



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ**  
**INSTITUTO DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS- GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE**  
**ALIMENTOS (PPGCTA)**

**CLEIDIANE DA SILVA ARAUJO MATIAS**

**FERRAMENTAS ESTATÍSTICAS APLICADAS NOS DIFERENTES**  
**MÉTODOS DE SECAGEM DE GELATINA DE PEIXE E NO**  
**DESENVOLVIMENTO DE BALA DE GOMA COMESTÍVEL**

**BELÉM- PA**

**2021**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ**  
**INSTITUTO DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE**  
**ALIMENTOS (PPGCTA)**

**CLEIDIANE DA SILVA ARAUJO MATIAS**

**FERRAMENTAS ESTATÍSTICAS APLICADAS NOS DIFERENTES**  
**MÉTODOS DE SECAGEM DE GELATINA DE PEIXE E NO**  
**DESENVOLVIMENTO DE BALA DE GOMA COMESTÍVEL**

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Pará, como requisito para a obtenção do Título de Doutor em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

**Orientadora:** Prof<sup>a</sup>. Dra. Lúcia de Fátima Henriques Lourenço.

**Co-Orientador:** Dr. José de Arimateia Rodrigues do Rego

**BELÉM- PA**

**2021**

CLEIDIANE DA SILVA ARAÚJO MATIAS

**FERRAMENTAS ESTATÍSTICAS APLICADAS NOS DIFERENTES  
MÉTODOS DE SECAGEM DE GELATINA DE PEIXE E NO  
DESENVOLVIMENTO DE BALA DE GOMA COMESTÍVEL**

Data de Avaliação: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

Nota: \_\_\_\_\_ Conceito: \_\_\_\_\_

**BANCA EXAMINADORA**

---

Lúcia de Fátima Henriques Lourenço  
(FEA/ITEC/UFPA – Orientadora)

---

José de Arimateia Rodrigues do Rego  
(PPGQ/UFPA – Co-Orientador)

---

Maria Regia Sarkis Peixoto Joele  
(IFPA/Campus Castanhal – Membro interno)

---

Raul Nunes de Carvalho Junior  
(FEA/ITEC/UFPA – Membro interno)

---

Elen Vanessa Costa da Silva  
(UEPA/ Campus Castanhal – Membro externo)

---

Suezilde da Conceição Amaral Ribeiro  
(PPGCA/CCNT/UEPA – Membro externo)

---

Antonio Manoel da Cruz Rodrigues  
(FEA/ITEC/UFPA – Suplente interno)

---

Eder Augusto Furtado Araujo  
(FEA/ITEC/UFPA – Suplente externo)

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com SBD  
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará  
Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)**

---

D111f da Silva Araujo Matias, Cleidiane.  
Ferramentas estatísticas aplicadas nos diferentes métodos de secagem de gelatina de peixe e no desenvolvimento de bala de goma comestível / Cleidiane da Silva Araujo Matias. — 2021.  
157 f.: il. color.

Orientador(a): Prof<sup>ª</sup>. Dra. Lúcia de Fátima Henriques Lourenço  
Coorientação: Prof<sup>ª</sup>. Dra. José de Arimateia Rodrigues do Rego  
Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Pará, Instituto de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Belém, 2021.

1. Gelatina de peixe. 2. Secagem. 3. Planejamento experimental. 4. Otimização. 5. Bala de goma. I. Título.

CDD 664.0284

---

À minha família.  
Com amor dedico.

“Fiz a escalada da montanha da vida  
removendo pedras e plantando  
flores.”

Cora Coralina

## AGRADECIMENTOS

À Deus e a Nossa Senhora do Perpétuo Socorro, por iluminar minha mente todas as vezes que pedi e pela proteção sempre.

À minha orientadora, Professora Dra. Lucia Lourenço, pela orientação, paciência, críticas construtivas, conselhos, amizade e a oportunidade de trabalhar ao seu lado. Obrigada pela sua grande contribuição para o meu crescimento como pesquisadora, desde os tempos de iniciação em científica. Eternamente grata por todo o apoio.

À minha orientadora de coração, Profa. Dra. Regina Joele Peixoto, pela confiança, sugestões, críticas construtivas e correção dos manuscritos. Muito obrigada!

Ao meu co-orientador, Dr. José Rego, pelo incentivo, compreensão e por sempre me receber para conversar de temas para os projetos.

À Profa. Dra Luiza Meller, por permitir utilizar o equipamento do laboratório Laboratório de Processos de Secagem.

