A temperatura foi registrada no centro geométrico dos filés.	36
Figura 5 - Gráfico de regressão da variação do pH durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.	38
Figura 6 - Gráfico de regressão da variação dos parâmetros (a) L*, (b) a* e (c) b* durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento (Continua)..	41
Figura 7 - Gráfico e coeficiente de regressão do valor de BNV-T durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.	46
Figura 8 - Gráfico e coeficiente de regressão do valor de TBARS dos filés durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.	49
Figura 9 - Gráfico e coeficiente de regressão da dureza dos filés durante o tempo de armazenamento.	55
Figura 10 - Gráfico e coeficiente de regressão da gomosidade dos filés durante o tempo de armazenamento.	56
Figura 11 - Gráfico e coeficiente de regressão da mastigabilidade dos filés durante o tempo de armazenamento.	57
Figura 12 - Fotomicrografias dos filés congelados por MEV.	59

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - 10 maiores produtores de pescado no Brasil em 2022.	15
Tabela 2 - Maiores produtores de tilápia em 2022.	17
Tabela 3 - Composição centesimal da tilápia nilótica, em percentagem, obtida por diversos autores.	18
Tabela 4 - Valores médios (\pm desvio padrão) de pH dos filés de tilápia submetidos a diferentes métodos de congelamento.	37
Tabela 5 - Coeficientes obtidos dos ajustes do modelo polinomial de terceira ordem.	38
Tabela 6 - Valores médios (\pm desvio padrão) dos parâmetros de cor dos filés de tilápia submetidos a diferentes métodos de congelamento e armazenados.	40
Tabela 7 - Coeficientes obtidos dos ajustes dos modelos.	43
Tabela 8 - Valores médios (\pm desvio padrão) de N-BVT de filés de tilápia submetidos a diferentes métodos de congelamento (mg/100 g).	45
Tabela 9 - Coeficientes obtidos dos ajustes dos modelos.	46
Tabela 10 - Valores médios (\pm desvio padrão) de mg de malonaldeído (MDA) por kg de filés de tilápia submetidos a diferentes métodos de congelamento.	48
Tabela 11 - Coeficientes obtidos dos ajustes dos modelos.	49
Tabela 12 - Perfil de ácidos graxos poli-insaturados de filés de tilápia submetidos a diferentes métodos de congelamento.	52
Tabela 13 - Valores médios (\pm desvio padrão) do perfil de textura de filés de tilápia submetidos a diferentes métodos de congelamento.	54

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
2	REFERENCIAL TEÓRICO	14
2.1	Produção e consumo de pescado no brasil e no mundo	14
2.2	Aspectos gerais da tilápia nilótica (<i>Oreochromis niloticus</i>)	16
2.3	Composição centesimal da tilápia nilótica (<i>Oreochromis niloticus</i>).....	18
2.4	Vida útil e deterioração do pescado.....	19
2.5	Métodos de conservação de pescado.....	20
2.6	Congelamento	21
2.6.1	Congelamento com ar estático (convecção natural).....	24
2.6.2	Congelamento com ar forçado	25
2.6.3	Congelamento criomecânico.....	25
2.6.4	Congelamento criogênico.....	25
2.7	Métodos de avaliação da qualidade do pescado	26
2.7.1	Nitrogênio de Bases Voláteis Totais (N-BVT).....	26
2.7.2	pH.....	27
2.7.3	Oxidação lipídica	28
3	MATERIAL E MÉTODOS.....	30
3.1	Obtenção e preparo da matéria-prima.....	30
3.2	Congelamento/descongelamento das amostras.....	30
3.3	Determinação do pH	32
3.4	Cor instrumental	32
3.5	Determinação de Bases Nitrogenadas Voláteis (N-BVT).....	33
3.6	Oxidação lipídica	33
3.7	Determinação da Análise do Perfil de Textura (TPA).....	33
3.8	Microestrutura.....	33
3.9	Ácidos graxos	34
3.10	Análises estatísticas	34
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
4.1	Curvas de congelamento	35
4.2	pH.....	36
4.3	Cor instrumental	39
4.4	N-BVT.....	44

4.5	Substâncias Reativas ao Ácido Tiobarbitúrico (TBARS).....	47
4.6	Ácidos graxos poli-insaturados	51
4.7	Perfil de Textura (TPA)	53
4.8	Microestrutura.....	58
5	CONCLUSÃO	61
	REFERÊNCIAS	62
	APÊNDICE A – QUADRO DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA).....	77

1 INTRODUÇÃO

A produção e o consumo de pescado de água doce estão em expansão, sobretudo devido ao fato de o alimento possuir alto valor nutricional, além de agradar o paladar dos consumidores (JIANG *et al.*, 2020).

Dentre as espécies produzidas mundialmente, a tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*), também chamada de tilápia nilótica, é a espécie mais cultivada pela indústria aquícola mundialmente, em consequência de ser resistente a diferentes temperaturas, apresentar crescimento rápido e possuir a capacidade de se desenvolver satisfatoriamente em diferentes condições ambientais (FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS - FAO, 2010).

Além disso, essa espécie possui alto teor de ácidos graxos, alto teor proteico (e, concomitantemente, contendo diversos aminoácidos essenciais em quantidades significativas) e quantidade importante de lipídeos (geralmente ricos em ácidos graxos essenciais) (HE *et al.*, 2015). A tilápia nilótica também possui boa aceitação no mercado, em razão das qualidades sensoriais atrativas, como boa textura e sabor, sendo de grande interesse comercial (HE *et al.*, 2015; WEI *et al.*, 2021).

O grande desafio da indústria aquícola é manter a qualidade do peixe durante toda a cadeia de produção, transporte, até a entrega ao consumidor, por ser um produto extremamente perecível e de rápida deterioração, assim como outros produtos de origem animal. A deterioração se deve às atividades microbianas, assim como reações autolíticas químicas e enzimáticas. Essas reações podem ser aceleradas durante essa logística realizada de forma inadequada e são passíveis de serem minimizadas a partir dos métodos de conservação (AUNG; CHANG, 2014; AYELOJA, 2020; WEI *et al.*, 2021).

O congelamento é o método de preservação do pescado mais utilizado e eficaz para garantir a qualidade, que consiste no abaixamento da temperatura, mantendo as características do pescado, à longo prazo, próximo ao estado de frescor (NETAM *et al.*, 2018; WEI *et al.*, 2021). Entretanto, algumas alterações ainda podem ocorrer durante o armazenamento congelado, porém de forma mais lenta (FENNEMA, 1996; HE *et al.*, 20015).

Diversos parâmetros são limitantes para garantir a qualidade dos produtos congelados, como as taxas e a temperatura de congelamento, bem como as condições de armazenamento, pois, apesar de retardar as reações, o congelamento, se feito de forma inadequada, pode causar perda de qualidade, principalmente devido à formação dos grandes cristais de gelo no interior

da musculatura, que danificam o tecido do pescado (SIMÕES *et al.*, 2007; XU *et al.*, 2019; WEI *et al.*, 2021, 2022).

Embora o processo de congelamento preserve os alimentos (WANG; SHI; WANG, 2022a), algumas alterações ocorrem no pescado devido ao congelamento, como a queimadura pelo frio, o dessecamento superficial, a perda de água por exsudação e a oxidação lipídica, que resultam nas mudanças físico-químicas, na textura, na cor, mudanças estruturais, que interferem diretamente na qualidade, além de alterações nutricionais. Vale ressaltar ainda que a validade comercial do pescado depende, também, da temperatura e da velocidade do congelamento (EMIRE; GEBREMARIAM, 2010; ERIKSON *et al.*, 2016; KONG *et al.*, 2016; MINOZO, 2011).

Considerando os métodos de conservação, ainda são necessárias pesquisas e atualizações que tenham como objetivo a preservação do pescado pela utilização do frio. Diante do exposto, o presente trabalho aborda diferentes métodos de congelamento para a conservação do filé de tilápia, como o congelamento com ar forçado, ar estático, criogênico e congelamento criomecânico.

Portanto, o objetivo deste trabalho foi investigar o efeito da aplicação de quatro diferentes métodos de congelamento, sobre a qualidade de filés de tilápia, por meio da avaliação de sua microestrutura e das alterações físico-químicas ao longo dos 90 dias.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Produção e consumo de pescado no Brasil e no mundo

O pescado é um alimento altamente saudável devido a suas características nutricionais essenciais para a saúde humana, com a presença de elevada quantidade de proteína, ômega-3 e vitaminas (FAO, 2016a), tornando-se um alimento com grande potencial para o mercado (SARTORI; AMANCIO, 2012).

A produção mundial e o consumo de pescado têm crescido em virtude da demanda por alimentos nutricionalmente mais saudáveis, e que diminuam a insegurança alimentar, por ser um alimento com alto valor nutritivo atendendo às necessidades dos consumidores e contribuindo na prevenção de doenças (BALAMI; SHARMA; KARN, 2019).

O aumento da produção de pescado por meio da pesca e aquicultura tem sido significativo, pois em 1950 foram produzidas cerca de 19 milhões de toneladas de pescado, passando para 179 milhões toneladas em 2018; no ano seguinte foi registrado uma queda de 1%, e em 2020 foram produzidas cerca de 178 milhões de toneladas. No entanto, nos últimos anos ocorreu uma redução na produção oriunda da pesca, em consequência da diminuição da captura de organismos pelágicos, e impactos causados pela COVID-19 (FAO, 2022).

Segundo a Organização das Nações Unidas para Agricultura e Alimentação, em 2019 o consumo mundial de produtos de origem aquática representou 17% da proteína animal ingerida e 7% em relação a todas as proteínas, sendo inferior apenas a proteína oriunda dos laticínios (FAO, 2022).

A partir desse cenário, a Associação Brasileira de Piscicultura, por meio do Anuário do Peixe (PEIXE BR, 2022), tem mostrado que a piscicultura se encontra em franca expansão, tendo aumentado a produção em 4,9% em 2019, e em 2021 o crescimento foi de 4,74%, somando um aumento de 45% desde 2014, sendo considerado o maior índice de produção quando comparada a outros tipos de proteína de origem animal (FAO, 2018; PEIXE BR, 2020, 2022).

No Brasil, a região que mais produziu pescado em 2019 foi a Região Sul, com 30,3% da produção, seguido das Regiões Norte (20%), Nordeste (18,35%), Sudeste (16,8%) e Centro-Oeste (14,55%). Já no ano de 2021, a Região Sul produziu 32% de pescado, a produção do Nordeste também aumentou, para 19,3%, e o Centro-Oeste e Norte tiveram uma redução, para 13,3% e 17,2%, respectivamente (PEIXE BR, 2020, 2022).

Os maiores produtores de pescado no Brasil estão representados na Tabela 1 (PEIXE BR, 2022).

Tabela 1 - 10 maiores produtores de pescado no Brasil em 2022.

Estados	Produção (t)	Ranking
Paraná	188.00 t	1°
São Paulo	81.640 t	2°
Rondônia	59.600 t	3°
Santa Catarina	53.600 t	4°
Minas Gerais	49.100 t	5°
Maranhão	46.500 t	6°
Mato Grosso	42.600 t	7°
Mato Grosso do Sul	37.400 t	8°
Pernambuco	31.930 t	9°
Bahia	31.250 t	10°

Fonte: PEIXE BR (2022).

O setor de produção aquícola é encarregado por produzir mundialmente mais da metade de pescado para alimentação humana, sendo que esse setor, em 2017, foi responsável por produzir 92% de pescado em escala mundial (FAO, 2020b). Em 2017, os países que mais produziram pescado no mundo foram a China (46,0 milhões de toneladas ocupando o 1º lugar em produção), seguido da Índia (6,18 milhões), Indonésia (6,15 milhões) e o Vietnã (3,82 milhões de toneladas), 78% da produção aquícola mundial (ANDERSON; ASCHE; GARLOCK, 2019; BALLEY; TRAN, 2019; KINNUCAN; NGUYEN; DAS, 2021).

Segundo o IBGE (2022), a produção de pescado no Brasil em 2021 foi de 558,9 mil toneladas, o que corresponde a um aumento de 0,92% em relação ao ano anterior. E o pescado mais produzido continua sendo a tilápia, tendo aumento significativo de 4,48% em 2021, uma produção de cerca de 361,2 mil toneladas, representando 64,5% da produção de pescado cultivados. Portanto, a aquicultura está em constante desenvolvimento e, através de novas tecnologias, a tendência é aumentar a produção nacional de pescado.

O consumo mundial de pescado tem crescido nos últimos anos, devido principalmente à procura por alimento de boa qualidade nutricional (FAO, 2018). Em 1965, o consumo foi de 10 kg *per capita* por ano, e em 2016 o consumo aumentou para 20,3 kg *per capita* (SARTORI; AMANCIO, 2012). E segundo a FAO (2022), o consumo global de alimentos aquáticos alcançou um novo recorde, passando para 20,5 kg anual *per capita* no ano de 2019. No entanto, houve uma redução em 2020 para aproximadamente 20,2 kg, e em 2021 houve um novo aumento.

No Brasil, o consumo de pescado em 2003 foi de apenas 6,46 kg *per capita*, já no ano de 2009 o consumo teve um aumento, passando para 8,9 kg, e em 2011, o consumo de pescado foi apenas 11,1 kg *per capita*. A América Latina ainda não consome a quantidade de pescado necessária, registrando apenas 9,9 kg *per capita* por ano, consumo inferior ao da América do Norte (14,6 kg *per capita/ano*), Ásia (24,6 kg *per capita/ano*), Europa (21,1 kg *per capita/ano*) e Oceania (23,2 kg *per capita/ano*). Apesar de ser grande produtor, no Brasil o consumo de pescado ainda está abaixo do recomendado pela Organização Mundial da Saúde (OMS), a qual recomenda o consumo de pelo menos 12 kg/ano (PEIXE BR, 2020; SIDONIO *et al.*, 2012; SONODA; SHIROTA, 2012).

A tendência é o crescimento da produção e consumo de pescado, devido à busca por alimentos que atendam às exigências nutricionais, visto que o pescado é um alimento extremamente rico em proteína e aminoácidos essenciais para a saúde do consumidor.

2.2 Aspectos gerais da tilápia nilótica (*Oreochromis niloticus*)

A tilápia é um peixe ciclídeo. Existem mais de 22 espécies de tilápias cultivadas, sendo que algumas das mais conhecidas são a tilápia nilótica (*Oreochromis niloticus*), a tilápia azul (*Oreochromis aureus*) e a tilápia-de-Moçambique (*Oreochromis mossambicus*).

Segundo a classificação de Linnaeus (1758), a tilápia nilótica é um pescado que pertence à ordem Perciformes, família Cichlidae, gênero *Oreochromis* e espécie *O. Niloticus* (LV *et al.*, 2021a; POPMA; PHELPS, 1998).

A produção de pescado abrange mais de 60 espécies cultivadas. A tilápia é a espécie mais cultivada no Brasil, representando cerca de 64,5% de toda produção de pescado da aquicultura. O país se destaca por ser o 4º maior tilapicultor (INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA - IBGE, 2022; FAO 2022; SEAFOOD BRASIL, 2019). Além disso, é um pescado cultivado mundialmente e possui diversas características que o tornam mais resistentes a condições ambientais, comparado a outras espécies de peixes (LV *et al.*, 2021a).

No Brasil, a produção de tilápia em 2021 foi de 534.005 toneladas, com aumento de 9,8% comparada com 2020 (486.255t). Os estados que mais produziram estão representados na Tabela 02 (PEIXE BR., 2022).

Tabela 2 - Maiores produtores de tilápia em 2022.

Estado	Produção (t)	Ranking
Paraná	182.000 t	1 °
São Paulo	76.140 t	2 °
Minas Gerais	47.000 t	3 °
Santa Catarina	41.700 t	4 °
Mato Grosso do Sul	34.450 t	5 °

Fonte: PEIXE BR (2022).

É um peixe exótico, oriundo de países africanos, que prefere ambientes rasos. Possui capacidade de resistir em ambientes que podem gerar estresse aos organismos aquáticos, o que faz com que o cultivo dessa espécie seja ainda mais promissor, devido à facilidade de manejo, pois suporta altas densidade de estocagem, variações de temperatura (mas desenvolve melhor em ambientes com temperatura entre 31 e 32 °C), hipóxia, é mais resistente a doenças e à baixa qualidade da água de cultivo, apresenta crescimento rápido, alta prolificidade, além de se adaptar bem em outros fatores ambientais e necessitar de pouca tecnologia para o cultivo (ABDEL-TAWWAB *et al.*, 2014; AMAL; ZAMRI-SAAD, 2011).

Possui hábito alimentar herbívoro/onívoro, alimentando-se de perifíton, fitoplâncton, invertebrados e vários outros detritos. Além disso, é considerado um pescado magro (EL-SAYED, 1999; SIDONIO *et al.*, 2012). Foi inserido primeiramente em países em desenvolvimento, a fim de suprir a demanda por proteína de origem animal (FAO, 2010).

Com o crescimento da produção aquícola e a comercialização do pescado em estado fresco, surgiu a necessidade de utilizar técnicas industriais, como o congelamento, para preservar a qualidade por ser um alimento altamente perecível, e disponibilizar no mercado novas formas de apresentação da tilápia (BRASIL, 2014; FAO, 2010).

Atualmente, a tilápia nilótica é comercializada tanto na forma inteira como em forma de filés, frescos ou congelados, sendo a principal forma de comercialização desse produto, devido à preferência do mercado por pescado filetado (BACELAR; MURATORI, 2020). Essa espécie apresenta características semelhantes a espécies preferidas dos consumidores, como a ausência de odores e espinha em Y, a carne branca e textura mais firme, garantindo a maior aceitação por meio dos consumidores (SOUZA, 2002).

Apesar de diversas qualidades dessa espécie, o pescado fresco possui capacidade de rápida deterioração, sendo extremamente perecível em razão das atividades microbianas e enzimáticas (HE *et al.*, 2015). Com isso, a indústria de pescado utiliza tecnologias para estender a validade comercial, como o congelamento, bastante utilizado para a preservação, por garantir

a qualidade do pescado por período mais prolongado (WANG; SHI; WANG, 2022b; WEI *et al.*, 2021).

2.3 Composição centesimal da tilápia nilótica (*Oreochromis niloticus*)

A composição centesimal do pescado é responsável, principalmente, por demonstrar os valores nutritivos dos alimentos. O consumo de pescado, em geral, é extremamente importante para a manutenção da saúde humana, devido às suas propriedades nutricionais e por possuir baixo teor de gordura, porém, a carne de pescado é extremamente perecível e de rápida deterioração (FAO, 2006).

A tilápia nilótica é considerada um peixe magro, com alto valor de umidade, destaca-se por ter boa aceitação pelo mercado consumidor, devido a suas características sensoriais, como sabor, aroma, textura e outros aspectos, além de ser altamente nutritivo e conter níveis de colesterol baixo (CHEN; FENG, 2021; MOURA *et al.*, 2009; NEVES *et al.*, 2015; SENA; OLIVEIRA; 2015; SIMÕES *et al.*, 2007).

Na Tabela 3 são apresentadas composições centesimais de tilápias nilóticas, encontradas por diversos autores.

Tabela 3 - Composição centesimal da tilápia nilótica, em percentagem, obtida por diversos autores.

Espécie	Proteína [%]	Lipídios [%]	Cinzas [%]	Umidade [%]	Fonte
Tilápia nilótica (<i>Oreochromis niloticus</i>)	19,36	2,60	1,09	77,13	Simões (2007)
Tilápia nilótica (<i>Oreochromis niloticus</i>)	13,44	1,12	1,16	77,6	Sena (2014)
Tilápia nilótica (<i>Oreochromis niloticus</i>)	16,72	1,00	1,097	78,40	Neves (2015)
Tilápia nilótica (<i>Oreochromis niloticus</i>)	18,25	1,9	1,0	81,69	Moura (2018)

‘Valores representados em percentagem. (%)’.

A composição centesimal do pescado depende de diversas variáveis e pode ser afetada por diversos fatores, podendo ser de natureza intrínseca, como a genética, morfologia e fisiologia das espécies, ou também pode variar por fatores ambientais, tais como a alimentação, estação do ano e também pelo sistema de cultivo (ANDRADE; LIMA, 1975; ANDRADE; BISPO; DRUZIAN, 2009).

2.4 Vida útil e deterioração do pescado

A qualidade dos alimentos depende de características intrínsecas, como o pH e, a atividade da água dos produtos, ou mesmo por meio da utilização de conservantes, e características extrínsecas, como o tempo de armazenamento, o transporte, exposição à luz, o tipo de embalagem e até mesmo a forma de manipulação e processamento, podendo determinar a validade comercial (DA SILVA, 2008).

O termo de validade comercial pode ser definido como o tempo em que o alimento é armazenado, submetido a específicas condições de temperatura, luminosidade, umidade, entre outras condições, tendo como objetivo manter as características nutricionais e sensoriais do produto alimentício, além de ser um fator que avalia o frescor do alimento. Porém, o período em que o alimento está corretamente armazenado não anula a ocorrência das reações de deterioração, e sim retarda (GIMÉNEZ; ARES; ARES, 2012; LEISTNER, 2000).

A validade comercial dos alimentos possui grande importância tanto para os consumidores, quanto para as indústrias (GIMÉNEZ; ARES; ARES, 2012). Existem diversos métodos de processamento com intuito de estender a vida de prateleira dos produtos alimentícios, controlando o crescimento microbiano e retardando as reações enzimáticas. O principal parâmetro utilizado para garantir produtos de qualidade é o controle de temperatura (DUUN; RUSTAD, 2008; PREGO *et al.*, 2021).

O pescado, por ser altamente perecível, possui vida de prateleira menor comparado a outros tipos de carnes, e é delimitada por reações enzimáticas e de microrganismos. Contudo, a velocidade da deterioração depende de diversos fatores, como o método de abate, manuseio, as condições de armazenamento, temperatura e condições químicas e/ou microbiana (DUUN; RUSTAD, 2008, LEISTNER, 2000; MASNIYOM, 2011).

A deterioração do pescado inicia-se após o abate, causando alterações, iniciando por meio da ação das enzimas autolíticas e acelerando a ação dos microrganismos, modificando as características físico-químicas e sensoriais, alterando o sabor, textura e odor, podendo ser percebidas pelo consumidor. Contudo, essas mudanças limitam a validade comercial e a tornam inapropriada para o consumo (MINOZZO, 2011; SOARES; GONÇALVES, 2012).

Diante disso, é imprescindível compreender que essas alterações ocorrem a partir do momento em que o pescado é abatido, no entanto, a rapidez das reações depende da aplicação de princípios da conservação, dos métodos de abate empregados, higiene e também do controle de qualidade durante a manipulação do pescado.

2.5 Métodos de conservação de pescado

O pescado é um alimento com alta aceitação comercial, mas muito perecível e possui curto prazo de validade, no entanto, a vida de prateleira pode ser estendida através de aplicações de tecnologias e métodos de conservação, que devem ser utilizados logo após o abate para inibir o crescimento microbiano e minimizar as reações de deterioração da qualidade (TSIRONI; HOUHOULA; TAOUKIS, 2020).