Ao Prof. Dr. Eder Araujo, Profa. Dra. Suezilde Ribeiro e ao MSc. Rogério Vieira, pela ajuda e sugestões que engrandeceram este trabalho, principalmente na estatística.

À todos os professores da Pós-Graduação por compartilhar seus conhecimentos.

Agradeço aos membros da banca examinadora, pelo interesse, disponibilidade e contribuições.

À minha família, que estão sempre ao meu lado, em especial minha mãe, por sonhar este sonho junto comigo. Aos meus tios Paulo Diniz e Francisca pelo o amor, carinho e incentivo. Ao meu Bem, Cláudio Matias, pelo amor, cumplicidade e a extrema paciência. A minha riqueza, Liah Di Cássia, razão de todo meu esforço. Ao meu avô Pedro Muniz (*in memoriam*) por ter me ensinado os valores da vida. Ao Bob, por proporcionar muitas alegrias.

Aos meus irmãos, Cristiane, Rosiane, Luciane e Cristiano, pelo apoio, carinho e compreensão. Amo vocês!

Às minhas amigas, em especial a Dra. Jáira Batista, Heloisa Quitério e Milena Passos pela amizade verdadeira, incentivo e apoio nas horas difíceis.

Às professoras Dra. Natacia Silva e Elen Vanessa Silva da Universidade do Estado do Pará, pela amizade, companheirismo e apoio. Admiro muito a história de vida de vocês.

Ao meu amigo Dr. Enrique Pino-Hernández, por sua disponibilidade em me ajudar e pelos pertinentes conselhos dados sempre que o procurei. A convivência como você foi extremamente agradável.

Aos colegas do Laboratório de Produtos de Origem Animal (LaPOA), obrigada pelo suporte, amizade e companheirismo.

Aos colegas dos laboratórios do programa que tornaram possível a realização das análises. Obrigada a todos!

Ao técnico Mário Carneiro, pelo suporte técnico nas análises de físico-químicas, além das boas conversas e risadas.

Muito obrigada aos membros do Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos (PPGCTA-UFGA) pelo suporte. Seus ensinamentos foram muitos e certamente contribuíram positivamente para a minha formação. A secretária Hadriane Pombo, pelo pronto atendimento sempre que solicitada.

Agradeço também à Finep e às redes Bionama e Labnano-Amazon/UFGA, com destaque ao Prof. Dr. Waldeci Paraguassu, pelo apoio nas análises do presente trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPQ) pelo apoio financeiro.

Muitíssimo obrigada!



## RESUMO

A gelatina de peles de peixe é um produto do colágeno parcialmente desnaturado pelo calor, com grande potencial para aplicação em diversas áreas da indústria e dessa forma a utilização desse biomaterial agregará valor aos resíduos oriundos da indústria de pesca e contribuirá para redução dos impactos ambientais. Os objetivos desse estudo foram: a) otimizar os métodos de secagem por convecção forçada de ar quente e combinado com radiação infravermelha de gelatina extraída de peles de peixe, utilizando planejamento fracionário e delineamento composto central rotacional; b) verificar o efeito dos diferentes métodos de secagem (liofilização, convecção forçada de ar quente, método combinado, radiação infravermelha e refractance window) nas propriedades tecnológicas, funcionais, estruturais, térmicas e reológicas da gelatina, avaliados por ANOVA e análise de componentes principais; e c) elaborar bala de goma utilizando gelatina de peixe, amido de mandioca e cupuaçu em pó, por meio de planejamento de mistura. De acordo com os resultados obtidos, a função desejabilidade mostrou que 59,14° C por 12,35 h foi a condição mais eficaz para a secagem por convecção de ar quente e para o processo combinado, a região otimizada foi temperatura infravermelha e tempo de 70° C/2h com tempo/temperatura da estufa de 3,51 h a 70° C. Em relação a avaliação dos cinco métodos de secagem, os resultados foram que a análise de componentes principais explicou variação acumulada de 99,87% dos dados e que a liofilização foi o método que proporcionou melhor preservação das propriedades da gelatina, apesar de que a secagem convectiva e refractance window também apresentaram bons resultados demonstrando serem técnicas com grande potencial para a produção de gelatina. A função desejabilidade definiu as melhores condições para elaboração da bala de goma, em 25% de gelatina de peixe, 15% de amido de mandioca e 7% de cupuaçu em pó. Portanto, a relevância do controle das variáveis dos métodos de secagem como estratégia para a produção de biomateriais com composição bioquímica padronizada é de grande interesse, para obter propriedades físicas, tecnológicas e funcionais desejáveis necessárias para as diferentes aplicações da gelatina. Além disso, o estudo sugere que existe um grande potencial na utilização gelatina de peixe associado com o uso do amido de mandioca e cupuaçu na preparação de bala de goma de confeitaria, fornecendo melhores propriedades tecnológicas e funcionais do produto final.