Diversos métodos de conservação de alimentos são utilizados para preservar a qualidade de pescado, retardando a deterioração e controlando o crescimento microbiológico, como a salga, defumação, enlatados, secagem, resfriamento e o congelamento, que é o método mais utilizado e eficiente, pois garante que algumas espécies de pescado estejam disponíveis no mercado durante todo o ano, em boas condições para o consumo (AMIT *et al.*, 2017; GONÇALVES, 2011; TSIRONI; HOUHOULA; TAOUKIS, 2020).

A rápida taxa de deterioração de pescado se dá principalmente pelo alto teor de água presente nesse alimento, com isso ocorre maior probabilidade de deterioração devido às alterações biológicas e químicas (SOUSA *et al.*, 2011; TROLLER, 2012). A aplicação dos métodos de conservação e condições higiênico-sanitárias são essenciais para reduzir as reações e reduzir a disponibilidade e atividade de água durante o armazenamento de pescado (TEIXEIRA; GARCIA, 2014).

O uso do frio em alimentos, tanto a refrigeração, quanto o congelamento, visam à inibição das reações por meio da redução da temperatura, congelando total ou parcialmente o conteúdo de água presente no interior do músculo, inibindo as atividades dos microrganismos, preservando as características e mantendo a qualidade durante o armazenamento (ORDONEZ, 2005; TAO *et al.*, 2021).

Segundo o Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal - RIISPOA, o pescado resfriado é aquele embalado e mantido em temperatura de refrigeração. E pescado congelado é aquele submetido a processos de congelamento rápido, de forma que o produto ultrapasse rapidamente os limites de temperatura de cristalização máxima (BRASIL, 2020).

Ambos os métodos de conservação apresentam diversas vantagens para a indústria, pois melhoram a qualidade dos alimentos, podendo ser armazenados por dias, através da refrigeração, ou a longo prazo com o congelamento. Entretanto, o congelamento não garante a qualidade de tecidos que sofreram danos, pois a temperatura apenas retarda as atividades (ORDÓNEZ *et al.*, 2005).

Durante o congelamento, os microrganismos são impossibilitados de se desenvolverem, isso ocorre em razão do aumento da concentração de solutos e também por meio da redução da atividade da água presentes nos tecidos. No entanto, devido ao crescimento de cristais de gelo no congelamento, pode apresentar algumas desvantagens ao longo do armazenamento, como danos mecânicos, dessecação, perda por exsudação, oxidação dos lipídeos, desnaturação das proteínas e perda de cor durante o armazenamento (MINOZZO, 2016; YUDUAN, 2022).

O congelamento é reconhecido como o método de conservação mais utilizado na indústria pesqueira, isso porque mantém a qualidade do pescado mais próxima do estado fresco. Alguns parâmetros delimitam a qualidade dos produtos congelados, como a velocidade e o método de congelamento (OETTERER *et al.*, 2012).

2.6 Congelamento

O congelamento consiste em um processo de retirada de calor por um método de resfriamento. Com a redução da temperatura, a parte externa do alimento é congelada, em seguida dá-se início ao congelamento interno. Nesse método de conservação, a água presente no pescado congela, formando os cristais de gelo (RAHMAN; VELEZ-RUIZ, 1999).

Logo, o uso do frio na conservação do pescado é imprescindível, visto que é um alimento com grande quantidade de água em sua composição, o que favorece a proliferação dos microrganismos e contribui com a velocidade de decomposição, e em temperaturas mais baixas há menor probabilidade da ocorrência das reações, uma vez que transforma o conteúdo de água líquida em gelo (VASCONCELOS; MELO, 2010; WEI *et al.*, 2021).

A indústria alimentícia tem usado essa tecnologia para manter a qualidade em pescado desde o começo do século XX, sendo a opção que mais preserva características nutricionais e sensoriais (TOMCZAK-WANDZEL; ARCTANDER; WANDZEL, 2015). Entretanto, a preservação do pescado por meio do congelamento também depende de outros fatores, como: estrutura do músculo, tamanho, idade, espécie de pescado e o estado que o pescado se encontra antes do processo de congelamento (ALBERIO *et al.*, 2014; EMIRE; GEBREMARIAM, 2010).

Apesar de ser o método mais eficiente para preservar a longo prazo e manter os produtos sob condições apropriadas para o consumo, o congelamento não possui capacidade para recuperar ou modificar a qualidade dos alimentos já danificados (EMIRE; GEBREMARIAM, 2010).

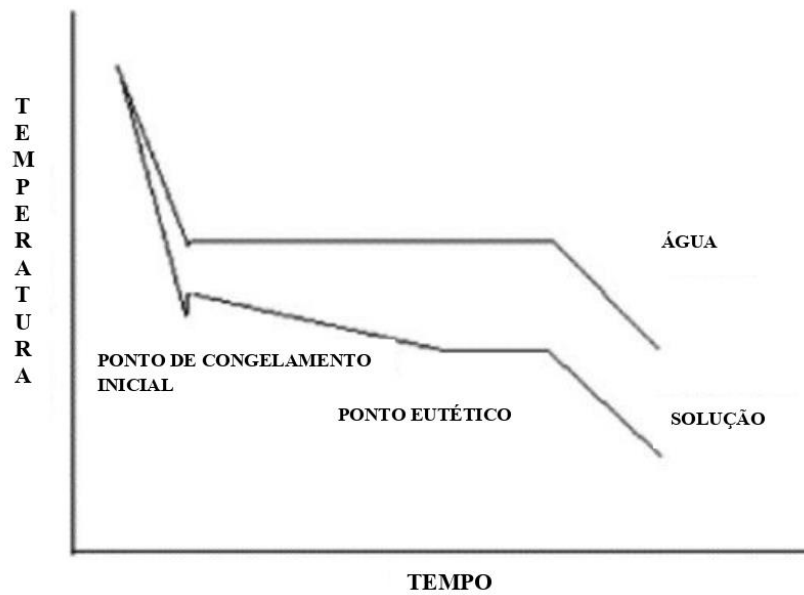
A qualidade do alimento congelado não se mantém somente por meio das baixas temperaturas, mas também depende da qualidade da matéria-prima, o manejo, do tipo de processamento e da forma que são realizados a distribuição e o armazenamento (ERIKSON *et al.*, 2016). O congelamento reduz as reações químicas e inibe as atividades enzimáticas e microbianas. Contudo, existem determinados fatores que acarretam danos à superfície do pescado devido ao uso das baixas temperaturas, podendo causar queimaduras pelo frio, oxidação lipídica, dessecação e desnaturação das proteínas (ERIKSON *et al.*, 2016; ROÇA, 2010; VANHAECKE; VERBEKE; DE BRABANDER, 2010).

Segundo o RIISPOA (Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal), o pescado pode ser classificado como fresco, resfriado e congelado. O pescado em estado “fresco” é aquele que não foi submetido a qualquer processo de conservação, a não ser pela ação do gelo, mantido em temperaturas próximas à do gelo fundente, com exceção daqueles comercializados vivos. Pescado “resfriado” é aquele embalado e mantido em temperatura de refrigeração. E entende-se por “congelado” aquele submetido a processos de congelamento rápido, de forma que o produto ultrapasse rapidamente os limites de temperatura de cristalização máxima. No entanto, o processo de congelamento rápido somente pode ser considerado concluído quando o produto atingir a temperatura de -18 °C (BRASIL, 2020).

De acordo com a Instrução Normativa nº 21, de 31 de maio de 2017, o pescado congelado deve ser mantido em temperatura não superior a -18 °C e não possuir impurezas ou outros tipos de substâncias, deve possuir superfície limpa e pigmentada, musculatura firme e íntegra e ausência de odores, não deve possuir textura gelatinosa e indícios de queimaduras causada pelo frio. Em pescados com peso acima de 20 kg, independentemente se estiverem inteiros ou eviscerados, não é obrigatória a utilização de embalagens (BRASIL, 2017a).

O processo de congelamento dos alimentos é similar ao congelamento da água. Esse processo pode ser dividido em etapas. Na primeira etapa ocorre o resfriamento do produto, atingindo o ponto de início de congelamento; nessa etapa o calor sensível é removido. Na segunda etapa ocorre a cristalização de uma parte da água, o calor latente de fusão é retirado, ocasionando a mudança de fase da água. Em seguida, na última etapa, espera-se que produto alcance a temperatura de congelamento desejada, ocorrendo a remoção do calor sensível. Essas etapas estão apresentadas na Figura 1 (KHADATKAR; KUMAR; PATTANAYAK, 2004).

Figura 1 - Diagrama de congelamento da água.



Fonte: Khadatkhar *et al.* (2004).

O congelamento inicia quando os alimentos são submetidos a temperaturas de -1 a -4 °C, e depende das taxas de congelamento. O congelamento lento causa impactos negativos que interferem na qualidade do produto (GONÇALVES, 2011), já o congelamento rápido apresenta maior eficácia, devido à formação de pequenos cristais de gelo, que pouco danificam a estrutura dos alimentos (VASCONCELOS; MELO, 2010).

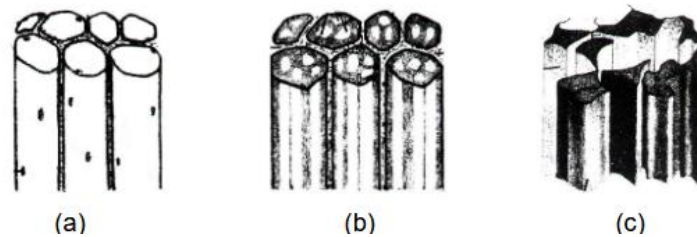
No congelamento lento formam-se grandes cristais de gelo, no meio extracelular, que podem danificar o tecido do alimento, causando rupturas celulares, devido ao crescimento dos cristais, desordenados, grandes e muitas vezes pontiagudos, o que, em consequência, acarretam mudanças na qualidade físico-química e sensorial do pescado. E no processo de descongelamento o músculo não se recupera, com isso ocorre o amolecimento e as células rompem e se perdem, além disso, também ocorre forte exsudação acarretando grande perda de nutrientes (COLLA; PRETINICE-HERNÁNDEZ, 2003; FELLOWS, 2006).

O congelamento rápido garante a melhor qualidade dos produtos congelados, pois formam-se pequenos cristais tanto nos espaços intercelulares quanto nos espaços intracelulares. Diante disso, pouco danificam a estrutura dos alimentos, além de reduzir o tempo do processo de congelamento, e durante o descongelamento não ocorrem grandes perdas na textura e qualidade do pescado (ERIKSON *et al.*, 2016; GEORGE, 1997; VASCONCELOS; MELO, 2010).

A Figura 2 desmonstra a estrutura do pescado congelado. Em (a) o músculo do pescado não congelado, em (b) a estrutura do pescado congelado com pequenos cristais de gelo

formados, e em (c) representa o tecido do pescado danificado com a formação de grandes cristais de gelo.

Figura 2 - Estrutura do pescado fresco e congelado. (a) Pescado não congelado; (b) Formação cristais de gelo pequenos; (c) Formação de grandes cristais de gelo.



Fonte: Fennema, Powrie e Marth (1973).

Quando o pescado é submetido a altas taxas de congelamento, como em temperaturas ultrabaixas, pode haver danos estruturais, como rachaduras, ou mesmo a quebra do músculo, e queimaduras pelo frio, favorecendo a deterioração. Em decorrência do exposto, algumas espécies de peixe não podem ser submetidas a essas condições (GEORGE, 1997; TOLSTOREBRIV; EIKEVIK; BANTLE, 2016).

Logo, é necessário conhecer as características do alimento e os métodos de conservação pelo frio, além de avaliar o método de congelamento que melhor se adequa para determinados produtos. Para a preservação da qualidade do pescado, já existem diversas técnicas de congelamento eficientes, utilizadas pela indústria pesqueira, como o congelamento criogênico, congelamento com ar forçado, congelamento em placas e congelamento por imersão. No entanto, o método de congelamento depende dos atributos do alimento (RODEZNO *et al.*, 2013).

2.6.1 Congelamento com ar estático (convecção natural)

O congelamento com ar estático é considerado o método de congelamento lento que possui menor eficiência, com faixa de temperatura de -10 a -30 °C. Além de atingir o ponto de congelamento de forma mais lenta, pode ser comparado com congeladores convencionais, ou seja, congeladores domésticos, que não são próprios para congelar alimentos em grande escala e para comercialização (ROÇA, 2010). A movimentação do ar em contato com o produto no espaço refrigerado se dá por diferenças de volumes específicos que caracterizam o processo de transferência de calor por convecção natural.

2.6.2 Congelamento com ar forçado

O congelamento com ar forçado é comumente o tipo de congelamento mais aplicado pela indústria pesqueira, por ser um método de congelamento rápido. A temperatura aplicada por esse congelador pode variar entre -10 a -40 °C, e consiste em câmaras de refrigeração ou túneis de congelamento que contam com ventiladores para insuflar o ar frio sobre o produto. No caso, o calor é transferido para o ar que se movimenta de forma rápida, com velocidade que varia até 5 m/s (VASCONCELOS; MELO, 2010).

2.6.3 Congelamento criomecânico

O congelamento criomecânico consiste em um sistema de congelamento misto ou combinado, realizado em duas etapas, sendo que na primeira etapa ocorre o contato direto do alimento com o refrigerante criogênico. Após a formação de uma crosta fina de gelo, os produtos são transferidos para o congelamento mecânico para atingirem a temperatura de congelamento desejada (AGNELLI; MASCHERONI, 2001; CHOUROT *et al.*, 2003).

Na primeira etapa desse processo de congelamento o alimento é imerso no líquido refrigerante, mais usualmente o nitrogênio líquido (N₂) e dióxido de carbono (CO₂) líquido, ocorrendo o congelamento superficial rápido. Na segunda etapa o alimento é transferido para *freezers* ou túnel de congelamento para conclusão do processo. Essa tecnologia é geralmente utilizada para o congelamento de alimentos que possuem baixa resistência mecânica, ou que sofram alterações durante o processo de congelamento, a fim de melhorar os aspectos e qualidades dos alimentos congelados (AGNELLI; MASCHERONI, 2002; YU; LIAO, 2016).

2.6.4 Congelamento criogênico

O congelamento criogênico é compreendido como um tipo de congelamento rápido, com capacidade de proporcionar temperaturas mais baixas em menor intervalo de tempo que os tipos de congelamento convencionais, apresentando menos desvantagens. A temperatura do congelamento criogênico pode alcançar até -45 °C em menos ou até 1 minuto. Para isso, o processo de congelamento pode ser realizado por imersão direta, aspensão de líquido ou mesmo através da circulação de vapor criogênico. Ou seja, esse tipo de congelamento pode ser realizado através do nitrogênio em forma líquida ou em forma gasosa (FERREIRA *et al.*, 2013; OETTERER *et al.*, 2012).

O método de congelamento criogênico possui grandes benefícios para a indústria de alimentos, por ter potencial de congelar o alimento em menos tempo. Isso se dá pela substância utilizada, que consiste no fluido criogênico e no azoto líquido, que permitem a temperatura de congelação chegar a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ (FELLOWS, 2006). O congelamento criogênico foi desenvolvido para atender a indústria de alimentos, que busca, desde o começo da evolução desse setor, por métodos mais eficientes e rápidos. Por consequência, promove a formação de cristais de gelo por todo alimento, diminuindo os riscos de decomposição bacteriana, enzimática e oxidativa (KHADATKAR; KUMAR; PATTANAYAK, 2004).

2.7 Métodos de avaliação da qualidade do pescado

A qualidade do pescado depende principalmente da temperatura de armazenamento, condições de higiene no processo de manipulação e em todos os processos industriais, que podem ser descritas através de vários parâmetros que visam manter o alimento com as características mais próximas do seu estado de frescor, garantindo a segurança alimentar e a qualidade nutricional, visto que essas características podem ser modificadas por diversos fatores durante todo o processamento (DUUN; RUSTAD, 2008).

Para determinar a qualidade e o grau de conservação do pescado congelado, são empregados os métodos físico-químicos, análise microbiológica e sensorial (DUTTA *et al.*, 2016; DUUN; RUSTAD, 2008; LEISTNER, 2000).

2.7.1 Nitrogênio de Bases Voláteis Totais (N-BVT)

A análise de Nitrogênio das Bases Voláteis Totais (N-BVT) é um parâmetro que apresenta procedimento metodológico simples e economicamente acessível, comumente utilizado para averiguar a qualidade e fiscalizar o processo de deterioração do pescado. Por meio das enzimas consideradas endógenas e bacterianas são geradas as bases voláteis que conseqüentemente causam alterações no teor de frescor e dá início ao processo de decomposição (CICERO; FURLAN; NEIVA, 2014).

Essa análise determina o estado de frescor da carne de pescado e, segundo os estudos relacionados a essas determinações, é possível perceber que os limites aceitáveis de N-BVT variam bastante (CAI *et al.*, 2014). Em pescado em ótimo estado de frescor, o teor de N-BVT varia de 5 a 10 mg/100 g de carne. Quando o pescado atingir um nível médio de frescor, esse parâmetro pode atingir de 15 a 25 mg/100 g; e ao iniciar os processos de deterioração da carne

do pescado o teor de N-BVT pode compreender valores de 30 a 40 mg/100 g de carne. Ao alcançar níveis em que o pescado já pode ser considerado em estado de decomposição, o teor de N-BVT pode ser encontrado em valores acima de 50 mg/100 g (OGAWA; MAIA, 1999).

No Brasil, o limite aceitável de N-BVT para pescado em estado de frescor ainda é muito discutido, e é estudado com diversas espécies, para obter um limite que abranja a todos os tipos de pescado. No entanto, segundo alguns autores, esse parâmetro possui teor considerado aceitável a 30 mg N/100 g (TEODORO; ANDRADE; MANO, 2007). De acordo com o RIISPOA - Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal, as bases voláteis totais devem ser inferiores a 30 mg de nitrogênio/100 g de tecido muscular (BRASIL, 2020).

2.7.2 pH

A carne de pescado é um alimento que possui grande atividade de água, rico em proteínas, lipídeos e inúmeros nutrientes. Estas características o tornam altamente perecível, isso ocorre devido ao seu pH ser quase neutro, favorecendo a proliferação dos microrganismos (SOARES *et al.*, 1998).

O pH também é um indicador de qualidade, e diversos fatores podem influenciar o comportamento do pH, no qual a concentração desses íons é modificada quando inicia o processo de decomposição, oxidação e fermentação. O pH do pescado pode ser alterado em razão dos processos da pesca, captura, processamento, armazenamento e em todas as etapas de industrialização (LEMOS, 2017).

O Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA) estipula que o valor para o pH em pescado fresco seja menor que 7,0; em outros produtos de origem marinha, como moluscos, o pH deve ser menor que 6,85, e em crustáceos deve ser menor que 7,85, sendo esses valores estipulados para pescado fresco (BRASIL, 2017b; BRASIL, 2020). De acordo com a Instrução Normativa nº 21, de 31 de maio de 2017, publicado pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, o pH para pescado congelado deve ser no máximo 7,0, com exceção dos pescados das famílias Gadidae e Merluccidae, que podem alcançar pH máximo de 7,20 na musculatura (BRASIL, 2017a).

Em um estudo realizado com a tilápia nilótica, foi observado que durante o armazenamento ocorreu variação do pH da carne do pescado congelado, sendo que nos primeiros 30 dias de armazenamento o pH teve uma diminuição, no entanto, não permaneceu estável, causando um aumento até os 60 dias de estocagem, e só assim estabilizando. Em geral,

o congelamento não para as reações, mas pode retardar, diminuindo a velocidade de deterioração do pescado. Portanto, o aumento do pH pode indicar degradação proteica (KIRSCHNIK *et al.*, 2013).

2.7.3 Oxidação lipídica

Os lipídios são fonte de energia, e devido à sua importância são fundamentais para a saúde humana, pois fornecem as importantes substâncias, como o ômega-3, ômega-6 essenciais, ácidos graxos poli-insaturados, além de diversas outras vitaminas e substâncias que influenciam nutricionalmente e desempenham papéis importantes na saúde. Porém, os lipídeos possuem facilidade para serem oxidados devido ao grau de saturação, o que conseqüentemente pode causar alterações no sabor dos alimentos e diminuir a qualidade nutricional, tornando os alimentos impróprios para o consumo (MIYASHITA; UEMURA; HOSOKAWA, 2018).

O pescado possui em sua composição grande quantidade de ácidos graxos poli-insaturados, a estrutura química pode ser caracterizada por conter uma ou mais insaturações, e a oxidação ocorre mais facilmente quando a insaturação é maior. A presença dessas insaturações torna os ácidos graxos mais suscetíveis à oxidação, que pode ser acelerada por fatores como metais, luz, temperatura e oxigênio, levando à formação de radicais livres e hidroperóxidos. A oxidação dos ácidos graxos pode resultar na formação de compostos indesejáveis, como álcoois, aldeídos, ésteres, cetonas e hidrocarbonetos. Para evitar a oxidação lipídica em pescado e em outros alimentos, é necessário armazená-los adequadamente, evitar a exposição à luz e oxigênio, e mantê-los em temperaturas adequadas (LI *et al.*, 2014; SOARES; GONÇALVES, 2012; WEBER *et al.*, 2008).

A oxidação dos lipídeos nos alimentos dá origem aos radicais livres e altera principalmente as propriedades sensoriais dos alimentos, ocasionando mudanças no sabor, cor, textura, aroma e outros atributos. A rapidez com que a oxidação dos lipídeos acontece depende diretamente do grau de insaturação. Portanto, o pescado é suscetível a essas transformações por possuir um maior grau de insaturação quando comparado a outros produtos alimentícios. A principal consequência que a oxidação provoca no pescado é a rancidez, que influencia no odor e degrada o sabor do alimento (SOARES; GONÇALVES, 2012).

A quantificação da oxidação é realizada por meio da avaliação das substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS), refletindo no teor de malonaldeído (MDA), e quanto maior o TBARS, maior o nível de oxidação lipídica. É um método bastante utilizado para avaliar a qualidade do pescado, frente à oxidação lipídica (WANG *et al.*, 2022). Entretanto, não existe

legislação que indique o limite permitido dos valores de MDA, porém existem diversos estudos científicos que sugerem valores considerados inadequados para o consumo.

No estudo realizado por Li *et al.* (2020), que avaliaram a oxidação lipídica do pescado congelado por diferentes métodos, foi observado que a quantidade de TBARS aumentou gradativamente durante o período de armazenamento, sendo que o TBARS das amostras congeladas por imersão em líquido e por ar forçado foram de 0,54 e 0,65 MDA/kg de pescado, respectivamente, sendo maiores do que as amostras congeladas por deslocamento de pressão (0,25 MDA/kg). Os autores afirmaram que o aumento de TBARS pode ser associado ao processo de decomposição dos hidroperóxidos, e com método de congelamento mais eficiente pode retardar a oxidação lipídica, como o congelamento por deslocamento de pressão, que obteve valores inferiores aos demais avaliados.

Portanto, as indústrias de pescado já utilizam diversos métodos e técnicas para evitar a oxidação e preservar as características nutricionais do pescado, a fim de manter o máximo de qualidade do alimento até chegar ao consumidor. As tecnologias utilizadas para controlar e reduzir o processo de oxidação se dão por meio primeiramente das técnicas de evisceração, retirando o conteúdo do interior do pescado, sendo, assim, o método mais eficiente para diminuir as reações que ocorrem por meio do congelamento (OETTERER *et al.*, 2012).