**Palavras-chave:** Gelatina de peixe, secagem, planejamento experimental, otimização, Bala de goma

## ABSTRACT

Fish skin gelatin is a collagen product partially denatured by heat, with great potential for application in several areas of industry and thus the use of this biomaterial will add value to waste from the fishing industry and will contribute to reducing environmental impacts. The objectives of this study were: a) to optimize the drying methods by forced convection of hot air and combined with infrared radiation of gelatin extracted from fish skins, using fractional planning and rotational central composite design; b) verify the effect of different drying methods (freeze-drying, forced hot air convection, combined method, infrared radiation and refractance window) on the technological, functional, structural, thermal and rheological properties of gelatin, evaluated by ANOVA and principal component analysis; and c) prepare gummy candy using fish gelatin, cassava starch and powdered cupuaçu, through mixing planning. According to the results obtained, the desirability function showed that 59.14 °C for 12.35 h was the most effective condition for hot air convection drying and for the combined process, the optimized region was infrared temperature and drying time. 70 °C/2h with oven time/temperature of 3.51h at 70 °C. Regarding the evaluation of the five drying methods, the results were that the principal component analysis explained the accumulated variation of 99.87% of the data and that lyophilization was the method that provided the best preservation of gelatin properties, although drying convective and refractance window also showed good results, demonstrating that they are techniques with great potential for the production of gelatin. The desirability function defined the best conditions for the elaboration of the gum, in 25% of fish gelatin, 15% of cassava starch and 7% of cupuaçu powder. Therefore, the relevance of controlling the variables of the drying methods as a strategy for the production of biomaterials with standardized biochemical composition is of great interest, to obtain desirable physical, technological and functional properties necessary for the different applications of gelatin. In addition, the study suggests that there is great potential in the use of fish gelatin associated with the use of cassava and cupuaçu starch in the preparation of confectionery gum, providing better technological and functional properties of the final product.

**Key words:** Fish gelatin, drying, experimental design, optimization, gummy candy

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura</b>	<b>Página</b>
<b>CAPÍTULO I</b>	
<b>Figura 1.</b> Processo de formação, organização e estrutura de colágeno.....	<b>25</b>
<b>CAPÍTULO II</b>	
<b>Figura 1.</b> Superfície de resposta e curva de nível para força do gel (A), umidade (B) e atividade de água (C) relacionando tempo e temperatura da estufa na secagem da gelatina pelo processo convectivo.....	<b>79</b>
<b>Figura 2.</b> Perfis de Desejabilidade para tempo e temperatura da estufa na secagem da gelatina para o processo de secagem convectivo.....	<b>82</b>
<b>Figura 3.</b> Superfície de resposta para força do gel (A), umidade (B) e atividade de água (C) relacionando tempo da estufa, temperatura da estufa e temperatura do infravermelho na secagem da gelatina pelo processo combinado.....	<b>86</b>
<b>Figura 4.</b> Perfis de Desejabilidade para tempo, temperatura da estufa e temperatura do infravermelho para o processo de secagem combinado.....	<b>87</b>
<b>CAPÍTULO III</b>	
<b>Figura 1.</b> Representação esquemática do processo de secagem por Refractance Window.....	<b>104</b>
<b>Figura 2.</b> Cor das gelatinas nos diferentes métodos de secagem.....	<b>112</b>
<b>Figura 3.</b> (A) Análise de Componentes Principais na projeção dos parâmetros físico-químicos tecnológicos e funcionais das gelatinas. (B) Dendograma de similaridade (considerando o valor até 0,5 como significativo). (C) Correlograma de estimativa dos coeficientes de correlação de Pearson.....	<b>113</b>
<b>Figura 4.</b> Espectros de absorção na região do infravermelho das gelatinas desidratadas por diferentes métodos de secagem.....	<b>117</b>
<b>Figura 5.</b> Difratograma dos experimentos de secagem.....	<b>118</b>
<b>Figura 6.</b> Curvas termogravimétricas (TG e DTG) dos experimentos de secagem das gelatinas.....	<b>119</b>

<b>Figura 7.</b> (A): Curvas de tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de cisalhamento. B: Curvas de viscosidade aparente <i>versus</i> taxa de cisalhamento.....	<b>120</b>
---	------------

#### **CAPÍTULO IV**

<b>Figura 1.</b> Diagrama de Pareto para dureza.....	<b>138</b>
<b>Figura 2.</b> Curvas de contorno obtidas pelo modelo experimental em termos de pseudocomponentes da resposta dureza.....	<b>139</b>
<b>Figura 3.</b> Diagrama de Pareto para Adesividade.....	<b>140</b>
<b>Figura 4.</b> Curvas de contorno obtidas pelo modelo experimental em termos de pseudocomponentes da resposta adesividade.....	<b>140</b>
<b>Figura 5.</b> Perfis de desejabilidade para as concentrações de gelatina de peixe, amido de mandioca e cupuaçu em pó na obtenção de bala de goma.....	<b>141</b>

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela</b>	<b>Página</b>
<b>CAPÍTULO II</b>	
<b>Tabela 1.</b> Definição dos níveis das duas variáveis estudadas na secagem convectiva da gelatina.....	<b>71</b>
<b>Tabela 2.</b> Definição dos níveis das quatro variáveis estudadas na secagem combinada da gelatina.....	<b>74</b>
<b>Tabela 3.</b> Definição dos níveis das variáveis estudadas na secagem combinada....	<b>74</b>
<b>Tabela 4.</b> Análise de variância e modelo da força do gel, umidade e atividade de água das variáveis independentes, teste F e $R^2$ .....	<b>77</b>
<b>Tabela 5.</b> Contrastes estimados das variáveis, coeficiente t e significância estatística no planejamento fracionário.....	<b>83</b>
<b>Tabela 6.</b> Análise de variância e modelo da força do gel, umidade e atividade de água das variáveis independentes, teste F e $R^2$ do processo combinado.....	<b>84</b>
<b>Tabela 7.</b> Caracterização dos produtos finais obtidos por secagem convectiva e combinada.....	<b>88</b>
<b>CAPÍTULO III</b>	
<b>Tabela 1.</b> Caracterização física, química, tecnológica, rendimento e funcional das gelatinas desidratadas por diferentes métodos.....	<b>108</b>
<b>CAPÍTULO IV</b>	
<b>Tabela 1.</b> Proporções mínimas e máximas estabelecidas para a produção de balas de goma.....	<b>135</b>
<b>Tabela 2.</b> Planejamento experimental de misturas em valores reais e de pseudocomponentes para a elaboração da bala de goma.....	<b>135</b>
<b>Tabela 3.</b> Resultados experimentais para otimização do processo de obtenção de balas de gelatina.....	<b>137</b>
<b>Tabela 4.</b> Modelos de regressão ajustados, coeficientes de regressão ( $R^2$ ) para dureza e adesividade das balas experimentais a base de gelatina de peixe, amido de mandioca e cupuaçu em pó, em função das variáveis GP (x), AM (y) e CP (z)...	<b>137</b>
<b>APÊNDICES</b>	
<b>Tabela A.1.</b> Resultados experimentais de otimização de secagem convectiva 2 <sup>2</sup> .....	<b>149</b>

<b>Tabela A.2.</b> Planejamento fatorial fracionário ( $2^{4-1}$ ) com valores codificados e reais do método combinado.....	<b>149</b>
<b>Tabela A.3.</b> Resultados experimentais de otimização da secagem do método combinado $2^3$ .....	<b>150</b>
<b>Tabela B.1.</b> Coeficientes de correlação de <i>Pearson</i> para as propriedades físicas, tecnológicas e funcionais das gelatinas desidratadas por diferentes métodos de secagem.....	<b>151</b>