3 MATERIAL E MÉTODOS

A pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Refrigeração e na Planta Piloto de Processamento de Pescado do Departamento de Ciências de Alimentos (DCA, da Escola de Ciências Agrárias de Lavras (ESAL), Minas Gerais, da Universidade Federal de Lavras (UFLA).

3.1 Obtenção e preparo da matéria-prima

Os filés de tilápia nilótica (*Oreochromis niloticus*) foram adquiridos no mercado local de um mesmo vendedor do município de Lavras – MG. Todas as amostras foram adquiridas do mesmo lote, procedentes de peixes recém abatidos, filetados em um mesmo dia e transportados em caixa isopor de 50 litros com gelo em escamas para a Planta Piloto de Processamento de Pescado. Em seguida, foram pesados e embalados a vácuo (modelo TM-250, TecMaq, Pari, SP, Brasil), individualmente em sacos de Nylon Poli 180, com espessura de 18 micras (Cetro®, Bauru, SP, Brasil).

Os filés de tilápia com aproximadamente 150 g (± 12 g) cada um foram distribuídos aleatoriamente em quatro partes de 2,5 kg, que foram submetidas a diferentes métodos de congelamento;

- Tratamento I: Congelamento Criogênico com Nitrogênio Líquido (NL);
- Tratamento II: Congelamento com Ar Forçado (AF);
- Tratamento III: Congelamento Criomecânico (CM);
- Tratamento IV: Congelamento com Ar Estático (AE).

3.2 Congelamento/descongelamento das amostras

No congelamento NL o nitrogênio líquido foi colocado em caixa térmica de 50 litros, as amostras foram colocadas em plataforma metálica para facilitar a retirada dos filés após o congelamento e submersas no nitrogênio líquido até completar o congelamento dos filés (-18 °C). O tempo foi determinado através das curvas de congelamento.

No congelamento AF as amostras foram acondicionadas em caixas de polietileno e colocadas no túnel de congelamento com temperatura ajustada de -25 °C (± 2 °C).

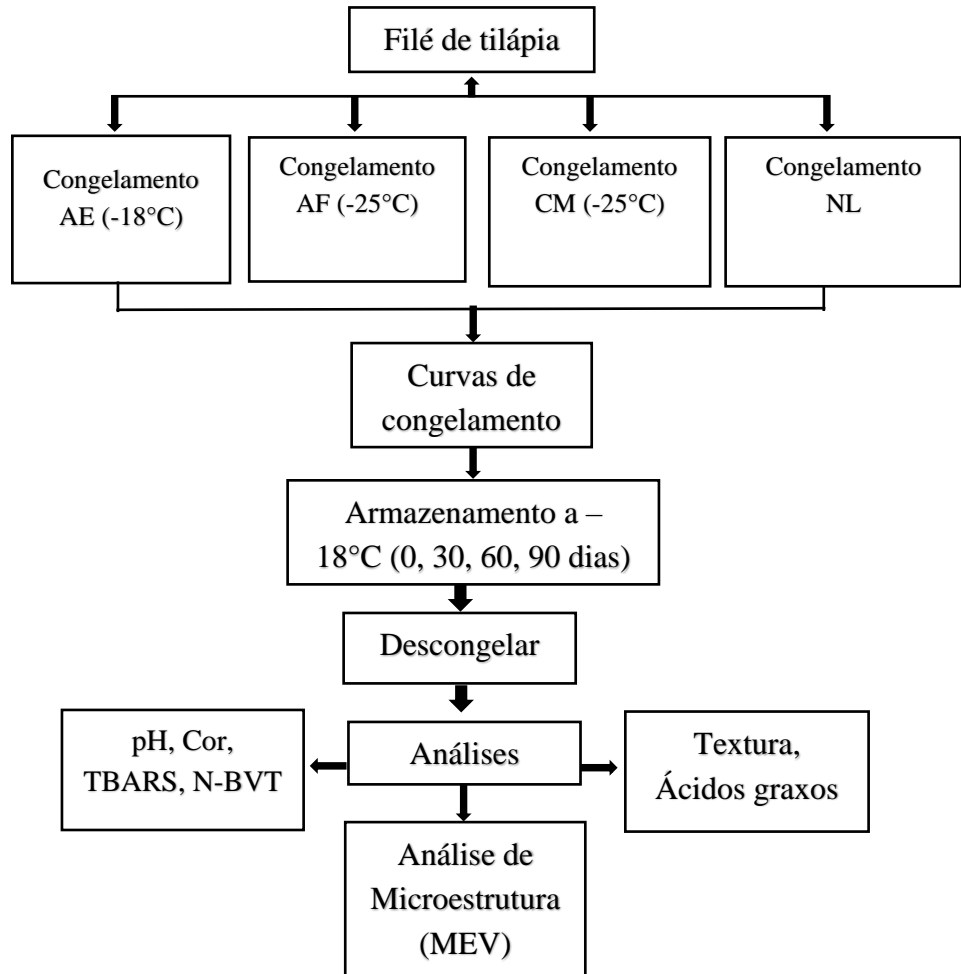
No congelamento CM as amostras foram primeiramente submersas em nitrogênio líquido armazenadas em caixa de isopor por 20 segundos, para a formação de uma crosta de gelo superficial, e em seguida foram transferidas para o túnel de congelamento com ar forçado a $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$) para concluir o congelamento.

No congelamento AE os filés foram acondicionados em caixas de polietileno e congelados em *freezer* horizontal com ar estático a $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Ao final do congelamento de todos os tratamentos, as amostras foram transferidas para o *freezer* horizontal com temperatura controlada a $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$), onde foram armazenadas para posteriores análises nos tempos de 0, 30, 60 e 90 dias. As leituras das temperaturas dos filés durante os processos de congelamento foram registradas usando termopares (tipo T de cobre constantan AWG-24) de 1 mm de diâmetro e 100 mm de comprimento. Esses termopares foram inseridos no centro geométrico dos filés de tilápia, conectados a um sistema de aquisição de dados (National Instruments - Modelo SCXI - Hungria), para obtenção dos históricos de temperatura e a leitura das temperaturas. As medições de AF, AE e CM foram registradas em intervalos de 1 minuto por meio do *software* Lab View 8.5, enquanto para as amostras do congelamento com nitrogênio líquido (NL) na medição do histórico de temperatura foi utilizado o intervalo de 10 segundos. As medições de temperatura foram encerradas quando a temperatura do centro geométrico dos filés de tilápia atingiram $-18 \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ (FIGURA 3).

Ao atingir o tempo de estocagem, as amostras foram descongeladas sob refrigeração ($4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$) por 12 horas para posteriores análises.

Figura 3 - Obtenção e preparo das amostras de filé de tilápia nilótica (*Oreochromis niloticus*).



Fonte: Da autora (2023).

3.3 Determinação do pH

O pH foi mensurado utilizando um pHmetro portátil (modelo HI 99163, Hanna Instruments, Barueri, SP, Brasil) com eletrodo de inserção acoplado a um pH metrodigital, inserido no centro dos filés.

3.4 Cor instrumental

A cor instrumental das amostras foi avaliada através de colorímetro (Nix Color Sensor Pro - NPRO; Nix Sensor, Ltd, Burlington, Ontário, Canadá). Os resultados da análise de cor foram expressos por meio dos padrões de cor do sistema CIElab, L^* a^* b^* de acordo com as

especificações de Commission Internationale de L'eclairage (CIE, 1986), nas escalas L* (luminosidade), a* (intensidade da cor vermelho) e b* (intensidade amarela).

3.5 Determinação de Bases Nitrogenadas Voláteis (N-BVT)

Para determinar N-BVT foram utilizados 10 gramas de amostra de filés de tilápia em 60 mg de ácido tricloracético – TCA (5%) transferidos para um *becker*, em seguida a mistura foi filtrada e recolhidos 10 ml do filtrado, acrescentado ao mesmo tempo 0,5 g de MgO. Posteriormente, a destilação no aparelho micro-kjeldahl e arraste por vapor em solução receptora, e ao final realizada a titulação, seguindo a metodologia descrita pelo Manual de Métodos para Análises de Pescado da EMBRAPA (FOGAÇA *et al.*, 2009).

3.6 Oxidação lipídica

A avaliação da oxidação lipídica foi realizada através da determinação de substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS), observado por meio do método espectrofotométrico (Nova 200 UV, Brasil) descrito por Vyncke (1970), com comprimento de onda de 532 nm, e os resultados expressos em mg de malonaldeído (MDA) por kg de amostra.

3.7 Determinação da Análise do Perfil de Textura (TPA)

O perfil de textura (TPA) foi obtido utilizando um texturômetro TA.XT2i (Stable Micro System Inc, Reino Unido) como descrito por Gaarder *et al.* (2012). As características de textura analisadas foram: elasticidade (mm), mastigabilidade (g.mm), firmeza (g), coesividade e gomosidade. As amostras preparadas com tamanho padrão de 2,0 x 2,0 x 2,0 cm, então sendo comprimidas duas vezes por uma probe cilíndrica de 36 mm de diâmetro, com taxa de deformação de 50%. A curva de deformação em função do tempo foi obtida a uma velocidade de compressão de 5 mm/s, de acordo com a metodologia de Qian *et al.* (2018).

3.8 Microestrutura

A análise de microestrutura foi realizada pelo método de Jiang *et al.* (2019b) e Wei *et al.* (2021). Cubos de 1,0 x 1,0 x 1,0 cm de filé de tilápia congelados por diferentes métodos de congelamento foram colocados em *ultrafreezer* a -80 °C, por 2 horas, e liofilizados (Edwards,

modelo L4KR, Brasil) a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 72 horas para a secagem. As amostras liofilizadas foram cortadas transversalmente em fatias de aproximadamente 2 a 3 mm, fixadas em fita de carbono em “stubs”, recobertas com ouro e analisadas em microscópio eletrônico de varredura modelo Nano Technology Systems (Carl Zeiss, Oberkochen, Alemanha) para a obtenção de imagens com aumento de 205X.

3.9 Ácidos graxos

O perfil de ácidos graxos foi realizado com ésteres que resultaram da esterificação das amostras de filé de tilápia descongeladas. Para extrair os ácidos graxos, foi utilizado o método de Folch, Less e Sloney (1957), e para os metilados a metodologia de Metcalfe, Schmitz e Pelka (1966). Realizou-se o processo de esterificação, resultando ésteres metílicos, que em seguida foram levados para a realização da análise de cromatografia gasosa (CG) (CG – 2010 modelo, Shimadzu, Barueri, SP, Brasil).

3.10 Análises estatísticas

Os efeitos dos tratamentos dos diferentes métodos de congelamento foram avaliados por meio da análise de variância (ANOVA) com diferenças significativas de 95% de significância ($P < 0,05$), assim como teste de média Tukey. Nos casos em que o tempo de armazenamento foi significativo ($P < 0,05$), foram feitas análises de regressão. Os dados foram analisados por meio do *software* Sisvar versão 5.4 *Build* 80 (FERREIRA, 2000).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Curvas de congelamento

As curvas de congelamento geralmente são descritas a partir de três importantes etapas, que afetam diretamente a qualidade dos alimentos congelados. A primeira etapa consiste no pré-resfriamento, com a remoção de calor sensível. Nessa etapa, a temperatura diminui rapidamente da temperatura inicial até atingir a temperatura de início de congelamento. A segunda etapa consiste na fase de transição ou mudança da água em gelo, com remoção do calor latente que ocorre em uma faixa de temperatura (platô FIGURA 4). Nessa etapa, 80% da água presente na tilápia é congelada. Concluindo o processo de congelamento, a última etapa também é de remoção de calor sensível, e durante essa fase o alimento é congelado até a temperatura final desejada (DIAO *et al.*, 2021; SHI *et al.*, 2019; WEI *et al.*, 2021).

As curvas de congelamento para os quatro tratamentos mostraram que o tempo de congelamento para NL foi de 5,32 minutos, enquanto para os congelamentos AF e CM foram de 127 e 146 minutos, respectivamente. O maior tempo de congelamento foi obtido para o tratamento AE, que foi de 268 minutos para atingir a temperatura de -18 °C e completar o congelamento dos filés de tilápia nilótica.

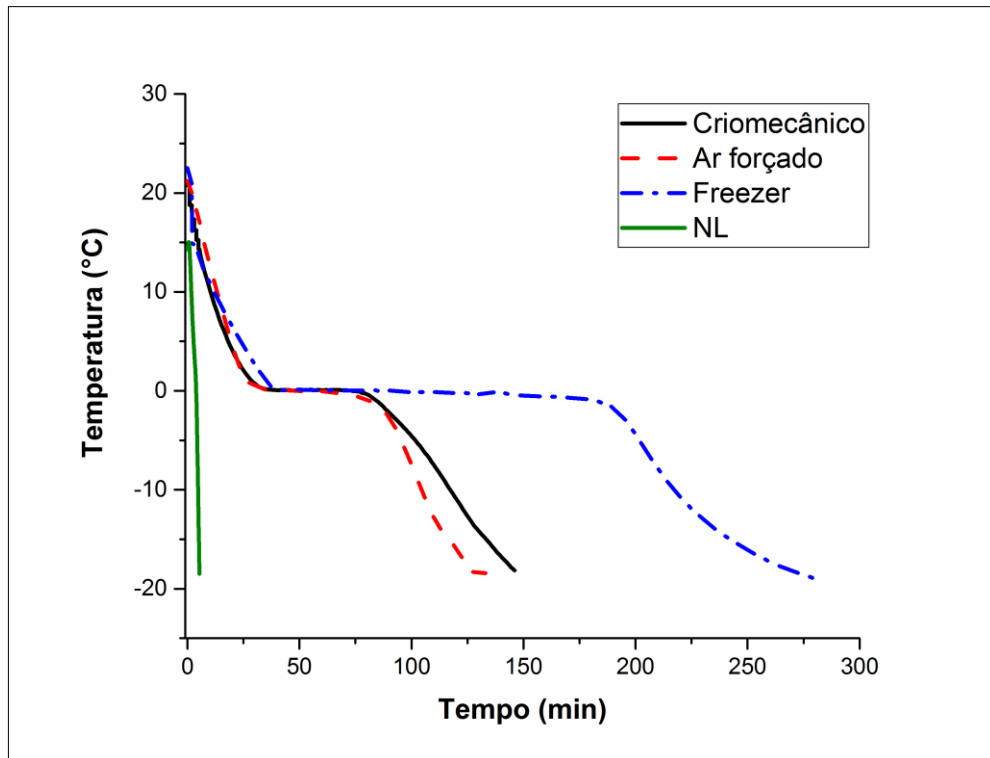
No tratamento NL não foi possível observar o platô de congelamento, pois a taxa de congelamento é extremamente rápida e a água presente no alimento é instantaneamente congelada, formando pequenos cristais de gelo. A mudança de fase é destacada nos tratamentos AF, AE e CM, sendo mais notável no tratamento AE, em que a taxa de congelamento foi mais lenta.

No congelamento NL, a rápida redução da temperatura foi atribuída à área efetiva para transferência de calor devido ao contato direto do líquido criogênico com as amostras, além da temperatura de exposição extremamente baixa, resultando em maior taxa de transferência de calor, que pode ser até 10 vezes maior quando comparada com outros métodos de congelamento (QIAN *et al.*, 2018).

A etapa de mudança de fase é considerada a fase durante o congelamento que delimita a qualidade dos alimentos, pois é nesse estágio que acontece a formação máxima de cristais de gelo que podem danificar a estrutura do músculo e afetar a qualidade dos produtos congelados (LI *et al.*, 2020; XU *et al.*, 2015). O tempo de mudança de fase correspondente a cada método de congelamento, NL, AF, CM e AE, que ocorreram com 4,4, 96, 102 e 202 minutos,

respectivamente. Após o início do congelamento AE permaneceram por mais tempo nessa etapa do processo (FIGURA 4).

Figura 4 - Perfil de tempo-temperatura de filés de tilápia nilótica por congelamento criogênico com nitrogênio líquido (NL), com ar forçado (AF), ar estático (AE) e criomecânico (CM). A temperatura foi registrada no centro geométrico dos filés.



Fonte: Da autora (2023).

4.2 pH

As alterações nos valores de pH das amostras de filé de tilápia submetidas aos diferentes métodos de congelamento durante os armazenamentos por 0, 30, 60 e 90 dias são mostradas na Tabela 4. Nesta tabela são expressos os valores médios para pH de cada tratamento. Na análise não foi verificada interação ($P > 0,05$) entre os tratamentos e tempos de armazenamento. Os valores de pH também não diferiram entre os tratamentos, a média geral foi de $5,70 \pm 0,01$. No entanto, o pH foi influenciado pelo tempo de armazenamento ($P < 0,05$).

Tabela 4 - Valores médios (\pm desvio padrão) de pH dos filés de tilápia submetidos a diferentes métodos de congelamento.

Tratamentos	pH				Média
	0	30	60	90	
NL ₂	5,80 \pm 0,02 ^{aA}	5,60 \pm 0,06 ^{aD}	5,71 \pm 0,09 ^{aB}	5,69 \pm 0,04 ^{aC}	5,70 \pm 0,07
AF (-25 °C)	5,78 \pm 0,10 ^{aA}	5,64 \pm 0,07 ^{aA}	5,72 \pm 0,10 ^{aA}	5,73 \pm 0,08 ^{aA}	5,71 \pm 0,05
CM (-25 °C)	5,78 \pm 0,10 ^{aA}	5,64 \pm 0,05 ^{aA}	5,71 \pm 0,01 ^{aA}	5,74 \pm 0,06 ^{aA}	5,71 \pm 0,05
AE (-18 °C)	5,80 \pm 0,15 ^{aA}	5,61 \pm 0,07 ^{aB}	5,62 \pm 0,04 ^{aB}	5,71 \pm 0,05 ^{aB}	5,68 \pm 0,08
Média	5,79 \pm 0,01 ^{aA}	5,62 \pm 0,01 ^{aA}	5,69 \pm 0,04 ^{aA}	5,71 \pm 0,01 ^{aA}	
CV (%)	1,53				

¹ Médias seguidas da mesma letra em minúscula na coluna e em maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste Tukey, a 5% de significância.

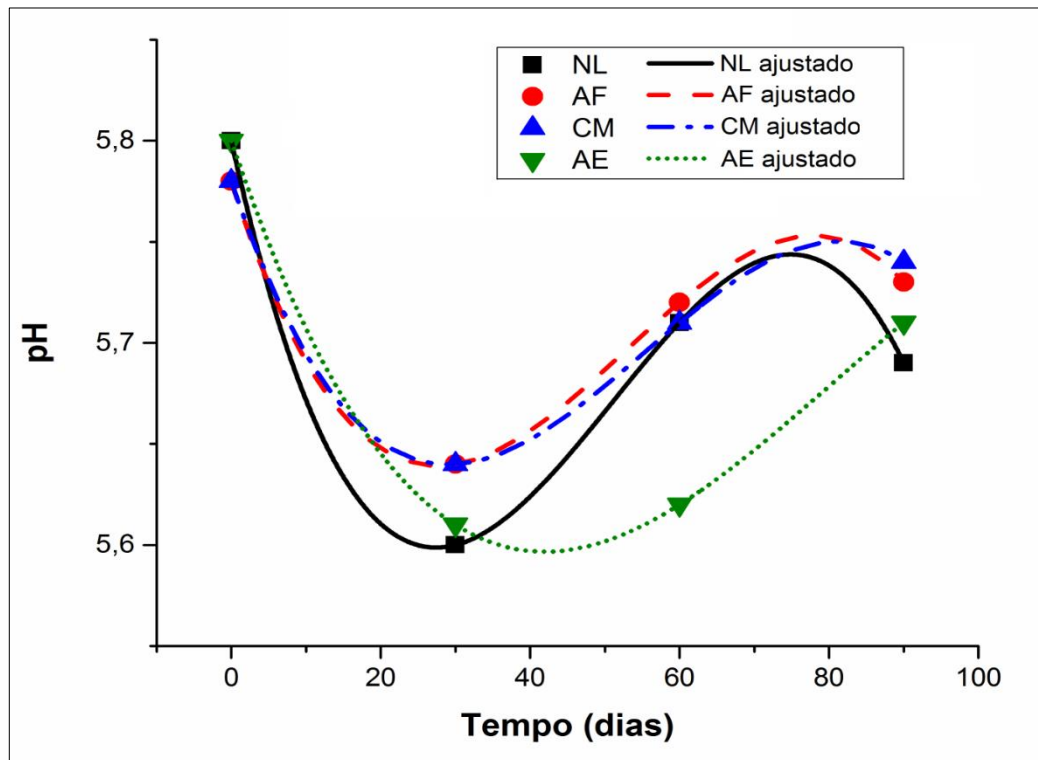
* Efeito quadrático ($P < 0,01$).

NL = Congelamento criogênico com nitrogênio líquido; AF = Congelamento por ar forçado; CM = Congelamento criomecânico; AE = Congelamento por ar estático.

Fonte: Da autora (2023).

Em relação à regressão do pH dos filés de tilápia, inicialmente foi observado um efeito quadrático ($P < 0,05$) do tempo de armazenamento, começando ao 0 dia com 5,79, atingindo um ponto mínimo de 5,62 aos 30 dias, e aumentando até os 90 dias, atingindo um valor de 5,71, observando que à medida que passaram os dias de armazenamento, a partir dos 30 dias, os valores de pH aumentaram, a redução do pH é consequência do aumento das atividades das enzimas de ATP, sendo assim, o glicogênio fermenta e acumula ácido lático ocasionando a diminuição do pH dos filés de pescado (FIGURA 5). Os dados foram ajustados de acordo com uma equação polinomial de terceira ordem e os coeficientes estão apresentados na Tabela 5.

Figura 5 - Gráfico de regressão da variação do pH durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.



Fonte: Da autora (2023)

Tabela 5 - Coeficientes obtidos dos ajustes do modelo polinomial de terceira ordem.

$Y = D + B_1X + B_2X^2 + B_3X^3$					
	D	B ₁	B ₂	B ₃	R ²
NL	5,8	-0,01672	4,16667E-4	-2,71605E-6	1,0
AF	5,78	-0,01156	2,83333E-4	-1,79012E-6	1,0
CM	5,78	-0,01094	2,55556E-4	-1,54321E-6	1,0
AE	5,8	-0,011	1,77778E-4	-7,40741E-7	1,0

Fonte: Da autora (2023).

O mesmo comportamento foi observado no trabalho realizado por Jiang *et al.* (2021), em que o pH sofreu uma redução a partir do segundo tempo de armazenamento em todos os tratamentos avaliados. Zhao *et al.* (2016) afirmam que no estudo no qual compararam um grupo de filé de tilápia tratado com 4,5 mg/L de água contendo ozônio e outro grupo sem tratamento, em ambos os grupos o pH também diminuiu de 6,73 para 6,30 e 6,60 para 6,30, respectivamente, em determinado tempo de armazenamento.

Qian *et al.* (2018) relataram que o pH de carpas congeladas em nitrogênio e por jato de ar seguiram a mesma tendência. Os valores do pH eram de 6,9 para ambos os tratamentos, e no

20° dia o congelamento por jato de ar reduziu para 6,5, já com nitrogênio líquido o pH diminuiu no 40° dia para 6,6 e em seguida aumentaram novamente ao longo da estocagem, sendo que ao final do tempo de armazenamento o congelamento por jato de ar apresentou pH elevado. Comportamento semelhante foi observado no presente trabalho, em que o pH das amostras de filé de tilápia do tratamento de congelamento com ar forçado (AF) apresentou valor mais elevado que o congelamento com nitrogênio líquido (NL).

O estudo realizado por LV e colaboradores (2021) avaliou a qualidade de uma espécie de molusco, conhecida como choco (*Sepia officinalis*), em diferentes métodos de congelamento e armazenados a -18 °C por 90 dias. Os resultados do atual estudo apresentaram comportamentos semelhantes, sendo que no primeiro tempo de armazenamento o pH do choco foi 7,0, e ocorrendo um declínio até o 30° dia de armazenamento. A partir do 30° dia, o pH voltou a aumentar até o último tempo de armazenamento congelado.

Além disso, vale citar que geralmente os valores iniciais de pH podem variar devido a alguns fatores, como a localização, tamanho do pescado, diferentes épocas do ano, espécie e composição da água de cultivo (QIAN *et al.*, 2018). No entanto, o presente estudo constatou baixos valores de pH, o que pode indicar que os peixes foram submetidos a estresse antes ou durante o abate, ocorrendo uma maior depleção da reserva de glicogênio.

Logo, notou-se que o método de congelamento não influenciou significativamente ($P > 0,05$) o pH, mas o parâmetro aumentou com o tempo de armazenamento (FIGURA 5). No entanto, mesmo com o aumento ao longo do armazenamento, os valores de pH foram inferiores ao encontrado na literatura e ao valor estimado pela Instrução Normativa n° 21, de 31 de maio de 2012, que afirma que o pH da porção muscular congelado deve ser no máximo de 7,00. Assim, todos os valores da análise ficaram abaixo do valor estimado por essa normativa (LV *et al.*, 2021b; ZHAO *et al.*, 2016).

4.3 Cor instrumental

A cor dos filés de tilápia congelados processados com diferentes métodos de congelamento foi avaliada, e as médias (\pm desvio padrão) estão apresentadas na Tabela 06. Os parâmetros de cor luminosidade (L^*) e o índice de vermelho (a^*) não apresentaram diferença significativa ($P > 0,05$) entre os tratamentos, variando entre $53,42 \pm 1,82$ a $53,94 \pm 1,82$ e $0,05 \pm 1,03$ a $1,09 \pm 1,28$, respectivamente. Os valores para o índice de amarelo (b^*) variaram de $9,49 \pm 2,78$ a $11,37 \pm 1,28$ entre os tratamentos, sendo observada interação significativa entre os tratamentos ($P < 0,05$) (TABELA 6).

Tabela 6 - Valores médios (\pm desvio padrão) dos parâmetros de cor dos filés de tilápia submetidos a diferentes métodos de congelamento e armazenados.

Tratamentos	L*				
	0	30	60	90	Média
NL	50,90 \pm 1,56 ^{aD}	53,50 \pm 2,17 ^{aC}	55,27 \pm 4,08 ^{aB}	56,10 \pm 1,29 ^{aA}	53,94 \pm 1,99 ^A
AF (-25 °C)	50,61 \pm 1,22 ^{aD}	53,27 \pm 0,48 ^{aC}	54,24 \pm 1,45 ^{aB}	55,57 \pm 1,37 ^{aA}	53,42 \pm 1,82 ^D
CM (-25 °C)	49,75 \pm 1,12 ^{aA}	53,05 \pm 1,39 ^{aA}	55,79 \pm 3,29 ^{aA}	55,71 \pm 0,97 ^{aA}	53,57 \pm 2,47 ^C
AE (-18 °C)	49,27 \pm 4,04 ^{aD}	53,60 \pm 0,96 ^{aC}	54,73 \pm 1,37 ^{aB}	57,16 \pm 1,80 ^{aA}	53,69 \pm 2,86 ^B
Média	50,13 \pm 0,66 ^{aD}	53,35 \pm 0,21 ^{aD}	55,01 \pm 0,58 ^{aD}	56,13 \pm 0,62 ^{aD}	

Tratamentos	a*				
	0	30	60	90	Média
NL	-0,76 \pm 0,95 ^{aD}	2,82 \pm 1,68 ^{aA}	1,36 \pm 2,75 ^{aB}	0,94 \pm 0,87 ^{aC}	1,09 \pm 1,28 ^A
AF (-25 °C)	-1,62 \pm 0,45 ^{aD}	1,15 \pm 0,34 ^{aA}	0,10 \pm 0,83 ^{aC}	0,57 \pm 0,65 ^{aB}	0,05 \pm 1,03 ^A
CM (-25 °C)	-0,49 \pm 1,65 ^{aD}	2,04 \pm 0,45 ^{aA}	0,41 \pm 1,10 ^{aB}	2,36 \pm 1,05 ^{aA}	1,08 \pm 1,17 ^A
AE (-18 °C)	-1,58 \pm 0,86 ^{aD}	1,09 \pm 0,72 ^{aA}	0,72 \pm 1,60 ^{aAB}	0,29 \pm 0,65 ^{aB}	0,13 \pm 1,03 ^A
Média	-1,11 \pm 0,50 ^{aD}	1,77 \pm 0,71 ^{aAB}	0,65 \pm 0,47 ^{aB}	1,04 \pm 0,79 ^{aBC}	

Tratamentos	b*				
	0	30	60	90	Média
NL	7,35 \pm 1,44 ^{aC}	13,19 \pm 1,01 ^{aA}	13,08 \pm 0,96 ^{aA}	11,86 \pm 1,37 ^{aB}	11,37 \pm 2,38 ^A
AF (-25 °C)	5,48 \pm 0,33 ^{abA}	11,25 \pm 0,33 ^{abA}	9,67 \pm 0,33 ^{bbB}	11,76 \pm 0,48 ^{aA}	9,54 \pm 2,47 ^B
CM (-25 °C)	5,77 \pm 1,26 ^{abB}	11,97 \pm 0,52 ^{abA}	11,33 \pm 0,92 ^{abA}	11,20 \pm 0,54 ^{aA}	10,07 \pm 2,50 ^B
AE (-18 °C)	4,71 \pm 0,83 ^{bbB}	11,04 \pm 0,66 ^{baA}	10,68 \pm 1,25 ^{aA}	11,53 \pm 1,70 ^{aA}	9,49 \pm 2,78 ^B
Média	5,83 \pm 0,96	11,86 \pm 0,84	11,19 \pm 1,24	11,59 \pm 0,25	

¹ Médias seguidas da mesma letra em minúscula na coluna e em maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste Tukey, a 5% de significância.

² * L* Efeito linear (P < 0,05); a* Efeito cúbico (P < 0,05); b* Efeito quadrático.

NL = Congelamento criogênico com nitrogênio líquido; AF = Congelamento por ar forçado; CM = Congelamento criomecânico; AE = Congelamento por ar estático.

Fonte: Da autora (2023).

As alterações de cor em pescados, geralmente, são em consequência da oxidação da mioglobina e diversos outros pigmentos (SHAO *et al.*, 2022). Os índices de cor podem ser utilizados para avaliar a qualidade de pescado, pois a perda de cor durante o período de armazenamento, geralmente, é consequência da formação de metamioglobina, e pode ser devido a outros fatores, como a temperatura e pH. Com isso, a formação da mioglobina pode ser relacionada à oxidação (CHAIJAN *et al.*, 2005; FENG *et al.*, 2012).

Ao avaliar a cor dos filés de tilápia, foram observados que entre os tratamentos não houve diferenças estatísticas significativas entre si, tendo valores médios para L* de 53,65 \pm

0,19, e $a^* 0,59 \pm 0,1$, exceto no índice b^* . O valor de b^* foi significativamente ($P < 0,05$) maior nas amostras do tratamento NL do que em outros tratamentos.

Os filés congelados em NL ficaram mais amarelados do primeiro até o último tempo de armazenamento, quando comparados aos outros métodos de congelamento. O aumento do valor de b^* pode indicar oxidação lipídica ou de proteínas, promovendo a formação de pigmentos amarelados.

Ao longo do tempo de estocagem, ocorreu diferença estatística significativa ($P < 0,05$) para todos os índices de cor. A Figura 6 mostra a variação desses parâmetros em função do tempo para todos os métodos de congelamento, e a Tabela 7 apresenta os coeficientes obtidos dos ajustes dos modelos.

Figura 6 - Gráfico de regressão da variação dos parâmetros (a) L^* , (b) a^* e (c) b^* durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento (Continua).

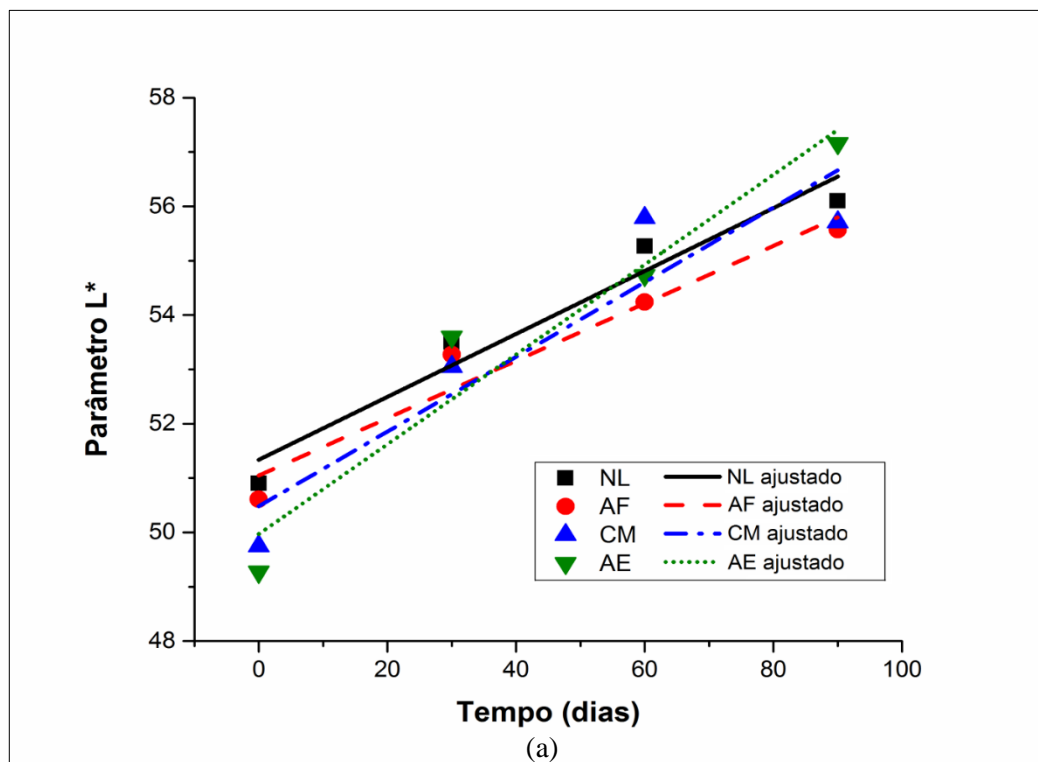
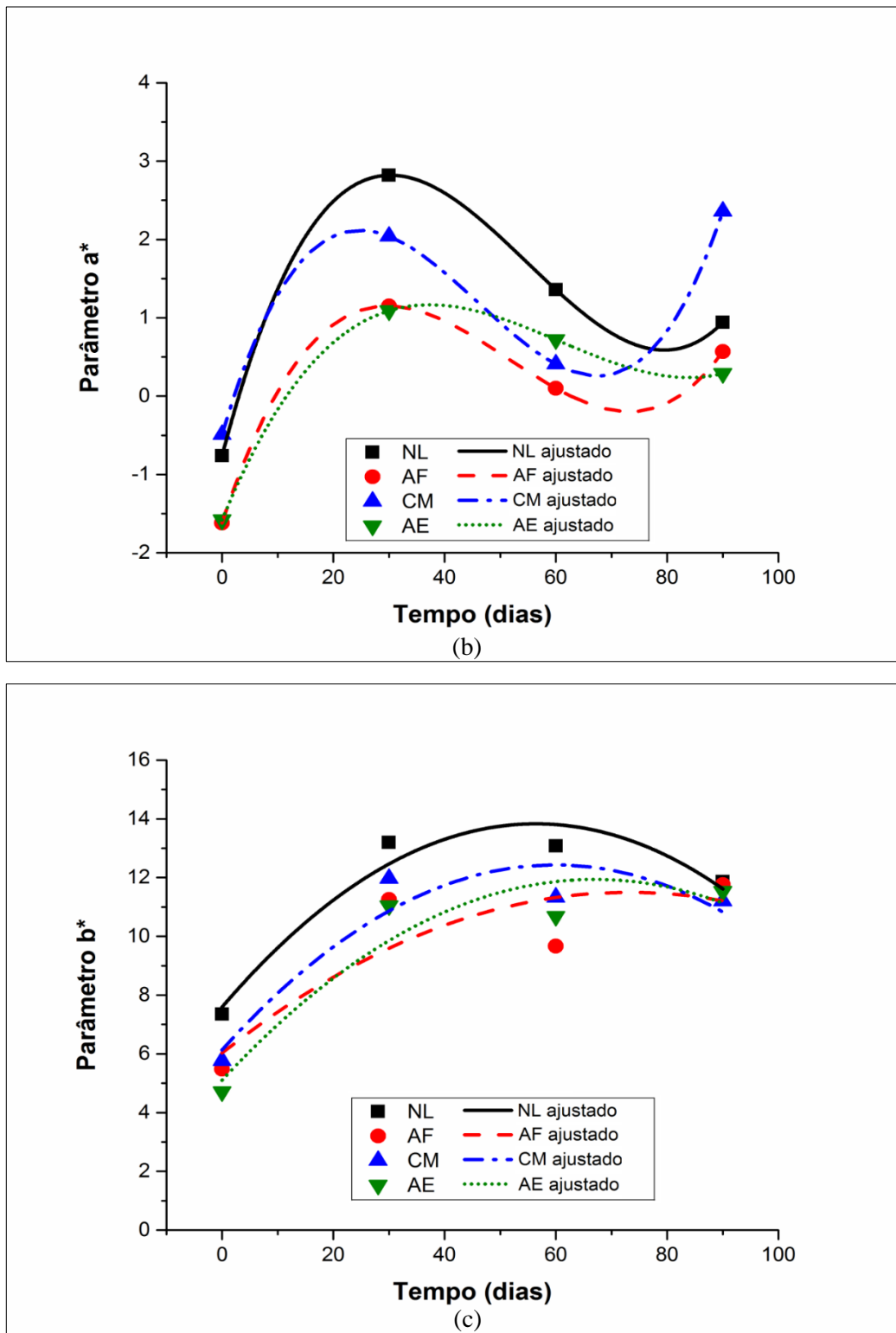


Figura 6 - Gráfico de regressão da variação dos parâmetros (a) L^* , (b) a^* e (c) b^* durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento (Conclusão).



Fonte: Da autora (2023).

Tabela 7 - Coeficientes obtidos dos ajustes dos modelos.

Parâmetro L*; Y = D + B₁X					
	D	B₁	R²		
NL	51,337	0,0579	0,92591		
AF	51,045	0,05283	0,92594		
CM	50,482	0,06873	0,80849		
AE	49,97	0,08267	0,91207		
Parâmetro a*; Y = D + B₁X + B₂X² + B₃X³					
	D	B₁	B₂	B₃	R²
NL	-0,76	0,27089	-0,00618	3,75309E-5	1,0
AF	-1,62	0,21533	-0,00509	3,2963E-5	1,0
CM	-0,49	0,23967	-0,00661	4,77778E-5	1,0
AE	-1,58	0,17278	-0,00334	1,83951E-5	1,0
Parâmetro b*; Y = D + B₁X + B₂X²					
	D	B₁	B₂	R²	
NL	7,592	0,22123	-0,00196	0,84477	
AF	6,031	0,14953	-0,00102	0,252	
CM	6,1375	0,21042	-0,00176	0,6754	
AE	5,105	0,204	-0,00152	0,69634	

Fonte: Da autora (2023).

Notou-se um aumento linear ($P < 0,05$) do valor médio da luminosidade (L^*), aumentando de $50,13 \pm 0,66$ de 0 dia para $56,13 \pm 0,62$ aos 90 dias de armazenamento.

O índice L^* está associado com a dispersão e reflexão da luminosidade da superfície dos filés (JIANG *et al.*, 2021). Para Santos (2013), a luminosidade tende a aumentar com o tempo de armazenamento. O aumento linear desse índice pode estar associado à degradação das proteínas.

Em relação ao índice a^* , todos os tratamentos variaram em relação ao tempo. Foi observado um efeito cúbico ($P < 0,05$), aumentando de $-1,11 \pm 0,50$ para $1,77 \pm 0,71$ aos 30 dias; no entanto, ocorreu uma redução aos 60 dias para $0,65 \pm 0,47$, seguido de outro aumento, para $1,04 \pm 0,79$ aos 90 dias.

No índice b^* , além de apresentar diferença estatística entre os tratamentos, também ocorreu diferença significativa em relação ao tempo de armazenamento. No índice foi observado aumento de $5,83 \pm 0,96$ para $11,86 \pm 0,84$, seguido de uma leve redução para $11,59 \pm 0,25$ aos 90 dias de armazenamento, apresentando efeito quadrático ($P < 0,05$). Os valores de b^* dos métodos de congelamento AF e AE foram inferiores aos dos tratamentos NL e CM, indicando que a cor amarela foi menos intensa nos métodos de congelamentos mais lentos.

O principal pigmento responsável pela coloração nos produtos cárneos é a mioglobina, e um fator que afeta diretamente a coloração é a temperatura. Além disso, a cor também pode

ser influenciada pela concentração de pigmentos, pelas características da carne e pelo estado bioquímico da mioglobina (JIANG *et al.*, 2021; LI *et al.*, 2017).

Cai *et al.* (2014) observaram efeitos adversos nos índices L^* e a^* em filés de robalo japonês congelado com nitrogênio a $-55\text{ }^\circ\text{C}$, e outro congelamento realizado a $-18\text{ }^\circ\text{C}$. Os valores de L^* também foram afetados pelo tempo de armazenamento, no entanto, os valores foram reduzidos até o último tempo de estocagem, desenvolvendo cor desagradável durante a estocagem, sendo que nas amostras do congelamento a $-55\text{ }^\circ\text{C}$ a luminosidade (L^*) foi maior que no congelamento a $-18\text{ }^\circ\text{C}$. Os valores de b^* tiveram aumento dentro de cada tratamento durante o armazenamento. E os valores de a^* não sofreram influência durante o armazenamento. Os autores atribuíram a perda de cor dos filés de robalo durante o armazenamento à oxidação das proteínas.

O índice a^* é um indicador necessário para determinar a vermelhidão de filés de tilápia (LI *et al.*, 2013). Chaijan *et al.* (2005) avaliaram a cor de dois peixes diferentes, a sardinha e a cavala, e durante o armazenamento de 15 dias em gelo observaram que a vermelhidão (a^*) reduziu, e associaram a diminuição desse índice com o escurecimento, devido à formação de metamioglobina. As mudanças dos valores do índice a^* ao longo do período de armazenamento podem ser relacionadas ao aumento de N-BVT.

O índice b^* é relacionado aos pigmentos carotenoides encontrados na parte gordurosa de carnes, representando o amarelecimento e refletindo no grau de oxidação, alterando tal índice (CHEN; FENG, 2021; SILVA; GONÇALVES, 2017). O parâmetro b^* apresentou valores mais baixos no primeiro tempo de armazenamento, devido à oxidação da mioglobina (LUAN *et al.*, 2018). Comportamento similar para o índice b^* foi observado em filé de robalo armazenado em refrigeração por Cai *et al.* (2014).

As alterações no índice b^* de todos os tratamentos, que ocorreram em função do tempo, são associadas à oxidação dos ácidos graxos, pois pigmentos amarelados geralmente são formados através de interações entre as proteínas da carne com os lipídeos oxidados (LI *et al.*, 2020).

4.4 N-BVT

Os resultados de N-BVT apresentaram diferença significativa ($P < 0,05$) em todos os tratamentos, sendo que os tratamentos de congelamento NL e AE tiveram valores superiores aos tratamentos CM e AF (TABELA 8).

Tabela 8 - Valores médios (\pm desvio padrão) de N-BVT de filés de tilápia submetidos a diferentes métodos de congelamento (mg/100 g).

Tratamentos	N-BVT (mg/100 g)				Média
	0	30	60	90	
NL ₂	10,75 \pm 0,50 ^{aD}	22,23 \pm 0,90 ^{aC}	27,29 \pm 0,60 ^{aB}	37,21 \pm 0,26 ^{aA}	24,37 \pm 9,53 ^A
AF (-25 °C)	7,78 \pm 0,94 ^{bD}	17,40 \pm 1,01 ^{bC}	20,86 \pm 1,14 ^{cB}	32,94 \pm 0,28 ^{bA}	19,74 \pm 9,00 ^D
CM (-25 °C)	7,92 \pm 1,02 ^{bD}	18,20 \pm 2,26 ^{bC}	23,68 \pm 1,74 ^{bB}	33,92 \pm 0,87 ^{bA}	20,93 \pm 9,39 ^C
AE (-18 °C)	9,70 \pm 0,95 ^{abD}	22,13 \pm 0,79 ^{aC}	24,61 \pm 0,78 ^{bB}	35,11 \pm 0,41 ^{abA}	22,89 \pm 9,04 ^B
Média	9,04 \pm 1,24 ^d	19,99 \pm 2,21 ^c	24,11 \pm 2,30 ^b	34,80 \pm 1,59 ^a	
CV (%)	5,42				

¹ Médias seguidas da mesma letra em minúscula na coluna e em maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste Tukey, a 5% de significância.

² *Efeito linear ($P < 0,05$).