## SUMÁRIO

<b>ESTRUTURA DA TESE.....</b>	<b>xviii</b>
<b>1. INTRODUÇÃO GERAL.....</b>	<b>19</b>
<b>2. OBJETIVOS .....</b>	<b>21</b>
2.1. OBJETIVO GERAL.....	21
2.2. OBJETIVOS ESPECIFICOS.....	21
<b>CAPÍTULO I</b>	
<b>3. REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>23</b>
3.1. SUBPRODUTOS DA INDUSTRIALIZAÇÃO DE PEIXE.....	23
3.2. COLÁGENO.....	24
<b>3.2.1. Estrutura molecular e composição de aminoácidos</b>	<b>24</b>
<b>3.2.2. Fontes.....</b>	<b>26</b>
<b>3.2.3. Aplicações.....</b>	<b>26</b>
3.3. GELATINA.....	27
<b>3.3.1. Estrutura e composição de aminoácidos.....</b>	<b>27</b>
<b>3.3.2. Processo de extração de gelatina.....</b>	<b>28</b>
<b>3.3.3. Gelatina de peixe.....</b>	<b>29</b>
<b>3.3.4. Parâmetros de qualidade da gelatina.....</b>	<b>30</b>
<b>3.3.5. Aplicações.....</b>	<b>34</b>
3.4. MÉTODOS DE SECAGEM .....	35
<b>3.4.1. Secagem por liofilização.....</b>	<b>35</b>
<b>3.4.2. Secagem por convecção de ar quente.....</b>	<b>36</b>
<b>3.4.3. Secagem por radiação infravermelha e combinada com convecção de ar quente.....</b>	<b>37</b>
<b>3.4.4. Secagem por refractance window.....</b>	<b>39</b>
3.5. BALA DE GOMA COMESTÍVEL.....	40
<b>3.5.1. Bala comestível de gelatina de gelatina de peixe.....</b>	<b>40</b>
<b>3.5.2. Processamento de balas.....</b>	<b>41</b>
<b>3.5.3. Parâmetros de qualidade de balas.....</b>	<b>41</b>
<b>3.5.4. Alimentos funcionais.....</b>	<b>41</b>
3.6. FERRAMENTAS ESTATÍSTICAS.....	43
<b>3.6.1. Planejamento Fatorial Fracionário.....</b>	<b>43</b>

<b>3.6.2. Planejamento Fatorial Completo.....</b>	<b>44</b>
<b>3.6.3. Planejamento de mistura.....</b>	<b>45</b>
<b>3.6.4 Análise de componentes principais.....</b>	<b>46</b>
<b>3.6.5. Análise de variância.....</b>	<b>47</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>49</b>

## **CAPÍTULO II**

<b>Otimização dos métodos de secagem de gelatina de peixe e caracterização de suas propriedades.....</b>	<b>69</b>
<b>Resumo.....</b>	<b>69</b>
<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>70</b>
<b>2. MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>72</b>
<b>2.1. MATÉRIA-PRIMA.....</b>	<b>72</b>
<b>2.2. EXTRAÇÃO DA GELATINA.....</b>	<b>72</b>
<b>2.3. SECAGEM CONVECÇÃO DE AR QUENTE.....</b>	<b>72</b>
<b>2.4. SECAGEM COMBINADA (INFRAVERMELHO E CONVECTIVO) .....</b>	<b>73</b>
<b>2.4.1. Planejamento fracionário para estabelecer as variáveis do processo de secagem pelo método combinado.....</b>	<b>73</b>
<b>2.4.2. Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) 23 para a secagem combinada.....</b>	<b>74</b>
<b>2.5. CARACTERIZAÇÃO DAS GELATINAS.....</b>	<b>74</b>
<b>2.5.1. Força do gel (Bloom).....</b>	<b>74</b>
<b>2.5.2. Atividade de água.....</b>	<b>75</b>
<b>2.5.3. Composição centesimal.....</b>	<b>75</b>
<b>2.5.4. Cor instrumental.....</b>	<b>75</b>
<b>2.5.5. Ponto de fusão.....</b>	<b>75</b>
<b>2.5.6. Rendimento.....</b>	<b>75</b>
<b>2.5.7. Capacidade de formar espuma.....</b>	<b>75</b>
<b>2.5.8. Índice de atividade de emulsão.....</b>	<b>76</b>
<b>2.5. ANÁLISE ESTATÍSTICA.....</b>	<b>76</b>
<b>3. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>77</b>
<b>3.1. DEFINIÇÃO DAS CONDIÇÕES ÓTIMAS DO MÉTODO DE SECAGEM CONVECÇÃO DE AR QUENTE.....</b>	<b>77</b>



<b>3.1.1. Otimização simultânea do método de secagem convecção de ar quente.....</b>	<b>81</b>
<b>3.2. DETERMINAÇÃO DAS VARIÁVEIS DO MÉTODO DE SECAGEM</b>	
<b>COMBINADA.....</b>	<b>82</b>
<b>3.2.1. Definição das condições ótimas do método de secagem combinada.....</b>	<b>84</b>
<b>3.2.2. Otimização simultânea do método de secagem combinada.....</b>	<b>87</b>
<b>3.3. CARACTERIZAÇÃO DAS GELATINAS OTIMIZADAS.....</b>	<b>88</b>
<b>4. CONCLUSÃO.....</b>	<b>90</b>
<b>Limitações e recomendações sobre pesquisas futuras.....</b>	<b>91</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>92</b>

### **CAPÍTULO III**

<b>Efeito dos diferentes métodos de secagem nas propriedades tecnológicas,</b>	
<b>funcionais, estruturais, térmicas e reológicas da gelatina de pele de peixe.....</b>	<b>99</b>
<b>Resumo.....</b>	<b>99</b>
<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>100</b>
<b>2. MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>101</b>
<b>2.1. MATÉRIA-PRIMA E PRODUTOS QUÍMICOS.....</b>	<b>101</b>
<b>2.1. PRÉ-TRATAMENTO DA PELE DE PEIXE E EXTRAÇÃO DA GELATINA....</b>	<b>102</b>
<b>2.2. MÉTODOS DE SECAGEM.....</b>	<b>102</b>
<b>2.2.1. Secagem por liofilização (SL).....</b>	<b>102</b>
<b>2.2.2. Secagem por convecção de ar quente (CAQ).....</b>	<b>102</b>
<b>2.2.3. Secagem por radiação infravermelha (RI).....</b>	<b>103</b>
<b>2.2.4. Secagem combinada por infravermelho e convecção de ar quente (RI –</b>	
<b>CAQ) .....</b>	<b>103</b>
<b>2.2.5. Secagem por refractance window (RW).....</b>	<b>103</b>
<b>2.3. CARACTERIZAÇÃO DAS GELATINAS.....</b>	<b>104</b>
<b>2.4. ANÁLISE ESTATÍSTICA.....</b>	<b>107</b>
<b>3. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>107</b>
<b>3.1. CARACTERIZAÇÃO DAS GELATINAS.....</b>	<b>107</b>
<b>3.2. APLICAÇÃO DAS COMPONENTES PRINCIPAIS (PCA), ANÁLISE DE</b>	
<b>AGRUPAMENTO HIERÁRQUICO (HCA) E CORRELAÇÃO PARA AVALIAR</b>	
<b>OS PARÂMETROS DA GELATINA.....</b>	<b>113</b>

3.3. ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER, DIFRAÇÃO DE RAIOS X E ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA.....	115
3.4. COMPORTAMENTO REOLÓGICO DAS SOLUÇÕES DE GELATINAS.....	119
<b>4. CONCLUSÃO.....</b>	<b>121</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>119</b>

## **CAPÍTULO IV**

<b>Bala de goma comestível desenvolvida com gelatina extraída de peles de peixe e adicionada de componentes amazônicos.....</b>	<b>130</b>
<b>Resumo.....</b>	<b>130</b>
<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>131</b>
2. MATERIAL E MÉTODOS.....	132
2.1. OBTENÇÃO DAS PELES DE PEIXE, CUPUAÇÚ E OUTROS INGREDIENTES.....	132
2.1. EXTRAÇÃO DA GELATINA.....	133
2.3. DESENVOLVIMENTO DA BALA DE GOMA.....	133
<b>2.3.1. Delineamento experimental de mistura.....</b>	<b>134</b>
<b>2.3.2. Caracterização das balas de gelatina.....</b>	<b>136</b>
2.4. ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	136
<b>3. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>137</b>
3.1. DELINEAMENTO EXPERIMENTAL DO PLANEJAMENTO DE MISTURA...	137
<b>4. CONCLUSÃO.....</b>	<b>142</b>
<b>CONTINUAÇÃO DA PESQUISA.....</b>	<b>142</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>144</b>
<b>CONSIDERAÇÕES FINAIS.....</b>	<b>148</b>

## **APÊNDICES**

<b>Apêndice A: Material Suplementar referente ao capítulo 2, Artigo 1.....</b>	<b>149</b>
<b>Apêndice B: Material Suplementar referente ao capítulo 3, Artigo 2.....</b>	<b>151</b>
<b>Apêndice C: Parecer sensorial pelo Comitê de Ética em Pesquisa.....</b>	<b>153</b>
<b>Apêndice D: Artigo aceito.....</b>	<b>157</b>

## ESTRUTURA DA TESE

O presente estudo encontra-se estruturado em capítulos da seguinte forma:

- **Introdução geral e objetivos**

- **Capítulo I – REVISÃO DA LITERATURA:** Os principais fundamentos teóricos que abrangem este trabalho estão concentrados neste capítulo.

- **Capítulo II – ARTIGO 1:** Otimização dos métodos de secagem de gelatina de peixe e caracterização de suas propriedades.

- **Capítulo III – ARTIGO 2:** Avaliação dos diferentes métodos de secagem nas propriedades tecnológicas, funcionais, estruturais, térmicas e reológicas da gelatina de pele de peixe.

- **Capítulo IV – ARTIGO 3:** Bala de goma comestível desenvolvida com gelatina extraída de peles de peixe e adicionada de componentes amazônicos.

.