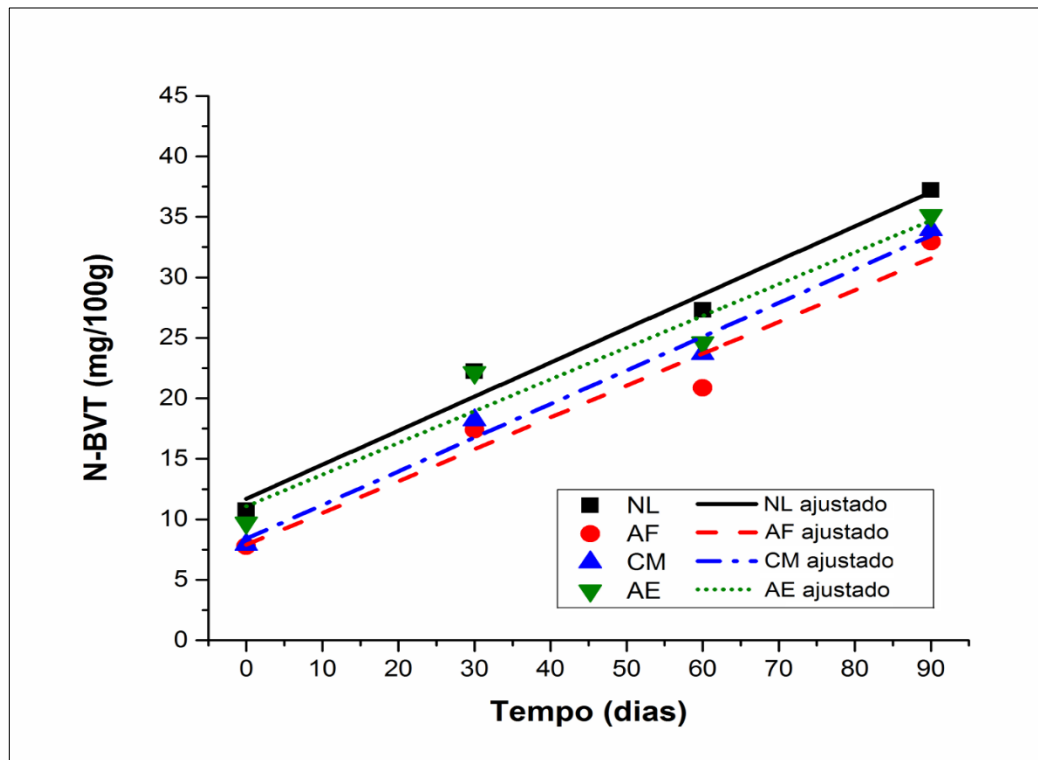
NL = Congelamento criogênico com nitrogênio líquido; AF = Congelamento por ar forçado; CM = Congelamento criomecânico; AE = Congelamento por ar estático.

Fonte: Da autora (2023).

O tratamento NL é um método ultrarrápido, que danifica a estrutura dos alimentos com baixa resistência mecânica formando fissuras (“cracking”). Essas fissuras afetam a qualidade dos produtos congelados e não minimizam ou reduzem a deterioração dos filés (LI *et al.*, 2020). Quanto aos altos valores de N-BVT do tratamento do congelamento AE, esses foram ocasionados por ser um tipo de congelamento lento com temperatura maior, quando comparado com os outros métodos de congelamento. A demora para atingir o congelamento completo dos filés permite as atividades das bactérias deteriorantes que geram as bases voláteis e, conseqüentemente, causam alterações no teor de frescor (ERIKSON *et al.*, 2016; HE *et al.*, 2015).

Todos os tratamentos apresentaram diferenças significativas ($P < 0,05$) para os valores de N-BVT ($P < 0,05$) quando comparados entre si em relação ao tempo de armazenamento (TABELA 9). No tempo 0 de armazenamento o valor médio de N-BVT foi de 9,04 mg/100 g, aumentando linearmente ($P < 0,05$) ao longo do armazenamento. Aos 65 dias de armazenamento, os valores de N-BVT ultrapassaram o limite permitido pela Instrução Normativa n° 21, de 31 de maio de 2017, do MAPA, que não deve ser superior a 30 mg/100 g de tecido muscular, com exceção para as espécies das famílias de Salmonidae, Gadidae e Merluccida (35 mg/100 g) e em peixes cartilagosos (40 mg/100 g) (BRASIL, 2017a) (FIGURA 7).

Figura 7 - Gráfico e coeficiente de regressão do valor de BNV-T durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.



Fonte: Da autora (2023).

Tabela 9 - Coeficientes obtidos dos ajustes dos modelos.

N-BVT; $Y = D + B_1X$			
	D	B ₁	R ²
NL	11,704	0,28147	0,97123
AF	7,904	0,26313	0,94243
CM	8,408	0,27827	0,98058
AE	11,081	0,26237	0,92163

Fonte: Da autora (2023).

O valor de N-BVT é um indicador bastante utilizado para avaliar a qualidade e degradação de produtos de origem aquática, e compreende a amônia, dimetilamina e trimetilamina, que são produzidas quando se inicia o processo de decomposição dos compostos nitrogenados em pescados, por meio da propagação microbiana e atividade enzimática (CHEN; FENG, 2021). O resultado deste estudo foi similar ao de Egan *et al.* (1981), no qual a concentração de N-BVT aumentou, e em 90 dias de estocagem atingiu o limite inaceitável da Normativa n° 21, de 31 de maio de 2017, do MAPA, que não deve ultrapassar de 30 mg/100 g de tecido muscular (BRASIL, 2017a).

Segundo Zhou *et al.* (2021), os valores de bases nitrogenadas voláteis totais (N-BVT) possuem tendência a aumentar durante o armazenamento dos filés de tilápia, diminuindo o frescor, o que pode ser explicado por estarem relacionados diretamente com conteúdo de compostos que contém nitrogênio, como os aminoácidos e as proteínas presentes no filé. Subbaiah *et al.* (2015) congelaram amostras de filé de tilápia a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ e armazenaram em *freezer* a -18 ° por 150 dias, e os resultados de N-BVT apresentaram comportamento linear e gradativo durante todo o processo de estocagem.

Rong *et al.* (2009) observaram para filés de tilápia o valor inicial de N-BVT em torno de 7,5 mg/100 g, que foi similar aos valores encontrados para os tratamentos CM (7,78 mg/100 g) e AF (7,92 mg/100 g) deste estudo. Também relataram que os valores aumentaram até o final da estocagem, sendo o mesmo comportamento observado por He *et al.* (2015), em que o tempo de armazenamento teve como efeito um aumento significativo de N-BVT em todos os tratamentos, com os maiores valores obtidos para as amostras estocadas a temperaturas mais altas, apresentando um comportamento linear, comparado ao deste estudo.

Considerando os limites de N-BVT aceitáveis pela Normativa citada acima (BRASIL, 2017a), o congelamento NL dos filés tilápia se tornou inaceitável após 65 dias; no congelamento AE após 74 dias; e nos congelamentos CM e AF os filés só se tornam inapropriados após 80 e 85 dias, respectivamente. Portanto, o congelamento AF obteve melhores resultados em relação aos demais. O aumento de N-BVT durante o armazenamento dos filés de tilápia é associado ao conteúdo de compostos nitrogenados, que são produzidos por bactérias que causam a deterioração em pescados, e em consequência ocorre a redução da qualidade e frescor (BRASIL, 2017a; RONG *et al.*, 2009; ZHOU *et al.*, 2021).

4.5 Substâncias Reativas ao Ácido Tiobarbitúrico (TBARS)

Os valores de TBARS são usualmente utilizados para indicar a oxidação lipídica em pescado e são expressos em mg de malonaldeído (MDA) por kg de amostra. A oxidação de lipídeos consiste em um processo autocatalítico, sendo responsável por mudanças na qualidade dos alimentos, e se manifesta por alterações no sabor, textura, cor, entre outras mudanças (SOHN *et al.*, 2005).

O congelamento tem sido utilizado para conservar as características do pescado, minimizando as reações oxidativas, no entanto, mesmo sob essas condições, ainda são suscetíveis à oxidação lipídica, isso porque ocorrem a formação e o acúmulo de hidroperóxido,

ocasionando a deterioração, que está associada à presença de lipídeos e ácidos graxos presentes no pescado (SEQUIERA-MUNOZ *et al.*, 2005; SOHN *et al.*, 2005).

As alterações nos valores de TBARS das amostras de filé de tilápia submetidas a diferentes métodos de congelamento são mostradas na Tabela 10. Observou-se interação estatística significativa ($P < 0,01$) entre os tratamentos e os tempos de armazenamento.

Tabela 10 - Valores médios (\pm desvio padrão) de mg de malonaldeído (MDA) por kg de filés de tilápia submetidos a diferentes métodos de congelamento.

Tratamentos	TBARS (mg MDA/kg)				Média
	0	30	60	90	
NL ₂	0,32 \pm 0,02 ^{bC}	0,40 \pm 0,01 ^{bBC}	0,53 \pm 0,01 ^{cB}	0,85 \pm 0,01 ^{cA}	0,52 \pm 0,20 ^C
AF (-25 °C)	0,54 \pm 0,02 ^{aB}	0,55 \pm 0,02 ^{aB}	0,59 \pm 0,03 ^{bB}	0,92 \pm 0,01 ^{aA}	0,65 \pm 0,16 ^B
CM (-25 °C)	0,32 \pm 0,02 ^{bC}	0,38 \pm 0,01 ^{bC}	0,42 \pm 0,01 ^{dB}	0,73 \pm 0,01 ^{dA}	0,46 \pm 0,16 ^D
AE (-18 °C)	0,55 \pm 0,02 ^a	0,55 \pm 0,01 ^a	0,64 \pm 0,02 ^a	0,95 \pm 0,02 ^a	0,67 \pm 0,16 ^A
Média	0,43 \pm 0,11 ^c	0,47 \pm 0,08 ^c	0,54 \pm 0,08 ^b	0,86 \pm 0,08 ^a	
CV (%)	3,28				

¹ Médias seguidas da mesma letra em minúscula na coluna e em maiúscula na linha não diferem entre si pelo teste Tukey, a 5% de significância.

²*Efeito quadrático ($P < 0,01$).

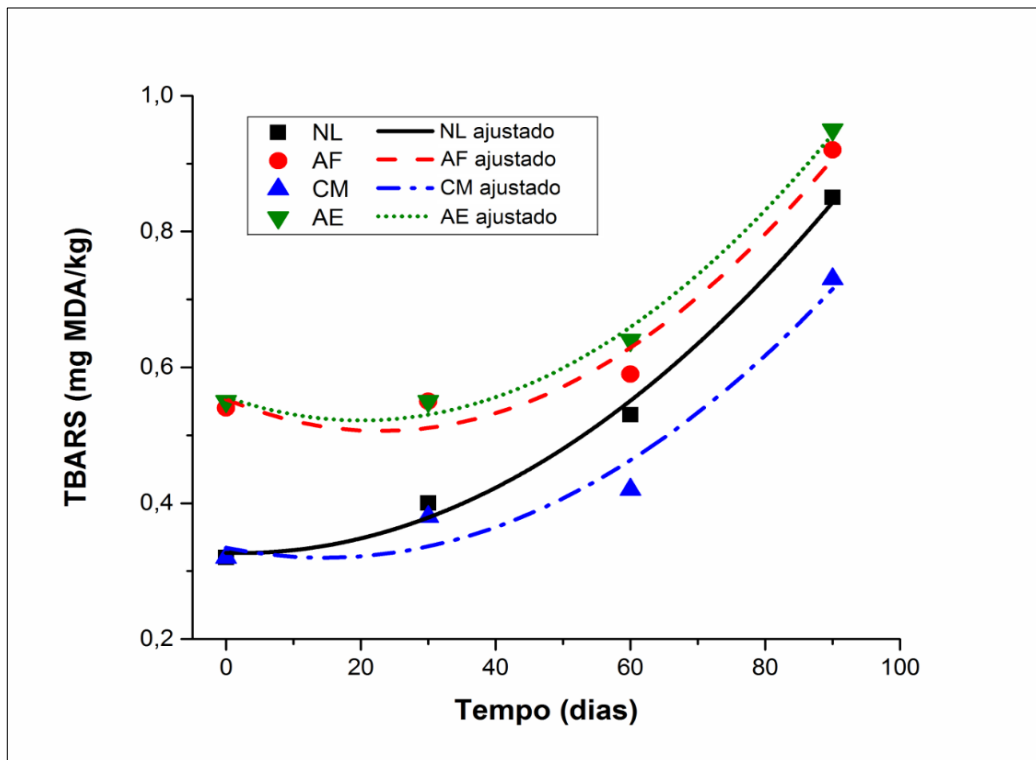
NL = Congelamento criogênico com nitrogênio líquido; AF = Congelamento por ar forçado; CM = Congelamento criomecânico; AE = Congelamento por ar estático.

Fonte: Da autora (2023).

Na Tabela 10 apresentada é possível observar o comportamento da oxidação lipídica, expresso em mg de MDA por kg de amostras, nos tratamentos avaliados em 90 dias de estocagem. Os valores de oxidação lipídica mostraram uma tendência crescente ao longo do tempo de armazenamento. Após 90 dias de armazenamento os menores valores de MDA encontrados foram no congelamento CM e no congelamento NL, com 0,73 e 0,85 mg MDA/kg, respectivamente. Os maiores teores foram encontrados no congelamento AE seguido do congelamento AF.

A avaliação da oxidação lipídica dos tratamentos mostrou diferenças significativas entre si ($P < 0,05$), resultando no aumento da concentração de MDA. A Figura 8 mostra que os tratamentos avaliados tiveram diferenças significativas ($P < 0,05$) em todos os tempos de estocagem. A Tabela 11 apresenta os coeficientes obtidos pela regressão polinomial de segunda ordem.

Figura 8 - Gráfico e coeficiente de regressão do valor de TBARS dos filés durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.



Fonte: Da autora (2023).

Tabela 11 - Coeficientes obtidos dos ajustes dos modelos.

TBARS (mg MDA/kg); $Y = D + B_1X + B_2X^2$				
	D	B ₁	B ₂	R ²
NL	0,327	-0,00027	6,66667E-5	0,982
AF	0,553	-0,00407	8,88889E-5	0,897
CM	0,3345	-0,00202	6,94444E-5	0,874
AE	0,5565	-0,00345	8,61111E-5	0,977

Fonte: Da autora (2023).

Os métodos de congelamento que apresentaram menores valores de TBARS até o último tempo de armazenamento congelado foram CM, com 0,73, e NL, com 0,85 mg de MDA/kg. Os tratamentos AE e AF apresentaram maiores valores de oxidação lipídica, 0,95 e 0,92 mg de MDA/kg, respectivamente. Os resultados indicaram que a rancidez oxidativa de NL e CM permaneceu mais baixa durante todo o armazenamento.

A oxidação de lipídios dos filés de tilápias congeladas por diferentes métodos tiveram um aumento significativo ($P < 0,05$) aos 90 dias de estocagem, sendo que nos congelamentos AE e AF os valores foram relativamente maiores desde o primeiro dia de armazenamento, e aumentaram mais rapidamente do que nos métodos NL e CM em todos os tempos. Os métodos

NL e CM são métodos rápidos, sendo assim, os filés de tilápia são congelados em menor intervalo de tempo e em ambiente inerte ao oxigênio, que é um fator desfavorável à oxidação lipídica.

Notou-se que os tratamentos NL e CM não tiveram diferenças significativas ($P > 0,05$) entre si até 30 dias de armazenamento, e o mesmo comportamento pôde ser observado para os tratamentos AE e AF, exceto no tempo de 60 dias. No entanto, no fim do armazenamento de 90 dias, os valores de TBARS aumentaram, e os tratamentos AE e AF nesse tempo não apresentaram diferenças entre si ($P > 0,05$); os outros tratamentos foram estatisticamente diferentes quando comparados com os demais.

No estudo realizado por Li *et al.* (2020) foi observado o mesmo comportamento, em que os valores de TBARS aumentaram ao longo do tempo, e o congelamento lento apresentou maior aumento de TBA do que as amostras do congelamento rápido. Assim como Sequeira-Munoz *et al.* (2005), que avaliaram a oxidação lipídica de filés de carpa e compararam dois métodos de congelamento, e observaram que o congelamento mais lento resultou em maior elevação de TBARS durante o armazenamento. No presente estudo, com métodos de congelamento mais lentos (AE e AF), o valor de TBA foi de aproximadamente 0,9 mg de MDA/kg em 90 dias, enquanto no congelamento rápido (NL) o valor máximo foi 0,85 mg de MDA/kg.

Segundo Kamkar *et al.* (2014), os valores acima de 2 mg de MDA/kg indicam a oxidação de pescado. No entanto, a legislação brasileira não estabelece limite máximo para valores de MDA para pescados.

Para Fogaça e Sant'ana (2009), os principais fatores que causam a oxidação de lipídios em pescado são as ações dos compostos químicos, ou também pode ser causada por espécies reativas ao oxigênio. Esses compostos ou espécies podem quebrar ligações duplas em frações fosfolipídicas, principalmente devido ao grau de insaturação dos pescados, que tem maior facilidade de se degradar. A oxidação lipídica resulta na rancificação e alteração do sabor característico, tornando-o desagradável (LAOHABANJONG *et al.*, 2009; QUI; CHEN; DONG, 2013).

Li *et al.* (2020) afirmaram que os valores de TBARS da carpa cabeçuda congelada por dois métodos, lento e rápido, e descongeladas pelos métodos assistidos por ultrassom, descongelamento ao ar e descongelamento por imersão em água, aumentaram após o processo de congelamento, e os autores atribuíram esse aumento ao crescimento dos cristais de gelo durante o congelamento, que podem danificar os tecidos do pescado e conseqüentemente acelerar as reações de oxidação. E para Sequeira-Munoz *et al.* (2005), a oxidação está associada

principalmente ao período de armazenamento. No entanto, a oxidação de lipídios pode ser minimizada através das baixas temperaturas em conjunto com embalagens a vácuo e glaciamento (ORDÓNEZ *et al.*, 2005; PRENTICE-HERNANDEZ; SAINZ, 2015).

De acordo com os resultados encontrados, os métodos de congelamento mais lentos, AE e AF, provocam oxidação mais rapidamente, devido aos danos causados à microestrutura dos filés e, conseqüentemente, acelerando a reação de oxidação. Porém, os valores encontrados nos filés congelados em diferentes métodos de congelamento foram relativamente baixos, não interferindo na qualidade dos filés durante 90 dias de armazenamento congelado.

4.6 Ácidos graxos poli-insaturados

Os teores de ácidos graxos poli-insaturados das amostras de filés de tilápia congeladas em diferentes métodos de congelamento, e armazenadas em congelamento por 90 dias, são apresentados na Tabela 12.

Tabela 12 - Perfil de ácidos graxos poli-insaturados de filés de tilápia submetidos a diferentes métodos de congelamento.

Ácidos graxos (% de área de pico)				
Tratamento Poli-insaturados (AGPI)	NL₂			
	0	30	60	90
Linolelaídico C18:2 n6t	18,5345	9,9359	5,0167	1,0794
α - linolênico C18:3n6	0,1761	0,1381	0,0789	0,001
γ - linolênico C18:3n3	1,1054	0,4447	0,3507	0,0023
Araquidônico C20:4n6	0,5798	0,4436	0,2390	0,0018
ΣAGPI	20,3958	10,9623	5,6853	1,0845
Tratamento Poli-insaturados (AGPI)	CM			
	0	30	60	90
Linolelaídico C18:2 n6t	13,9739	12,9041	8,2446	3,1738
α - linolênico C18:3n6	0,2165	0,2135	0,1024	0,5183
γ - linolênico C18:3n3	0,8724	0,7338	0,6586	0,6007
Araquidônico C20:4n6	0,6428	0,5481	0,4547	0,1209
ΣAGPI	15,7056	14,3995	9,4603	4,4137
Tratamento Poli-insaturados (AGPI)	AF			
	0	30	60	90
Linolelaídico C18:2 n6t	18,3971	14,3455	14,1242	7,2278
α - linolênico C18:3n6				
γ - linolênico C18:3n3	0,8633	0,8132	0,2791	0,1205
Araquidônico C20:4n6	0,6834	0,6705	0,3378	0,1595
ΣAGPI	19,9437	15,8292	14,7411	7,5078
Tratamento Poli-insaturados (AGPI)	AE			
	0	30	60	90
Linolelaídico C18:2 n6t	19,6920	14,1205	9,8193	6,8186
α - linolênico C18:3n6				
γ - linolênico C18:3n3	0,9815	0,8317	0,581	0,2482
Araquidônico C20:4n6				
ΣAGPI	20,6735	14,9522	10,4003	7,0668

NL = Congelamento criogênico com Nitrogênio Líquido; AF = congelamento por ar forçado; CM = Congelamento criomecânico; AE = Congelamento por ar estático.

Fonte: Da autora (2023).

No perfil de ácidos graxos dos filés de tilápia congelados em diferentes métodos, foram identificados 4 ácidos graxos poli-insaturados, sendo eles Linolelaídico C18:2 n6t; α - linolênico C18:3n6; γ - linolênico C18:3n3 e o Araquidônico C20:4n6. Foram evidenciados apenas os ácidos graxos poli-insaturados da série omêga-3 e 6. O ácido graxo mais evidenciado

nas amostras de filés de todos dos métodos de congelamento foi o Linolelaídico, como mostrado na Tabela 12.

Segundo Airua (2003), a alta quantidade de ácidos graxos poli-insaturados pode ser vantajosa do ponto de vista nutricional. Porém, tal característica acelera a rancidez oxidativa dos produtos, principalmente em pescados de água doce. A maioria dos ácidos graxos presentes na composição dos peixes é proveniente das modificações biológicas ou devido à alimentação e dietas do pescado (SZABO *et al.*, 2011).

Viana *et al.* (2020) afirmaram que o perfil de ácidos graxos de pescado de água doce depende principalmente de dietas lipídicas. Para Nazemroaya e Sahari (2009), os ácidos graxos poli-insaturados podem ser degradados durante o armazenamento devido ao processo de auto-oxidação, e podem formar compostos voláteis relacionados à rancificação de pescados.

No estudo realizado por Castro (2003), foram encontrados 19,6% de AGPI, e o mesmo pode ser comparado ao encontrado nesta pesquisa. Na Tabela 12 é possível observar que em todos os tratamentos os valores foram diminuindo no tempo de armazenamento, sendo que os valores iniciais foram entre 15,70 e 20,39, e ao final dos 90 dias de estocagem os valores diminuiram entre 1,08 e 7,50. Entretanto, como foi realizada apenas uma caracterização, não é possível afirmar se essa diferença foi significativa estatisticamente.

4.7 Perfil de Textura (TPA)

A análise de textura é considerada um importante indicativo para avaliar a qualidade e as características sensoriais de pescado congelado ou descongelado. A textura depende de diversos fatores característicos do pescado, como a espécie, tamanho, idade, ou mesmo como as proteínas são distribuídas, e também o método de abate (LIU *et al.*, 2014; ZHAO *et al.*, 2016). Os valores médios e desvio padrão do perfil de textura do filé de tilápia submetido a diferentes métodos de congelamento no presente estudo estão representados na Tabela 13.

Tabela 13 - Valores médios (\pm desvio padrão) do perfil de textura de filés de tilápia submetidos a diferentes métodos de congelamento.

Tratamentos	Parâmetros				
	Dureza (g)	Elasticidade (mm)	Gomosidade	Mastigabilidade (g.mm)	Cosividade
NL	1762,8 \pm 212,1 ^b	0,45 \pm 0,03 ^a	649,5 \pm 73,5 ^b	293,2 \pm 46,8 ^b	0,37 \pm 0,01 ^a
AF (-25 °C)	2538,6 \pm 315,8 ^a	0,42 \pm 0,03 ^a	797,7 \pm 100,7 ^a	337,0 \pm 60,7 ^{ab}	0,32 \pm 0,03 ^b
CM (-25 °C)	2574,8 \pm 284,3 ^a	0,49 \pm 0,10 ^a	734,5 \pm 118,9 ^{ab}	384,5 \pm 100,6 ^a	0,31 \pm 0,02 ^b
AE (-18 °C)	2281,4 \pm 622,7 ^a	0,44 \pm 0,01 ^a	845,7 \pm 154,3 ^a	335,5 \pm 87,0 ^{ab}	0,35 \pm 0,02 ^b

NL = Congelamento criogênico com Nitrogênio Líquido; AF = congelamento por ar forçado; CM = Congelamento criomecânico; AE = Congelamento por ar estático.