## 1. INTRODUÇÃO GERAL

O peixe é considerado um produto valioso por conter elevado teor de proteína bruta de alta qualidade, por apresentar todos os aminoácidos, gorduras essenciais, vitaminas e minerais (CHO et al., 2014). Com o aumento do consumo do mesmo se tem uma variedade de resíduos sólidos gerados pela indústria de processamento, tais como cabeça, cauda, escamas, barbatanas, bexiga natatória, cartilagens, vísceras e pele (OLIVEIRA et al., 2017), representando mais de 50% do peso do animal e geralmente são descartados de forma inadequada diretamente no meio ambiente, causando problemas de contaminação (FERRARO et al., 2016). Assim, o aproveitamento destes resíduos é alternativa para extração e uso dessas biomoléculas, como colágeno (MASILAMANI et al., 2016).

Derivada do colágeno, a gelatina é proteína fibrosa solúvel em água obtida por desnaturação térmica ou hidrólise parcial de materiais colagenosos. É extraída com água quente a uma temperatura mais alta que a temperatura de transição térmica do colágeno. Tem sido amplamente aplicada nas indústrias alimentícia, farmacêutica, biomédica, cosmética e fotográfica (SAE-LEAW et al., 2016). As exigências globais de gelatina para alimentos e produtos não alimentares foram aumentadas, pesquisa realizada por Grand View Research (2016) informou que o tamanho global do mercado de gelatina foi de 412.700 toneladas em 2015 com crescente demanda por alimentos e aplicações farmacêuticas, e com base em suas excelentes características de estabilização e ligação, é esperada para o contínuo crescimento do mercado.

A gelatina de peixe é uma alternativa promissora devido às suas propriedades multifuncionais similares (formação de espuma, emulsificante, gelificante, etc.) quando comparada com gelatina de mamíferos (HUANG et al., 2017). Além de que, a maioria das gelatinas comerciais é produzida principalmente a partir de peles bovinas e suínas, mas devido a muitas razões socioculturais e religiosas, há uma demanda crescente por outras fontes (SHA et al., 2014).

Portanto, gelatina de animais aquáticos, especialmente subprodutos do processamento de pescado, como pele de peixe, devem ser levados em consideração devido a preocupação ambiental e a crescente demanda no mercado mundial, além disso, a utilização da pele de peixe como matéria-prima pode melhorar o valor agregado ao tratamento de resíduos.

Para a fabricação de gelatina um dos processos essenciais é a secagem, e as propriedades funcionais da gelatina são relativamente dependentes da estrutura espacial das moléculas de proteínas e de seu estado de associação. Em geral, a secagem traz as transformações físico-químicas das proteínas devido à transferência simultânea de calor e massa (DEHNAD et al., 2016). Dentre as técnicas de secagem da gelatina a mais utilizada é a liofilização que se baseia na remoção de água por sublimação do produto congelado (PISANO et al., 2011).

No entanto, a maioria dos processos são bastante onerosos devido o alto consumo de energia. Desta forma, é de interesse verificar o efeito dos tipos de secagem nas propriedades das gelatinas obtidas a partir de subprodutos de peixe. Por outro lado, a extração da gelatina já foi exaustivamente estudada através de otimização experimental (SILVA et al., 2017; LI et al., 2019; MONTERO, COSTA, 2020; BUI et al., 2021), entretanto, não foram encontrados este procedimento estatístico bem como outras ferramentas que também podem ser utilizadas para caracterizar a gelatina, como por exemplo, planejamento fracionario, análise de variância, análise de componentes principais, e planejamento de mistura via metodologia de superfície de resposta, focado no processo de secagem da gelatina de peixe utilizando os métodos de convecção por ar quente, radiação infravermelha, secagem combinada (convecção de ar quente com infravermelho) e refractance window.

A gelatina de peixe com seus parâmetros de processo definidos torna-se atrativa para aplicação em diversas áreas da indústria alimentícia. No segmento de confeitos e doces é usada devido às suas propriedades de formação de gel, estabilização de espuma, textura, agente emulsificante e ligante (SILVA, 2020; FIB, 2021). Classificada como confeito, a bala de goma pode ser uma boa alternativa para as indústrias, uma vez que, a bala é um doce popular com vasta diversidade, consumido por pessoas de todas as idades e alguns estudos envolvendo o desenvolvimento de produtos com agregação de valor final têm sido realizados com o principal foco de auxiliar na promoção da saúde e bem-estar da população (GARCIA; PENTEADO, 2005; GONÇALVES; ROHR, 2009; FONTOURA et al., 2013).