Tukey, a 5% de significância.

*Efeito quadrático ($P < 0,01$).

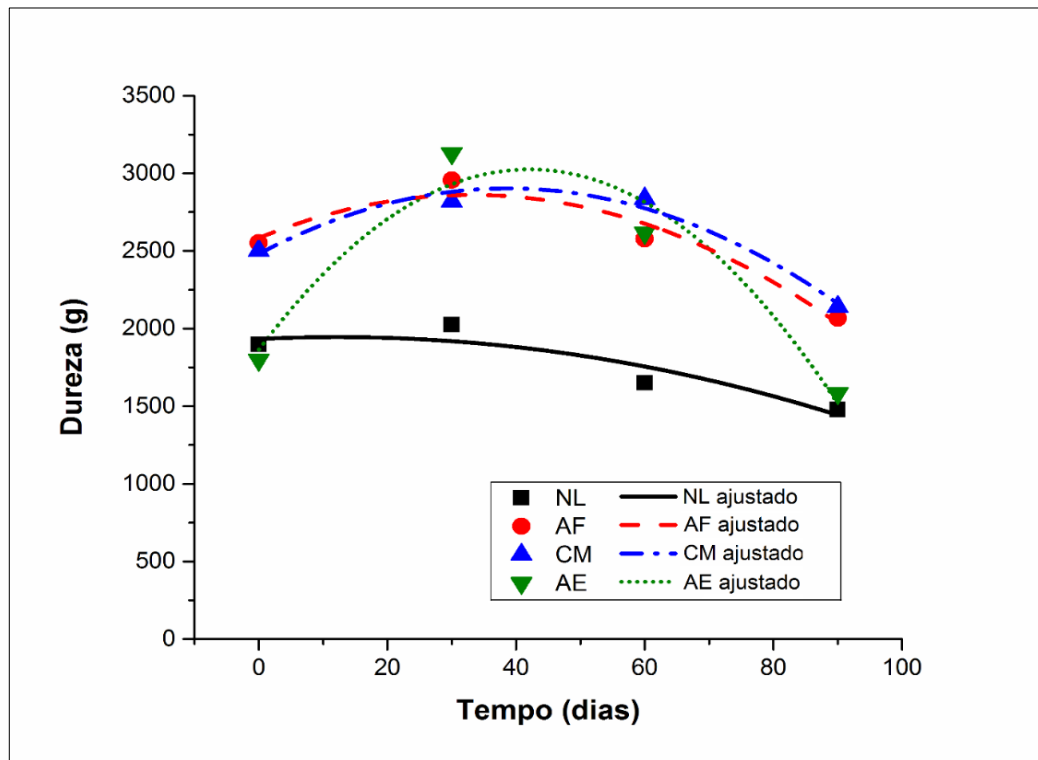
Fonte: Da autora (2023).

Foi observado que os diferentes métodos de congelamento afetaram significativamente ($P < 0,05$) todos os parâmetros de textura analisados, exceto a elasticidade.

Como observado na Tabela 13, os valores médios de dureza das amostras dos tratamentos AF (2538,6 \pm 315,8), CM (2574,8 \pm 284,3) e AE (2281,4 \pm 622,7) tiveram valores significativamente maiores ($P < 0,05$) que o das amostras do tratamento NL (1762,8 \pm 212,1). No parâmetro gomosidade, as amostras de NL (649,5 \pm 73,5) e CM (734,5 \pm 118,9) foram menores, no entanto, CM não diferiu ($P < 0,05$) das amostras AF (797,7 \pm 100,7) e AE (845,7 \pm 154,3). Já para elasticidade, as amostras de NL e AE foram inferiores a CM, porém, apenas NL foi diferente de todos os tratamentos. E a coesividade os tratamentos CM e AF foram inferiores que os demais tratamentos.

Durante o período de armazenamento, foi possível observar que apenas os parâmetros de dureza, gomosidade e mastigabilidade variaram em relação ao tempo ($P < 0,05$), e estão representados na Figura 9.

Figura 9 - Gráfico e coeficiente de regressão da dureza dos filés durante o tempo de armazenamento.



Fonte: Da autora (2023).

A dureza é empregada para demonstrar a força necessária para atingir uma determinada deformação (WEI *et al.*, 2021). Para Vacha *et al.* (2013), o perfil de textura está diretamente interligado a dois fatores, como a formação de cristais de gelo e a desnaturação das proteínas, pois as alterações causadas na estrutura do pescado são em consequência do crescimento dos cristais de gelo, que causam danos aos tecidos.

Conforme mostrado na Figura 9, apenas as amostras do método de congelamento AE sofreram influência estatisticamente durante o tempo de armazenamento ($P < 0,05$), sendo possível observar que houve um aumento na dureza, seguido de declínio até o último tempo de estocagem. Zhao *et al.* (2016) avaliaram as alterações da textura em filés de tilápia tratados com água ozonizada durante o armazenamento congelado e observaram que tanto nas amostras controle, quanto nas amostras tratadas com ozônio, ocorreu uma redução significativa da dureza durante a estocagem, mostrando comportamento similar ao presente estudo.

Isso foi observado por Qian *et al.* (2018), que verificaram que durante o armazenamento houve diminuição drástica da dureza, sendo que o método de congelamento mais lento, congelamento por jato de ar, teve uma maior redução do que o congelamento com nitrogênio líquido. Já Sequeira-Munoz *et al.* (2005) afirmaram que não houve diferença estatística

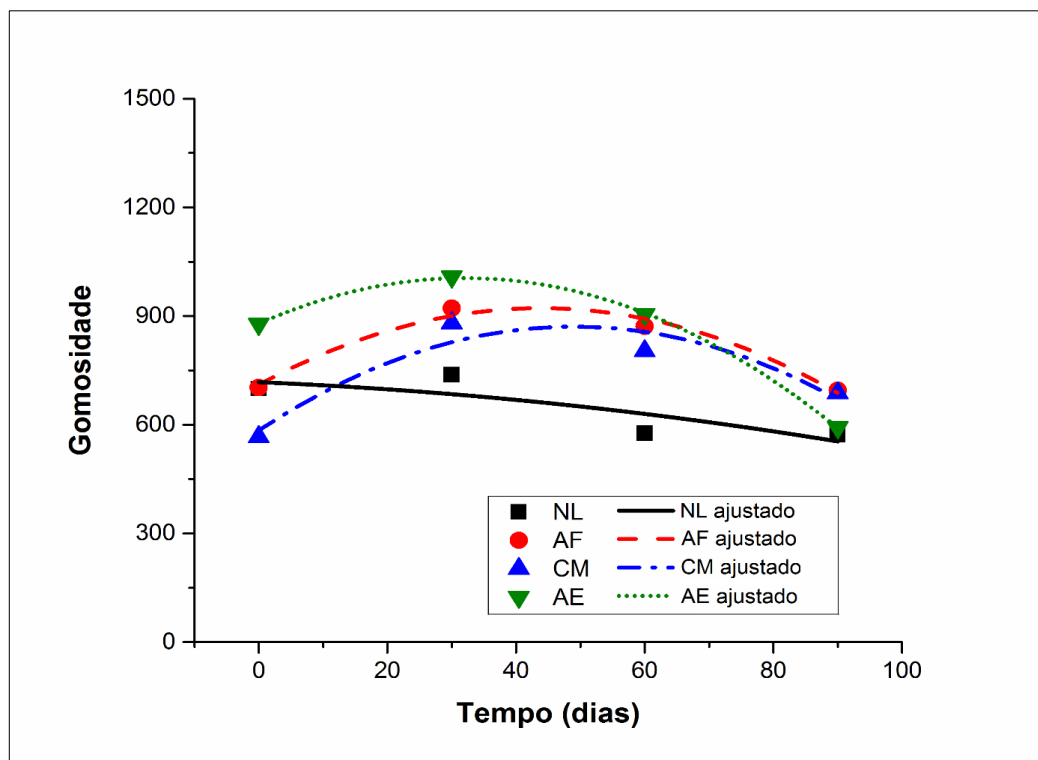
significativa no parâmetro dureza, durante o armazenamento congelado de 75 dias, em amostras congeladas a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Tais alterações texturais no filé de tilápia podem estar associadas às atividades enzimáticas, que geralmente hidrolisam as proteínas e conseqüentemente facilitam a degradação dos tecidos do pescado. O congelamento AE possui taxa de congelamento lento, e com isso ocorre a formação de grandes cristais de gelo, que podem liberar enzimas, facilitando o acesso às proteínas, ocasionando alterações texturais prejudiciais aos filés de tilápia.

Os parâmetros texturais elasticidade e coesividade não apresentaram diferença estatística significativa ($P > 0,05$) em relação aos 90 dias armazenamento.

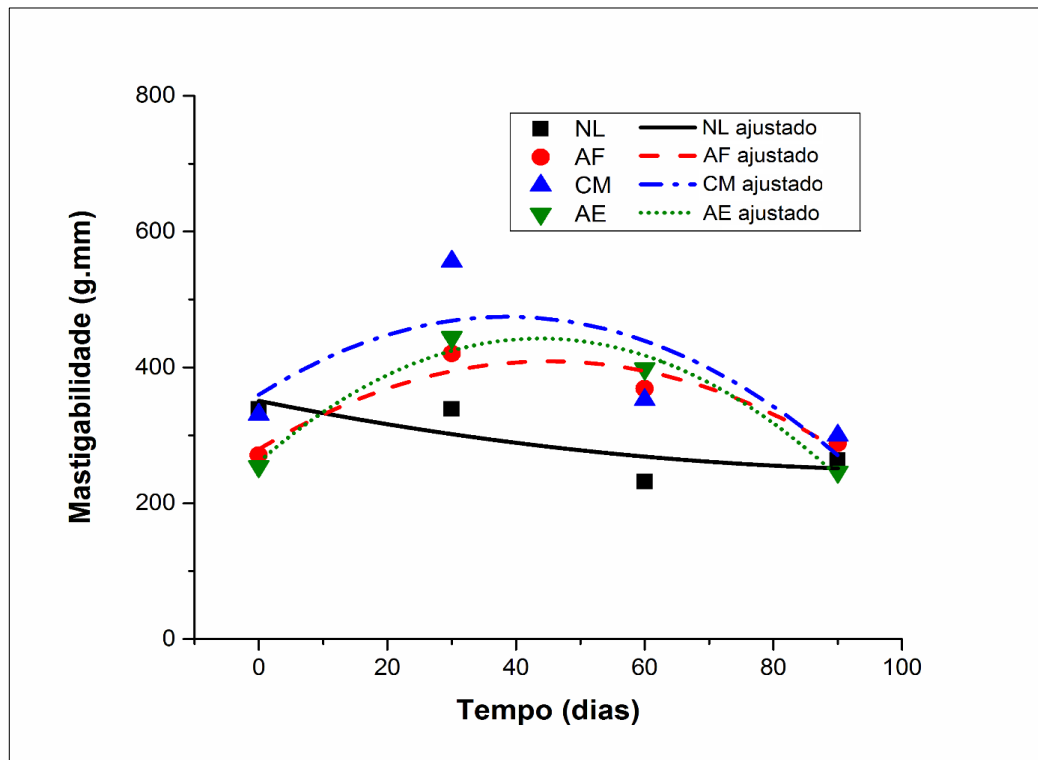
Os parâmetros texturais gomosidade e mastigabilidade tiveram comportamentos parecidos durante o armazenamento, porém, somente as amostras do congelamento CM e AE foram afetadas ($P < 0,05$) ao longo do tempo (FIGURAS 10 e 11).

Figura 10 - Gráfico e coeficiente de regressão da gomosidade dos filés durante o tempo de armazenamento.



Fonte: Da autora (2023).

Figura 11 - Gráfico e coeficiente de regressão da mastigabilidade dos filés durante o tempo de armazenamento.



Fonte: Da autora (2023).

A mastigabilidade está relacionada à energia gasta por meio da mastigação dos alimentos, já a gomosidade consiste na energia precisa para fragmentar um determinado alimento (CHEN; FENG, 2021). No estudo foi observada uma diminuição significativa a partir do 30º dia de armazenamento na gomosidade e mastigabilidade. Zhao *et al.* (2016) avaliaram o perfil de textura de filés de tilápia tratados com ozônio e sem tratamento, e foi observada redução na dureza, gomosidade e mastigabilidade para os dois tratamentos ao longo dos 180 dias de estocagem.

Em um estudo realizado por Luan *et al.* (2018), observou-se que as amostras de *hairtail* (*Trichiurus haumela*) durante o armazenamento congelado mostraram uma tendência à redução tanto na mastigabilidade quanto na dureza em temperaturas de armazenamento de -5, -20, -40 e -80 °C, e os autores afirmaram que a oxidação lipídica interfere nas alterações texturais durante o período de estocagem.

Os altos valores encontrados nos parâmetros dureza e mastigabilidade podem estar relacionados à suscetibilidade à retenção de água. Li *et al.* (2013) e Wang *et al.* (2022) fizeram afirmações similares. Chapman *et al.* (1993) afirmam que o método de congelamento e o armazenamento podem causar diferentes efeitos na textura de pescados.

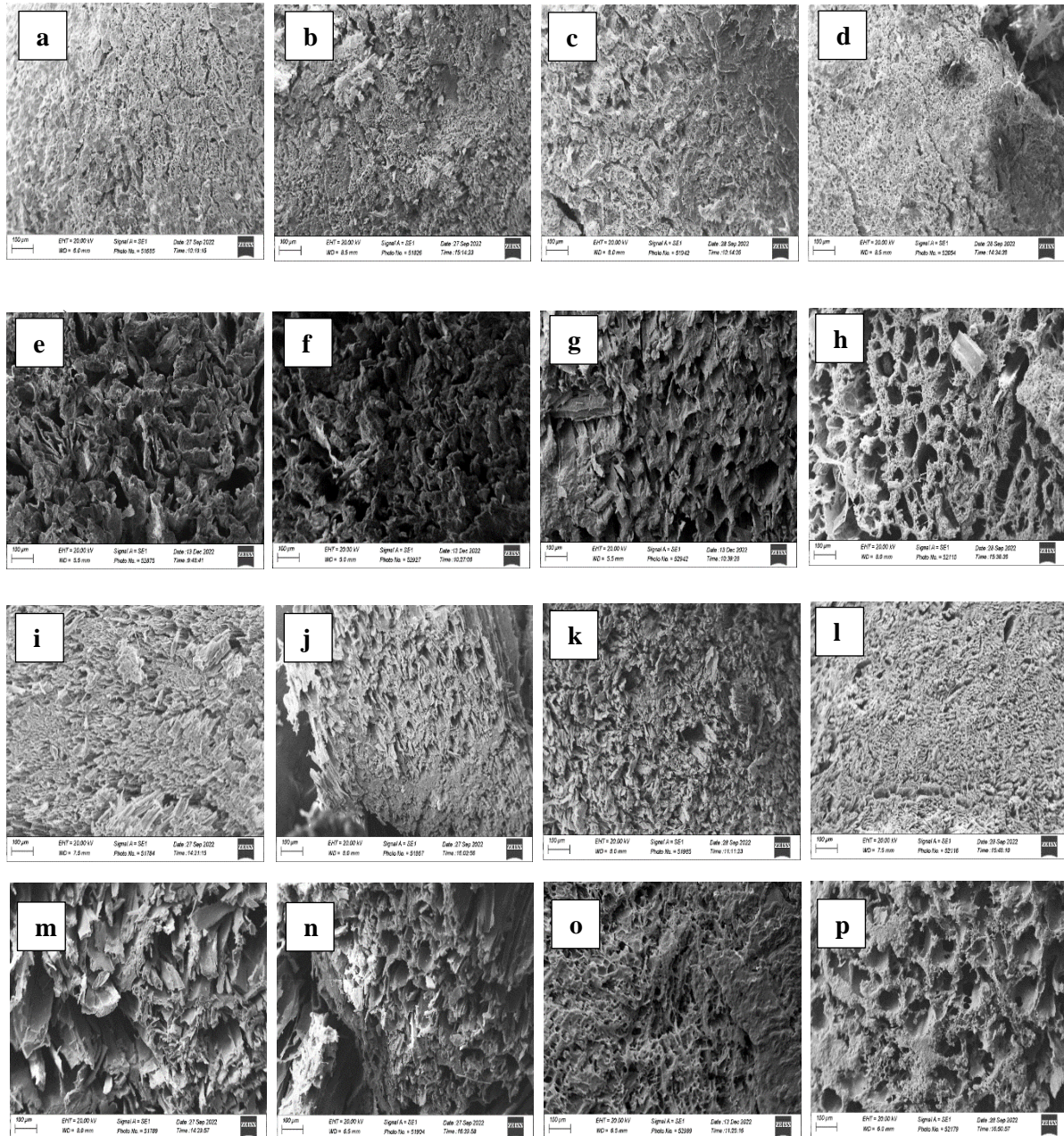
O perfil de textura demonstrou que as amostras de filés dos tratamentos NL e AF não foram alteradas significativamente durante o período de armazenamento ($P > 0,05$) em nenhum dos parâmetros de textura, indicando que os métodos de congelamento supracitados podem manter a estrutura (firmeza) dos filés de tilápia, em comparação com os outros métodos, devido à formação de cristais de gelo menores. No entanto, as amostras dos tratamentos CM e AE foram afetadas ao longo do tempo, ocorrendo redução na dureza, coesividade e mastigabilidade ao longo dos 90 dias de armazenamento.

4.8 Microestrutura

As características microestruturais são fatores que influenciam diretamente na qualidade de produtos cárneos congelados (WANG; SHI; WANG, 2022a). A integridade da microestrutura dos alimentos influencia na qualidade dos produtos congelados, no entanto, depende do tamanho e localização dos cristais de gelo durante o processo de congelamento e armazenamento (ERIKSON *et al.*, 2016).

As micrografias das amostras de filé de tilápia nilótica congeladas em diferentes métodos de congelamento estudados são mostradas na Figura 12, que mostra seções transversais de amostras de fibras musculares do filé e os espaços deixados pelos cristais de gelo formados.

Figura 12 - Fotomicrografias dos filés congelados por MEV.



Legenda: a) Filé tratado com NL após 0 dia de armazenamento; b) Filé tratado com NL após 30 dias de armazenamento; c) Filé tratado com NL após 60 dias de armazenamento; d) Filé tratado com NL após 90 dias de armazenamento; e) Filé tratado com AF após 0 dia de armazenamento; f) Filé tratado com AF após 30 dias de armazenamento; g) Filé tratado com AF após 60 dias de armazenamento; h) Filé tratado com AF após 90 dias de armazenamento; i) Filé tratado com CM após 0 dia de armazenamento; j) Filé tratado com CM após 30 dias de armazenamento; k) Filé tratado com CM após 60 dias de armazenamento; l) Filé tratado com CM após 90 dias de armazenamento; m) Filé tratado com AE após 0 dia de armazenamento; n) Filé tratado com AE após 30 dias de armazenamento; o) Filé tratado com AE após 60 dias de armazenamento; p) Filé tratado com AE após 90 dias de armazenamento.

Fonte: Da autora (2023).

Percebeu-se que o método de congelamento influenciou na formação, crescimento dos cristais de gelo e microestrutura do filé de tilápia congelado e armazenado a -18°C . Os espaços entre as fibras musculares caracterizados pelos espaços deixados pela sublimação dos cristais

de gelos após a liofilização das amostras visíveis se tornaram maiores durante o armazenamento nos tratamentos AF e AE, quando comparados com os tratamentos NL e CM. O congelamento lento, como o das amostras de AE, formaram cristais de gelo maiores e com a formação de grandes cavidades nos danos aos tecidos (SEQUEIRA-MUNOZ *et al.*, 2005; XU *et al.*, 2019).

A integridade estrutural das fibras dos filés congelados em nitrogênio líquido (NL) (FIGURAS 12a; 12b; 12c; 12d) foi mantida durante todo o armazenamento, comparado com os outros métodos de congelamento. No tratamento CM (FIGURAS 12i; 12j; 12k; 12l) foi possível observar que o espaço deixado pelos cristais de gelo foi maior, mas ainda foi inferior àqueles deixados pelos tratamentos AF (FIGURAS 12e; 12f; 12g; 12h) e AE (FIGURAS 12m; 12n; 12o; 12p), em que o comportamento foi semelhante ao congelamento NL. Os espaços maiores foram pelo fato de ser um sistema de congelamento misto. Sendo que após a formação da crosta de gelo formada pelo nitrogênio líquido, o congelamento das amostras foi completado na câmara com ar forçado (FIGURA 12). O estudo realizado por Jiang *et al.* (2020) com filé de carpa capim apresentou resultados semelhantes.

Evidentemente, o tempo de armazenamento teve maior influência nas amostras dos tratamentos AE e AF do que nas amostras dos tratamentos NL e CM. O efeito é decorrente da velocidade de congelamento e das flutuações de temperatura durante o período de armazenamento. Resultados similares foram encontrados por Quian *et al.* (2018), que compararam as mudanças microestruturais e o crescimento dos cristais de gelo durante o armazenamento após o congelamento com nitrogênio líquido (CIF) e o congelamento por jato de ar (AF), mostrando que o congelamento CIF teve efeito positivo na estabilidade da microestrutura do tecido do filé de carpa cabeçuda (*Aristichthys nobilis*). O congelamento com nitrogênio diminuiu o tamanho dos cristais e amenizou os danos mecânicos em comparação aos métodos de congelamento lento (XU *et al.*, 2019). Cristais de gelo pequenos não danificam tanto a estrutura de filés de pescado (WEI *et al.*, 2021).

Alguns fatores determinam a qualidade dos alimentos congelados, como o tamanho, a distribuição e a localização dos cristais de gelo, e sofrem influência das taxas de congelamento (DIAO *et al.*, 2021). Portanto, no atual estudo foi observado que as amostras NL e CM formaram grande quantidade de pequenos cristais de gelo bem distribuídos, não danificando a microestrutura do músculo do filé, portanto, a estrutura celular durante o congelamento e armazenamento. O estudo sugeriu que o congelamento utilizando nitrogênio líquido pôde reduzir e retardar o crescimento de cristais de gelo.

5 CONCLUSÃO

Os filés de tilápia congelados pelos métodos de congelamentos criomecânico (CM) e com ar forçado (AF) durante o armazenamento congelado apresentaram menos indicadores de deterioração, em comparação com os outros métodos de congelamento estudados. Durante o período de armazenamento de 90 dias, as amostras do congelamento com ar estático (AE) apresentaram menor desempenho em termos de pH, cor, bases nitrogenadas voláteis totais, oxidação lipídica, textura e microestrutura. No entanto, o congelamento criogênico com nitrogênio líquido (NL) também apresentou alguns indícios de deterioração maiores que nos outros métodos de congelamento, que pode ser consequência da baixa temperatura de congelamento, que consequentemente causam rachaduras nos músculos dos filés de tilápia, afetando negativamente as amostras congeladas por esse método. Já o congelamento com ar forçado (AF) e o congelamento criomecânico (CM) tiveram a mesma eficiência. Com isso, o congelamento CM pode ser um método de congelamento promissor para armazenamento a longo prazo, garantindo qualidade dos filés de tilápia nilótica congelados.

REFERÊNCIAS

- ABDEL-TAWWAB, M. *et al.* Dissolved oxygen level and stocking density effects on growth, feed utilization, physiology, and innate immunity of Nile Tilapia, *Oreochromis niloticus*. **Journal of Applied Aquaculture**, [s.l.], v. 26, n. 4, p. 340-355, Nov. 2014. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/10454438.2014.959830?journalCode=wjaa20>. Acesso em: 23 fev. 2022.
- AGNELLI, M. E.; MASCHERONI, R. H. Cryomechanical freezing. A model for the heat transfer process. **Journal of Food Engineering**, [Oxford], v. 47, n. 4, p. 263–270, Mar. 2001. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0260877400001266>. Acesso em: 07 mar. 2022.
- AGNELLI, M. E.; MASCHERONI, R. H. Quality evaluation of foodstuffs frozen in a cryomechanical freezer. **Journal of Food Engineering**, [Oxford], v. 52, n. 3, p. 257–263, May 2002. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0260877401001133>. Acesso em: 07 mar. 2022.
- ALBERIO, G. R. A. *et al.* Effect of freezing/thawing process in different sizes of blue fish in the Mediterranean through lysosomal enzymatic tests. **Food Chemistry**, [Oxford], v. 148, p. 47–53, Apr. 2014. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/24262525/>. Acesso em: 02 mar. 2022.
- AMAL, M. N. A.; ZAMRI-SAAD, M. Streptococcosis in Tilapia (*Oreochromis niloticus*): A Review. **Journal of Tropical Agricultural Science**, [s.l.], v. 34, n. 21, p. 195–281, Aug. 2011. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/220038542_Streptococcosis_in_Tilapia_Oreochromis_niloticus_A_Review. Acesso em: 23 fev 2022.
- AMIT, S. K. *et al.* A review on mechanisms and commercial aspects of food preservation and processing. **Agriculture and Food Security**, [s.l.], v. 6, n. 51, p. 1–70, Nov. 2017. Disponível em: <https://agricultureandfoodsecurity.biomedcentral.com/articles/10.1186/s40066-017-0130-8>. Acesso em: 02 fev. 2022.
- ANDERSON, J. L.; ASCHE, F.; GARLOCK, T. Economics of aquaculture policy and regulation. **Annual Review of Resource Economics**, [Palo Alto], v. 11, n. 1, p. 101–123, Oct. 2019. Disponível em: https://papers.ssrn.com/sol3/papers.cfm?abstract_id=3468075. Acesso em: 23 fev 2022.
- ANDRADE, G. DE Q.; BISPO, E. DA S.; DRUZIAN, J. I. Avaliação da qualidade nutricional em espécies de pescado mais produzidas no Estado da Bahia. **Food Science and Technology**, Campinas, v. 29, n. 4, p. 721-726, dez. 2009. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cta/a/sGZWBf6mpdxqpg3vwSrHDXd/>. Acesso em: 23 fev. 2022.

ANDRADE, M. O. DE; LIMA, U. DE A. Variação estacional da composição centesimal do peixe de água doce, *Pimelodus darias* Bloch (Mandi). **Anais da Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz**, [Piracicaba], v. 32, p. 575-587, 1975. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/aesalq/a/HYbbxGsSN76LYwYjDPLvpKz/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 30 jul. 2022.

AUNG, M. M.; CHANG, Y. S. Temperature management for the quality assurance of a perishable food supply chain. **Food Control**, [Oxford], v. 40, n. 1, p. 198–207, June 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0956713513005902>. Acesso em: 20 jan. 2022.

AYELOJA, A. A. Glimpse of fish as perishable staple. **Al-Qadisiyah Journal For Agriculture Sciences**, [Iraq], v. 10, n. 2, p. 349-375, Sept. 2020. Disponível em: https://jouagr.qu.edu.iq/article_167497_db511aa55ec3e3af9f7aa7ac60fc8740.pdf. Acesso em: 20 jan. 2022.

BACELAR, R. G. A.; MURATORI, M. C. S. Utilização de resíduos de filetagem de tilápia na tecnologia de alimentos: uma revisão. **Revista Científica Rural**, Bagé, v. 22, n. 2, p. 263-278, set. 2020. Disponível em: <http://revista.urcamp.tche.br/index.php/RCR/article/view/3278>. Acesso em: 23 fev. 2022.

BALAMI, S.; SHARMA, A.; KARN, R. Significance of nutritional value of fish for human health. **Malaysian Journal of Halal Research**, [s.l.], v. 2, n. 2, p. 32-34, 2019. Disponível em: <https://sciendo.com/pdf/10.2478/mjhr-2019-0012>. Acesso em: 25 jan. 2022.

BALLEY, C.; TRAN, N. Aquatic CAFOs: Aquaculture an the Future of Seafood Production. *In*: WINDERS, B.; RANSOM, E. (eds.). **Global Meat: Social and Environmental Consequences of the Expanding Meat Industry**. London: Cambridge, 2019. p. 55–56.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Decreto nº 9.013, de 29 de março de 2017, aprova o novo Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal – RIISPOA. **Diário Oficial da União**, Seção 1, No. 62, p. 3-27, 29 de março de 2017b.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). **Instrução Normativa nº 21, de 31 de maio de 2017**. Brasília, 2017a. Disponível em: <https://www.defesa.agricultura.sp.gov.br/legislacoes/instrucao-normativa-n-21-de-31-de-maio-de-2017,1100.html>. Acesso em: 15 set. 2021.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Ofício Circular GA/DIPOA nº 26, de 19 de agosto de 2010. Dispõe sobre o limite máximo de congelamento em pescados congelados. **Diário Oficial da União**, de 23 de agosto de 2010. Disponível em: <http://legislacaoemgeral.blogspot.com/2010/08/mapa-instrucao-normativa-n-262010.html>. Acesso em: 01 set. 2021.

BRASIL. Ministério da Pesca e Aquicultura. **Balanco da Pesca e Aquicultura**. Brasília, 2014.

BRASIL. Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA). **Diário Oficial da União**, Brasília, 2020.

- BURGAARD, M. G.; JØRGENSEN, B. M. Effect of frozen storage temperature on quality-related changes in rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*). **Journal of Aquatic Food Product Technology**, [Binghamton], v. 20, n. 1, p. 53–63, Feb. 2011. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/10498850.2010.538894>. Acesso em: 28 set. 2022.
- CAI, L. *et al.* Effects of different freezing treatments on physicochemical responses and microbial characteristics of Japanese sea bass (*Lateolabrax japonicas*) fillets during refrigerated storage. **LWT - Food Science and Technology**, [Amsterdam], v. 59, n. 1, p. 122–129, Nov. 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0023643814002679>. Acesso em: 15 mar. 2022.
- CASTRO, F. A. F. DE. **Avaliação da composição de ácidos graxos de peixes de água doce**. 2003. 100 p. Dissertação (Mestrado em Ciência da Nutrição) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa. 2003.
- CHAIJAN, M. *et al.* Changes of pigments and color in sardine (*Sardinella gibbosa*) and mackerel (*Rastrelliger kanagurta*) muscle during iced storage. **Food Chemistry**, [Oxford], v. 93, n. 4, p. 607–617, Dec. 2005. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0308814604007812>. Acesso em: 28 set. 2022.
- CHEN, Z.; FENG, A. Differences in physicochemical quality, texture, and fractal dimensions of tilapia fillets in different specifications and partitions. **Journal of Food Processing and Preservation**, [Malden], v. 45, n. 12, p. 1–20, Dec. 2021. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jfpp.16084>. Acesso em: 23 fev. 2022.
- CHOUROT, J. M. *et al.* Technical and economical model for the freezing cost comparison of immersion, cryomechanical and air blast freezing processes. **Energy Conversion and Management**, [Kidlington], v. 44, n. 4, p. 559–571, Mar. 2003. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0196890402000717>. Acesso em: 07 mar. 2022.
- CICERO, H. H.; FURLAN, É. F.; NEIVA, C. R. P. Métodos de quantificação de nitrogênio das bases voláteis totais N-BVT em pescado por microdifusão. *In*: SIMPÓSIO DE CONTROLE DE QUALIDADE DO PESCADO, 6., 2014, Santos. **Anais eletrônicos [...]**. Santos: SIMCOPE, 2014. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/269574772_Metodos_de_quantificacao_de_nitrogenio_das_bases_volateis_totais_N-BVT_em_pescado_por_microdifusao. Acesso em: 15 mar. 2022.
- COLLA, L. M.; PRETINICE-HERNÁNDEZ, C. Congelamento e descongelamento – sua influência sobre os alimentos. **Vetor**, Rio Grande, v. 13, p. 53-66, 2003. Disponível em: <https://repositorio.furg.br/bitstream/handle/1/6803/428-742-1-PB.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 03 mar. 2022.
- COMMISSION INTERNATIONALE DE L'ECLAIRAGE. **Colorimetry**. 2nd ed. Publication CIE, No. 15.2. Vienna: Commission Internationale de l'Eclairage (CIE), 1986.

DA SILVA, A. M. N. **Estudo do índice de frescura do pescado**. 2007. 43 p. Relatório de estágio (Licenciatura em Engenharia Alimentar) - Instituto Politécnico de Beja, Escola Superior Agrária, Beja, 2007.

DIAO, Y. *et al.* Effects of immersion freezing methods on water holding capacity, ice crystals and water migration in grass carp during frozen storage **International Journal of Refrigeration**, [Oxford], v. 131, p. 581–591, Nov. 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0140700721003236>. Acesso em: 15 set. 2022.

DUTTA, M. K. *et al.* Image processing based method to assess fish quality and freshness. **Journal of Food Engineering**, [Oxford], v. 177, p. 50–58, May 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0260877415300881>. Acesso em: 07 mar. 2022.

DUUN, A. S.; RUSTAD, T. Quality of superchilled vacuum packed Atlantic salmon (*Salmo salar*) fillets stored at -1.4 and -3.6 °C. **Food Chemistry**, [Oxford], v. 106, n. 1, p. 122–131, Jan. 2008. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0308814607005109>. Acesso em: 07 mar. 2022.

EGAN, H.; KIRK, R. S.; SAWYER, R. **Pearson's chemical analysis of foods**. 8th ed. London: Churchill Livingstone, 1981. p. 345–389.

EL-SAYED, A. F. M. Alternative dietary protein sources for farmed tilapia, *Oreochromis* spp. **Aquaculture**, [Amsterdam], v. 179, n. 1–4, p. 149–168, Sept. 1999. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0044848699001593>. Acesso em: 23 fev. 2022.

EMIRE, S. A.; GEBREMARIAM, M. M. Influence of frozen period on the proximate composition and microbiological quality of Nile tilapia fish (*Oreochromis niloticus*). **Journal of Food Processing and Preservation**, [Malden], v. 34, n. 4, p. 743–757, Aug. 2010. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1745-4549.2009.00392.x>. Acesso em: 20 jan. 2022.

ERIKSON, U. *et al.* Quality of Atlantic cod frozen in cell alive system, air-blast, and cold storage freezers. **Journal of Aquatic Food Product Technology**, [Binghamton], v. 25, n. 7, p. 1001–1020, Mar. 2016. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/296623449_Quality_of_Atlantic_Cod_Frozen_in_Cell_Alive_System_Air-Blast_and_Cold_Storage_Freezers. Acesso em: 20 jan. 2022.

FELLOWS, P. J. **Tecnologia do Processamento de Alimentos: princípios e práticas**. São Paulo: Artmed, 2006.

FENG, L. *et al.* Effects of tea polyphenol coating combined with ozone water washing on the storage quality of black sea bream (*Sparus macrocephalus*). **Food Chemistry**, [Oxford], v. 135, n. 4, p. 2915–2921, Dec. 2012. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/22980890/>. Acesso em: 28 set. 2022.

FENNEMA, O. An over-all view of low temperature food preservation. **Cryobiology**, [San Diego], v. 3, n. 3, p. 197–213, Nov./Dec. 1966. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011224066800135>. Acesso em: 20 jan. 2022.

FENNEMA, O. R.; POWRIE, W. D.; MARTH, E. H. **Preservação de alimentos e matéria viva em baixa temperatura**. 1973.

FERREIRA, D. F. **Manual do sistema Sisvar para análises estatísticas**. Lavras: UFLA, 2000.

FERREIRA, J. P. *et al.* Estudo do método criogênico de congelamento de hamburguers para consumo humano. *In: JORNADA DE ENSINO, PESQUISA E EXTENSÃO*, 13., 2013, Recife. **Anais eletrônicos [...]**. Recife:UFRPE, 2013. Disponível em: <http://www.eventosufrpe.com.br/2013/cd/resumos/R1345-1.pdf>. Acesso em: 07 mar. 2022.

FOGAÇA, F. H. DOS S. *et al.* **Métodos para análise de pescados**. Terezina: EMBRAPA, 2009. 38 p .

FOGAÇA, F.; SANT'ANA, L. S. Oxidação lipídica em peixes: mecanismo de ação e prevenção. **Arquivos de Ciências Veterinárias**, [Umuarama], v. 14, n. 2, p. 117-127, set. 2009. Disponível em: <https://www.embrapa.br/en/busca-de-publicacoes/-/publicacao/884504/oxidacao-lipidica-em-peixes-mecanismo-de-acao-e-prevencao>. Acesso em: 01 out. 2022.

FOLCH, J.; LEES, M.; SLOANE-STANLEY, G. H. A simple method for the isolation and purification of total lipids from animal tissues. **Journal Biological Chemistry**, [New York], v. 226, n. 1, p. 497-509, May 1957. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/13428781/>. Acesso em: 03 abr. 2022.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **Cultured aquatic species information programme, *Oreochromis niloticus* (Linnaeus, 1758)**. Rome: FAO, 2010.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **Fishery and Aquaculture Statistics** Rome: FAO, 2016b.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **FishStatJ - Time Series Software for Fisheries and Aquaculture Statistics**. Rome: FAO, 2020b.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **O Estado da Pesca e Aquicultura Mundial**. Towards Blue Transformation. Rome: FAO, 2022.

FAO FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **The state of world fisheries and aquaculture**. Contributing to food security and nutrition for all. Rome: FAO, 2016a.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **The state of world fisheries and aquaculture**. Rome: FAO, 2014.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **The state of world fisheries and aquaculture**. Rome: FAO, 2018.

FOOD AND AQUACULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **The state of world fisheries and aquaculture**. Rome: FAO, 2020a.

GAARDER, M. Ø. *et al.* Relevance of calpain and calpastatin activity for texture in super-chilled and ice-stored atlantic salmon (*Salmo Salar* L.) fillets. **Food Chemistry**, [Oxford], v. 132, n. 1, p. 9-17, May 2012. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/26434257/>. Acesso em: 01 out. 2022.

GEORGE, R. M. Freezing systems. *In*: ERICKSON, M. C.; HUNG, Y.-C. (eds.). **Quality in frozen food**. Boston: Springer, 1997.

GIMÉNEZ, A.; ARES, F.; ARES, G. Sensory shelf-life estimation: A review of current methodological approaches. **Food Research International**, [Amsterdam], v. 49, n. 1, p. 311-325, Nov. 2012. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0963996912002517>. Acesso em: 28 fev. 2022

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

HE, Q. *et al.* Evaluation of the effects of frozen storage on the microstructure of tilapia (*Perciformes: Cichlidae*) through fractal dimension method. **LWT - Food Science and Technology**, [Amsterdam], v. 64, n. 2, p. 1283–1288, Dec. 2015. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0023643815300530>. Acesso em: 20 jan. 2022.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. **IBGE divulga os números da produção aquícola em 2021**: Piscicultura produziu 558,9 mil toneladas, com alta de apenas 0,92% frente a 2020, mas valores de venda subiram 15,8%, chegando a R\$ 4,7 bilhões. Rio de Janeiro: IBGE, 2022. Disponível em: <https://panoramadaaquicultura.com.br/ibge-divulga-os-numeros-da-producao-aquicola-em-2021/#:~:text=A%20piscicultura%20em%202021,48%25%20em%20rela%C3%A7%C3%A3o%20a%202020>. Acesso em: 28 jan. 2023.

JIANG, J. *et al.* Effects of radio frequency tempering on the texture of frozen tilapia fillets. **Foods**, [Basel], v. 10, n. 11, p. 1–16, Nov. 2021. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2304-8158/10/11/2663>. Acesso em: 28 set. 2022.

JIANG, Q. *et al.* Effect of freezing methods on quality changes of grass carp during frozen storage. **Journal of Food Process Engineering**, [Malden], v. 43, n. 11, p. 1–21, Nov. 2020. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jfpe.13539>. Acesso em: 20 jan. 2022.

JIANG, Q. *et al.* Microstructural modification and its effect on the quality attributes of frozen-thawed bigeye tuna (*Thunnus obesus*) meat during salting. **LWT - Food Science and Technology**, [Amsterdam], v. 100, p. 213–219, Feb. 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0023643818309162>. Acesso em: 03 abr. 2022.

KAMKAR, A. *et al.* Effects of mentha pulegium water extract dipping on quality and shelf life of silver carp (*Hypophthalmichthys Molitrix*) during Superchilled Storage. **Iranian Journal of Fisheries Sciences**, [Tehran], v. 13, n. 2, p. 341-353, June 2014. Disponível em: <http://jifro.ir/article-1-1506-en.html>. Acesso em: 01 out. 2022.

KHADATKAR, R. M.; KUMAR, S.; PATTANAYAK, S. C. Cryofreezing and cryofreezer. **Cryogenics**, [Oxford], v. 44, n. 9, p. 661–678, Sept. 2004. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0011227504000621>. Acesso em: 07 mar. 2022.

KINNUCAN, H. W.; NGUYEN, L.; DAS, A. Benefits of Agricultural R&D International Spillovers: The case of aquaculture. **Aquaculture**, [Amsterdam], v. 535, p. 1–19, Mar. 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S004484862034014X>. Acesso em: 23 fev 2022.

KIRSCHNIK, P. G. *et al.* Estabilidade em armazenamento da carne de tilápia-do-nilo mecanicamente separada, lavada, adicionada de conservantes e congelada. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 48, n. 8, p. 1–14, ago. 2013. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/pab/a/sLDVrvjyspWnVDvcj9Gd36J/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 20 mar. 2022.

KONG, C. *et al.* Quality changes and predictive models of radial basis function neural networks for brined common carp (*Cyprinus carpio*) fillets during frozen storage. **Food Chemistry**, [Oxford], v. 201, p. 327–333, June 2016. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/26868584/>. Acesso em: 20 jan. 2022.

LAOHABANJONG, R. *et al.* Lipid oxidation in fish meal stored under different conditions on growth, feed efficiency and hepatopancreatic cells of black tiger shrimp (*Penaeus monodon*). **Aquaculture**, [Amsterdam], v. 286, n. 3–4, p. 283–289, Jan. 2009. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0044848608007011>. Acesso em: 01 out. 2022.

LEISTNER, L. Basic aspects of food preservation by hurdle technology. **International Journal of Food Microbiology**, [Amsterdam], v. 55, n. 1–3, p. 181–186, Apr. 2000. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/10791741/>. Acesso em: 28 fev. 2022.

LEMOS, L. L. DE A. **O potencial hidrogeniônico (ph) como parâmetro indicador do uso abusivo do aditivo alimentar fosfato em pescado.** 2017. 59 p. Dissertação (Mestrado em Ciência Animal) - Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2017.

- LI, D. *et al.* The comparison of ultrasound-assisted thawing, air thawing and water immersion thawing on the quality of slow/fast freezing bighead carp (*Aristichthys nobilis*) fillets. **Food Chemistry**, [Oxford], v. 320, p. 1–16, Aug. 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0308814620304763>. Acesso em: 15 set. 2022.
- LI, L. *et al.* Effects of different color retention methods on the appearance of tilapia (*Oreochromis niloticus* × *Oreochromis aureus*) fillets. **Journal of Food Processing and Preservation**, [Malden], v. 37, n. 5, p. 503–509, Oct. 2013. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1745-4549.2012.00677.x>. Acesso em: 25 mar. 2022.
- LI, X. *et al.* The effect of temperature in the range of – 0.8 to 4 °C on lamb meat color stability. **Meat Science**, [Oxford], v. 134, p. 28–33, Dec. 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S030917401630420X>. Acesso em: 28 set. 2022.
- LIU, Q. *et al.* The influence of superchilling and cryoprotectants on protein oxidation and structural changes in the myofibrillar proteins of common carp (*Cyprinus carpio*) surimi. **LWT - Food Science and Technology**, [Amsterdam], v. 57, n. 2, p. 603–611, July 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0023643814000991>. Acesso em: 15 out. 2022.
- LUAN, L. *et al.* A study of fractal dimension as a quality indicator of hairtail (*Trichiurus haumela*) samples during frozen storage. **Scientific Reports**, [London], v. 8, n. 1, p. 1–24, Nov. 2018. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/328790186_A_study_of_fractal_dimension_as_a_quality_indicator_of_hairtail_Trichiurus_haumela_samples_during_frozen_storage. Acesso em: 28 set. 2022.
- LV, H.-B. *et al.* The individual and combined effects of hypoxia and high-fat diet feeding on nutrient composition and flesh quality in Nile tilapia (*Oreochromis niloticus*). **Food Chemistry**, [Oxford], v. 343, p. 1–17, May 2021a. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0308814620323414>. Acesso em: 28 jan. 2022.
- LV, Y. *et al.* Effects of different freezing methods on water distribution, microstructure and protein properties of cuttlefish during the frozen storage. **Applied Sciences**, [Switzerland], v. 11, n. 15, p. 1–18, July 2021b. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2076-3417/11/15/6866>. Acesso em: 22 set. 2022.
- MASNIYOM, P. Deterioration and shelf-life extension of fish and fishery products by modified atmosphere packaging. **Songklanakarin Journal of Science and Technology**, [Thailand], v. 33, n. 2, p. 181–192, Jan. 2011. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/267827004_Deterioration_and_shelf-life_extension_of_fish_and_fishery_products_by_modified_atmosphere_packaging. Acesso em: 28 fev. 2022.

METCALFE, L. D.; SCHMITZ, A. A.; PELKA, J. R. Rapid preparation of fatty acid esters from lipids for gas chromatographic analysis. **Analytical Chemistry**, [Washington], v. 38, n. 3, p. 514-515, Mar. 1966. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ac60235a044>. Acesso em: 03 abr. 2022.

MINOZZO, M. G. **Processamento e conservação do pescado**. Curitiba, 2011. 166 p. Disponível em: http://www.proedu.rnp.br/bitstream/handle/123456789/411/Processamento_e_Conservacao_do_Pescado.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Acesso em: 20 jan. 2022.

MINOZZO, M. G. **Processamento e conservação do pescado**. Curitiba, 2016. Disponível em: <http://proedu.rnp.br/handle/123456789/411?show=full>. Acesso em: 02 mar. 2022.

MIYASHITA, K.; UEMURA, M.; HOSOKAWA, M. Effective prevention of oxidative deterioration of fish oil: focus on flavor deterioration. **Annual Review of Food Science and Technology**, [Palo Alto], v. 9, p. 209–226, Mar. 2018. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/29328808/>. Acesso em: 24 mar. 2022.

MOURA, M. A. M. DE *et al.* Caracterização físico-química e de frescor de filés de tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*) oriundas da pesca extrativista no médio rio Tiête/SP, Brasil. **Boletim do Instituto da Pesca**, São Paulo, v. 35, n. 3, 2009. Disponível em: [https://www.bvs-vet.org.br/vetindex/periodicos/boletim-do-instituto-de-pesca/35-\(2009\)-3/caracterizacao-fisico-quimica-e-de-frescor-de-files-de-tilapia-do-nilo/](https://www.bvs-vet.org.br/vetindex/periodicos/boletim-do-instituto-de-pesca/35-(2009)-3/caracterizacao-fisico-quimica-e-de-frescor-de-files-de-tilapia-do-nilo/). Acesso em: 30 jul. 2022.

NAZEMROAYA, S.; SAHARI, MA; REZAEI, M. Efeito do armazenamento congelado na composição de ácidos graxos e alterações no conteúdo lipídico de *Scomberomorus commersoni* e *Carcharhinus dussumieri*. **Journal of Applied Ichthyology**, [Malden], v. 25, n. 1, p. 91-95, Feb. 2009. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1111/j.1439-0426.2008.01176.x>. Acesso em: 10 out. 2022.

NETAM, S. *et al.* Antioxidant effect of fruit peel extracts on fish steaks during refrigerated storage. **Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry**, [s.l.], v. 7, n. 3, p. 1211–1216, Apr. 2018. Disponível em: <https://www.phytojournal.com/archives/2018/vol7issue3/PartQ/7-3-54-294.pdf>. Acesso em: 20 jan. 2022.

NEVES, H. C. DA N. *et al.* Características físico-química e sensorial de tilápia nilótica (*Oreochromis niloticus*) proveniente da pesca extrativa e da criação intensiva em tanques-rede. **Revista Brasileira de Engenharia de Pesca**, [Maranhão], v. 8, n. 1, p. 84–96, abr. 2015. Disponível em: <https://ppg.revistas.uema.br/index.php/REPESCA/article/view/1096>. Acesso em: 23 fev. 2022.

OETTERER, M. *et al.* Congelamento é o melhor método para a conservação do pescado. **Visão Agrícola**, [s.l.], n. 11, p. 137–139, jul./dez. 2012. Disponível em: <https://www.esalq.usp.br/visaoagricola/sites/default/files/va11-processamento07.pdf>. Acesso em: 02 mar. 2022.

OGAWA, M.; MAIA, E. L. Química do pescado: umidade e proteína. *In*: OGAWA, M.; MAIA, E. L. **Manual de pesca: ciência e tecnologia do pescado**. São Paulo: Varela, 1999.

ORDÓÑES, J. Á. *et al.* **Tecnologia de alimentos:** alimentos de origem animal. Porto Alegre: Artmed, 2005.

PEIXE BR. **Anuário Peixe BR da piscicultura brasileira 2019.** Associação Brasileira de Piscicultura. Produção brasileira cresce 4,5% e atinge 722.560 t. São Paulo, 2019. Disponível em: <https://www.peixebr.com.br/anuario-peixe-br-da-piscicultura-2019/>. Acesso em: 22 jul. 2022.

PEIXE BR. **Anuário 2020 - Peixe BR da Piscicultura.** Associação Brasileira de Piscicultura. Produção cresce 4,9% e atinge 759.006 t em 2019. São Paulo, 2020. Disponível em: <https://www.peixebr.com.br/anuario-2020/>. Acesso em: 23 jul. 2022.

PEIXE BR. **Anuário 2021 - Peixe BR da Piscicultura.** Associação Brasileira de Piscicultura. Produção de peixes de cultivo avança 5,9% e atinge 802.930 t. São Paulo, 2021. Disponível em: <https://www.peixebr.com.br/anuario-2021/>. Acesso em: 23 jul. 2022.

PEIXE BR. **Anuário 2022 - Peixe BR da Piscicultura.** Associação Brasileira de Piscicultura. Produção brasileira de peixes de cultivo sobe 4,7% e atinge 841.005 toneladas. São Paulo, 2022. Disponível em: <https://www.peixebr.com.br/anuario2022/>. Acesso em: 29 jan. 2023.

POPMA, T. J.; PHELPS, R. P. Status report to commercial tilápia producers on monose x fingerling productions techniques. *In:* AQUICULTURA BRASIL'98, 1998, Recife. **Anais [...].** Recife: SIMBRAQ, 1998. p. 127-145.

PREGO, R. *et al.* Impact of prior high-pressure processing on lipid damage and volatile amines formation in mackerel muscle subjected to frozen storage and canning. **LWT - Food Science and Technology**, [Amsterdam], v. 135, p. 1–14, Jan. 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0023643820309464>. Acesso em: 28 fev. 2022.

PRENTICE-HERNÁNDEZ, C.; SAINZ, R.L. Estudo Tecnológico para desenvolvimento de produto minimamente processado à base de carpa-capim (*Ctenopharyngodon idella*). **Journal of Bioenergy and Food Science**, [s.l.], v. 2, n. 3, p. 129-136, 2015. Disponível em: <https://www.citefactor.org/article/index/64534/estudo-tecnologico-para-desenvolvimento-de-produto-minimamente-processado-base-de-carpa-capim-ctenopharyngodon-idella#.ZGK1tvkrLIV>. Acesso em: 01 out. 2022.

QIAN, P. *et al.* Effect of cryogenic immersion freezing on quality changes of vacuum-packed bighead carp (*Aristichthys nobilis*) during frozen storage. **Journal of Food Processing and Preservation**, [Malden], v. 42, n. 6, p. 535–546, June 2018. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jfpp.13640>. Acesso em: 03 abr. 2022.

QIU, X.; CHEN, S.; DONG, S. Effects of silver carp antioxidant peptide on the lipid oxidation of sierra fish fillets (*Scomberomorus Nipponius*) during frozen storage. **Journal of Food Biochemistry**, [Malden], v. 38, n. 2, p. 167–174, July 2013. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jfbc.12035>. Acesso em: 01 out. 2022.

RAHMAN, M. S.; VELEZ-RUIZ, J. F. **Food preservation by freezing.** Handbook of Food Preservation. New York: CRC Press, 1999. p. 259-284.

ROÇA, R. DE O. Velocidade da congelação. *In: Congelação*. 2010. p. 1–12.

RODEZNO, L. A. E. *et al.* Cryogenic and air blast freezing techniques and their effect on the quality of catfish fillets. **LWT - Food Science and Technology**, [Amsterdam], v. 54, n. 2, p. 377–382, Dec. 2013. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0023643813002557>. Acesso em: 03 mar. 2022.

RONG, C. *et al.* Microbiological, chemical and sensory assessment of (I) whole ungutted, (II) whole gutted and (III) filleted tilapia (*Oreochromis niloticus*) during refrigerated storage. **International Journal of Food Science & Technology**, [Malden], v. 44, n. 11, p. 2243–2248, Nov. 2009. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1365-2621.2009.02065.x>. Acesso em: 28 set. 2022.

SANTOS, E. C. B. **Métodos de abate e qualidade da tilápia do Nilo**. 2013. 100 p. Tese (Doutorado em Aquicultura) - Centro de Aquicultura, Universidade Estadual Paulista, Jaboticabal, 2013.

SARTORI, A. G. DE O.; AMANCIO, R. D. Pescado: importância nutricional e consumo no Brasil. **Segurança Alimentar e Nutricional**, Campinas, v. 19, n. 2, p. 83–93, fev. 2012. Disponível em: <https://periodicos.sbu.unicamp.br/ojs/index.php/san/article/view/8634613>. Acesso em: 25 jan. 2022.

SEAFOOD BRASIL. **V Anuário - Seafood Brasil # 30**. 2019. Disponível em: <https://www.seafoodbrasil.com.br/revista/seafood-brasil-30-5th-yearbook-5-anuario>. Acesso em: 28 jan. 2022.

SENA, D. N.; OLIVEIRA, A. F. R. Avaliação da composição centesimal de peixes comercializados em supermercados de Fortaleza-CE. *In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA*, 20., 2015. **Anais [...]**. 2015. p. 4850–4855.

SEQUEIRA-MUNOZ, A. *et al.* Effect of pressure-shift freezing versus air-blast freezing of carp (*Cyprinus carpio*) fillets: A storage study. **Journal of Food Biochemistry**, [Malden], v. 29, n. 5, p. 504–516, Oct. 2005. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1745-4514.2005.00034.x>. Acesso em: 01 out. 2022.

SHAO, F. *et al.* The effects of polyphenols on fresh quality and the mechanism of partial freezing of tilapia fillets. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, [Chichester], v. 102, n. 13, p. 6014–6023, Apr. 2022. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/jsfa.11954>. Acesso em: 28 set. 2022.

SHI, Z. *et al.* The effects of ultrasonic treatment on the freezing rate, physicochemical quality, and microstructure of the back muscle of grass carp (*Ctenopharyngodon idella*). **LWT - Food Science and Technology**, [Amsterdam], v. 111, p. 301–308, Aug. 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0023643819303834>. Acesso em: 15 set. 2022.

- SIDONIO, L. *et al.* **Panorama da aquicultura no Brasil: desafios e oportunidades.** Agroindústria, BNDES Setorial 35, 2012. p. 421–463. Disponível em: https://web.bndes.gov.br/bib/jspui/bitstream/1408/1524/1/A%20Set.35_Panorama%20da%20aquicultura%20no%20Brasil_P.pdf. Acesso em: 23 fev. 2022.
- SILVA, A. M. DE M.; GONÇALVES, A. A. Effect of aqueous ozone on microbial and physicochemical quality of Nile tilapia processing. **Journal of Food Processing and Preservation**, [Malden], v. 41, n. 6, Dec. 2017. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jfpp.13298>. Acesso em: 28 set. 2022.
- SIMÕES, M. R. *et al.* Composição físico-química, microbiológica e rendimento do filé de tilápia tailandesa (*Oreochromis niloticus*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 27, n. 3, p. 608–613, jul./set. 2007. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cta/a/M4K7968WpH5Qz3qfvnsvyFC/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 20 jan. 2022.
- SOARES, K. M. DE P.; GONÇALVES, A. A. Qualidade e segurança. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, São Paulo, v. 71, n. 1, p. 131–149, jan. 2012. Disponível em: <https://periodicos.saude.sp.gov.br/RIAL/article/view/32384>. Acesso em: 28 fev. 2022.
- SOARES, V. F. M. *et al.* Teores de histamina e qualidade físico-química e sensorial de filé de peixe congelado. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 18, n. 4, p. 462–470, out. 1998. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cta/a/C3hGKy5mppQ6jz9cdmSFp8B/?lang=pt>. Acesso em: 20 mar. 2022.
- SOHN, J.-H. *et al.* Lipid oxidations in ordinary and dark muscles of fish: Influences on rancid off-odor development and color darkening of yellowtail flesh during ice storage. **Journal of Food Science**, [Malden], v. 70, n. 7, p. s490-s496, May 2005. Disponível em: <https://ift.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1365-2621.2005.tb11497.x>. Acesso em: 01 out. 2022.
- SONODA, S. Y.; SHIROTA, R. Consumo de pescado no Brasil fica abaixo da média internacional. **Visão Agrícola**, [s.l.], v. 11, p. 145–147, jul./dez. 2012. Disponível em: <https://www.esalq.usp.br/visaoagricola/sites/default/files/va11-mercado-e-consumo01.pdf>. Acesso em: 23 fev. 2022.
- SOUZA, M. L. R. DE. Comparação de seis métodos de filetagem, em relação ao rendimento de filé e de subprodutos do processamento da tilápia-do-Nilo (*Oreochromis niloticus*). **Revista Brasileira de Zootecnia**, Viçosa, v. 31, n. 3, p. 1076–1084, jun. 2002. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rbz/a/NS6WVwjG9ZMpn5MgzxwyNPq/>. Acesso em: 23 fev. 2022.
- SUBBAIAH, K. *et al.* Protein degradation and instrumental textural changes in fresh Nile Tilapia (*Oreochromis niloticus*) during frozen storage. **Journal of Food Processing and Preservation**, [Malden], v. 39, n. 6, p. 2206–2214, Mar. 2015. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jfpp.12465>. Acesso em: 28 set. 2022.

SZABO, A. *et al.* Incorporation dynamics of dietary vegetable oil fatty acids into the triacylglycerols and phospholipids of tilapia (*Oreochromis niloticus*) tissues (fillet, liver, visceral fat and gonads). **Aquaculture Nutrition**, [Malden], v. 17, n. 2, p. e132-e147, Mar. 2011. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1365-2095.2009.00743.x>. Acesso em: 10 out. 2022.

TAO, Y. *et al.* Proteomics analysis to investigate the effect of oxidized protein on meat color and water holding capacity in Tan mutton under low temperature storage. **LWT - Food Science and Technology**, [Amsterdam], v. 146, July 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S002364382100582X>. Acesso em: 02 mar. 2022.

TEIXEIRA, L. C.; GARCIA, P. P. C. Qualidade do pescado: captura, conservação e contaminação. **Acta de Ciências e Saúde**, Taguatinga Sul, v. 1, n.2, p. 62-76, 2014. Disponível em: <https://www2.ls.edu.br/actacs/index.php/ACTA/article/view/88>. Acesso em: 02 mar. 2022.

TEODORO, A. J.; ANDRADE, É. C. B. DE; MANO, S. B. Avaliação da utilização de embalagem em atmosfera modificada sobre a conservação de sardinhas (*Sardinella brasiliensis*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 27, n. 1, p. 158–161, Mar. 2007. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cta/a/TjVGjZwphvBwXMV4MsnGmWp/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 15 mar. 2022.

TOLSTOREBROV, I.; EIKEVIK, T. M.; BANTLE, M. Effect of low and ultra-low temperature applications during freezing and frozen storage on quality parameters for fish. **International Journal of Refrigeration**, [Oxford], v. 63, p. 37–47, Mar. 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0140700715003436>. Acesso em: 03 mar. 2022.

TOMCZAK-WANDZEL, R.; ARCTANDER, E.; WANDZEL, T. **BAT in fish processing industry**. Nordic perspective. Copenhagen: Nordisk Ministerrad, 2015.

TROLLER, J.; CHRISTIAN, J. H. B. **Water activity and food**. Amsterdã: Elsevier, 2012.

TSIRONI, T.; HOUHOULA, D.; TAOUKIS, P. Hurdle technology for fish preservation. **Aquaculture and Fisheries**, [Netherlands], v. 5, n. 2, p. 65-71, Mar. 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2468550X20300186>. Acesso em: 02 mar. 2022.

VACHA, F. *et al.* Impact of long-term storage on the instrumental textural properties of frozen common carp (*Cyprinus carpio*, L.) flesh. **International Journal of Food Properties**, [Philadelphia], v. 16, n. 2, p. 241-250, Jan. 2013. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/10942912.2010.551309>. Acesso em: 15 out. 2022.

VANHAECKE, L.; VERBEKE, W.; DE BRABANDER, H. F. Glazing of frozen fish: Analytical and economic challenges. **Analytica Chimica Acta**, [Amsterdam], v. 672, n. 1–2, p. 40–44, July 2010. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/20579487/>. Acesso em: 02 mar. 2022.

VASCONCELOS, M. A. DA S.; MELO, F. A. B. DE. **Conservação de alimentos**. 2010.

VIANA, F. M. *et al.* Instrumental color and oxidative stability of light and dark muscles of Nile tilapia. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 50, n. 11, p. 1-15, Aug. 2020. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cr/a/H7pkkynyh8s3LPJ44ZPdzyM/?lang=en>. Acesso em: 10 out. 2022.

VYNCKE, W. Direct determination of the thiobarbituric acid value in trichloroacetic acid extracts of fish as a measure of oxidative rancidity. **Fette, Seifen, Anstrichmittel**, [s.l.], v. 72, n. 12, p. 1084-1087, Jan. 1970. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/lipi.19700721218>. Acesso em: 03 abr. 2022.

WANG, H.; SHI, W.; WANG, X. Effects of different thawing methods on microstructure and the biochemical properties of tilapia (*Oreochromis niloticus*) fillets during frozen storage. **International Journal of Food Science and Technology**, [Malden], v. 57, n. 1, p. 224–234, Jan. 2022a. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/ijfs.15226>. Acesso em: 23 fev. 2022.

WANG, J. *et al.* Effects of extremely low frequency pulsed electric field (ELF-PEF) on the quality and microstructure of tilapia during cold storage. **LWT - Food Science and Technology**, [Amsterdam], v. 169, Nov. 2022b. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0023643822008726>. Acesso em: 15 dez. 2022.

WEI, H. *et al.* Effect of magnetic field-assisted freezing on water migration, fractal dimension, texture, and other quality changes in tilapia. **Journal of Food Processing and Preservation**, [Malden], v. 45, n. 11, p. 535–546, Sept. 2021. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jfpp.15940>. Acesso em: 20 jan. 2022.

XU, B.-G. *et al.* Effect of ultrasound immersion freezing on the quality attributes and water distributions of wrapped red radish. **Food and Bioprocess Technology**, [New York], v. 8, n. 6, p. 1366–1376, June 2015. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11947-015-1496-x>. Acesso em: 15 set. 2022.

XU, Y. *et al.* Effects of freezing method on water distribution, microstructure, and taste active compounds of frozen channel catfish (*Ictalurus punctatus*). **Journal of Food Process Engineering**, [Malden], v. 42, n. 1, Jan. 2019. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jfpe.12937>. Acesso em: 20 jan. 2022.

YU, A.-C.; LIAO, H.-J. Evaluation of three-step pretreatment combined with air blast or cryomechanical freezing in improving the quality of frozen strawberries (*Fragaria×ananassa* Duch. cv. Harunoka). **International Journal of Food Engineering**, [Berkeley], v. 12, n. 2, p. 153–163, Mar. 2016. Disponível em: <https://www.degruyter.com/document/doi/10.1515/ijfe-2015-0160/html>. Acesso em: 07 mar. 2022.

YUDUAN, D. *et al.* Effect of immersion freezing with the edible medium on protein structure, chemical bonding and particle size in grass carp (*Ctenopharyngodon idellus*) during frozen storage. **International Journal of Food Science & Technology**, [Malden], v. 57, n. 9, p. 6201-6210, July 2022. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/ijfs.15957>. Acesso em: 12 nov. 2022.

ZHAO, Y. *et al.* Chemical, microbiological, color and textural changes in Nile Tilapia (*Oreochromis niloticus*) fillets sterilized by ozonated water pretreatment during frozen storage. **Journal of Food Processing and Preservation**, [Malden], v. 41, n. 1, Apr. 2016. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jfpp.12746>. Acesso em: 15 out. 2022.

APÊNDICE

APÊNDICE A – Quadro de Análise de Variância (ANOVA)

Tabela 1 - Análise de variância de pH durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	3	0.012813	0.004271	0.560	0.6438
TEMPO	3	0.224212	0.074737	9.804	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	9	0.023650	0.002628	0.345	0.9549
erro	48	0.365900	0.007623		
Total corrigido	63	0.626575			
CV (%) =	1.53				
Média geral:	5.7018750	Número de observações:	64		

Tabela 2 - Análise de variância de cor (L*) durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	3	2.333292	0.777764	0.138	0.9369
TEMPO	3	327.843280	109.281093	19.421	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	9	16.886814	1.876313	0.333	0.9594
erro	48	270.087375	5.626820		
Total corrigido	63	617.150761			
CV (%) =	4.42				
Média geral:	53.6557813	Número de observações:	64		

Tabela 3 - Análise de variância de cor (a*) durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	3	15.841892	5.280631	2.724	0.0544
TEMPO	3	71.999455	23.999818	12.382	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	9	9.797452	1.088606	0.562	0.8213
erro	48	93.039875	1.938331		
Total corrigido	63	190.678673			
CV (%) =	237.42				
Média geral:	0.5864063	Número de observações:	64		

Tabela 4 - Análise de variância de cor (b*) durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	3	47.425480	15.808493	12.476	0.0000
TEMPO	3	375.462980	125.154327	98.767	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	9	7.460714	0.828968	0.654	0.7452
erro	48	60.823775	1.267162		
Total corrigido	63	491.172948			
CV (%) =	11.27				
Média geral:	9.9923438	Número de observações:	64		

Tabela 5 - Análise de variância de BNV-T durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	3	201.972213	67.324071	47.478	0.0000
TEMPO	3	5444.483162	1814.827721	1279.842	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	9	25.710950	2.856772	2.015	0.0580
erro	48	68.064450	1.418009		
Total corrigido	63	5740.230775			
CV (%) =	5.42				
Média geral:	21.9818750	Número de observações:	64		

Tabela 6 - Análise de variância de TBARS durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	3	0.489688	0.163229	455.523	0.0000
TEMPO	3	1.838287	0.612762	1710.035	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	9	0.044725	0.004969	13.868	0.0000
erro	48	0.017200	0.000358		
Total corrigido	63	2.389900			
CV (%) =	3.28				
Média geral:	0.5762500	Número de observações:	64		

Tabela 7 - Análise de variância de Coesividadedurante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	3	0.038630	0.012877	5.874	0.0017
TEMPO	3	0.016430	0.005477	2.498	0.0708
TRATAMENTO*TEMPO	9	0.015977	0.001775	0.810	0.6095
erro	48	0.105225	0.002192		
Total corrigido	63	0.176261			
CV (%) =	13.80				
Média geral:	0.3392188	Número de observações:	64		

Tabela 8 - Análise de variância de Dureza durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	3	6736109.896588	2245369.965529	11.508	0.0000
TEMPO	3	7149014.752538	2383004.917513	12.213	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	9	2663441.624550	295937.958283	1.517	0.1693
erro	48	9365671.139300	195118.148735		
Total corrigido	63	25914237.412975			
CV (%) =	19.29				
Média geral:	2289.4218750	Número de observações:	64		

Tabela 9 - Análise de variância de Elasticidade durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	3	0.040242	0.013414	1.333	0.2745
TEMPO	3	0.066642	0.022214	2.208	0.0992
TRATAMENTO*TEMPO	9	0.123277	0.013697	1.362	0.2319
erro	48	0.482875	0.010060		
Total corrigido	63	0.713036			
CV (%) =	22.39				
Média geral:	0.4479688	Número de observações:	64		

Tabela 10 - Análise de variância de Gomosidade durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	3	355653.369181	118551.123060	5.917	0.0016
TEMPO	3	552521.385369	184173.795123	9.192	0.0001
TRATAMENTO*TEMPO	9	303418.883844	33713.209316	1.683	0.1194
erro	48	961772.951900	20036.936498		
Total corrigido	63	2173366.590294			
CV (%) =	18.72				
Média geral:	756.0928125	Número de observações:	64		

Tabela 11 - Análise de variância de mastigabilidade durante o tempo de armazenamento dos diferentes métodos de congelamento.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	3	66917.930530	22305.976843	2.489	0.0715
TEMPO	3	255229.814580	85076.604860	9.495	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	9	121937.616252	13548.624028	1.512	0.1709
erro	48	430088.728475	8960.181843		
Total corrigido	63	874174.089836			
CV (%) =	28.04				
Média geral:	337.5679687	Número de observações:	64		