E com base nesta premissa e vislumbrando atender a tendência de mercado a proposta deste trabalho foi otimizar os métodos de secagem da gelatina extraída de peles de peixe e avaliar a sua aplicação em bala de goma comestível.

## 2. OBJETIVOS

### 2.1. OBJETIVO GERAL

Otimizar e comparar os métodos de secagem de gelatina extraída de peles de peixe (*Cynoscion acoupa*) utilizando diferentes ferramentas estatísticas e elaborar bala de goma comestível

### 2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Otimizar o processo de secagem da gelatina por convecção de ar quente, utilizando a Metodologia de Superfície de Resposta;
- Otimizar o processo de secagem de gelatina pelo método combinado (convecção de ar quente com radiação infravermelha); através de planejamento de mistura e delineamento composto central rotacional;
- Comparar as propriedades físicas, químicas, tecnológicas, funcionais, térmica, estrutural e reológica de gelatinas de peixe obtidas pelos métodos de liofilização, convecção forçada de ar quente, radiação infravermelha, método combinado e refractance window;
- Desenvolver bala de goma com gelatina de peixe, utilizando planejamento de mistura;
- Caracterizar balas de goma; e
- Estabelecer a vida comercial das balas de goma.

# CAPITULO I

---

## REVISÃO DA LITERATURA

---

### 3. REVISÃO DA LITERATURA

#### 3.1. SUBPRODUTOS DA INDUSTRIALIZAÇÃO DE PEIXE

O peixe pode ser comercializado *in natura*, resfriado ou congelado, mas, pode ser também enlatado, salgado, defumado, semiconservas e outros produtos. Os resíduos gerados durante o beneficiamento (cabeça, vísceras, nadadeira, cauda, coluna vertebral, barbatana, escamas, peles e restos de carne) podem representar cerca de 50% da matéria-prima utilizada, variando conforme as espécies utilizadas e a técnica de processamento (FELTES et al., 2010).

A indústria de pesca produz quantidade significativa de resíduos e segundo estimativa feita pela SEAFISH (Autoridade da Indústria de Peixe Marinho) para cada tonelada de pescado industrializado, é gerada mais de uma tonelada de resíduos (AGUIAR et al., 2014). O aproveitamento de resíduos de origem animal é uma alternativa para minimizar a escassez de produtos de alta qualidade proteica, além de minimizar o volume descartado. No passado, os resíduos eram enterrados ou empregados sem tratamento para ração animal ou adubo. Existem inúmeros estudos acerca da minimização, recuperação, aproveitamento e bioconversão de resíduos para a sustentabilidade das cadeias agroindustriais (ARRUDA, 2004).

A pele de peixes é considerada um subproduto proveniente do processamento, que muitas vezes é triturada juntamente com outros resíduos para servir como alimentação animal. A pele pode ser submetida a dois tipos de processo: de curtimento (semelhante ao couro de bovinos) ou a extração de colágeno para obter a gelatina. Ambos os processos podem ser uma fonte alternativa de renda, pois são matérias-primas para a fabricação de diversos produtos como acessórios, alimentos, farmacêutica, entre outras (BORDIGNON et al., 2012).

Dentre as espécies que geram quantidades significativas de subprodutos é a pescada amarela (*Cynoscion acoupa*), considerado um peixe de grande comercialização no Brasil, sendo a quarta espécie mais capturada nos últimos dez anos (Ferreira et al., 2016). Porém, o seu processamento acarreta um acúmulo de resíduos sólidos, como cabeça, cauda, escamas, barbatanas, bexiga natatória, cartilagem, tripas e pele (Oliveira et al., 2017). Esses resíduos geralmente são descartados diretamente no meio ambiente, causando problemas de contaminação, apesar destes resíduos apresentarem proteínas ricas em aminoácidos essenciais, (Cahú et al., 2012; Djellouli et al., 2020). Em especial, as peles desta espécie, retiradas durante o processamento, são estruturas ricas em



colágeno protéico e podem ser utilizadas para a extração de gelatina, agregando valor e reduzindo a poluição ambiental.

## 3.2. COLÁGENO

### 3.2.1. Estrutura molecular e composição de aminoácidos

O colágeno é considerado a proteína mais abundante no corpo animal, o que contribui para a estabilidade e força de uma variedade de tecidos de tendões e ligamentos (FRATZL, 2008; EYSTURSKARD et al., 2009).

Esse termo colágeno é derivado das palavras gregas *Kolla* (cola) e *Genno* (produção) e literalmente tem sido empregado como matéria-prima na produção de cola animal, sua primeira aplicação industrial. Sendo um importante constituinte estrutural de vertebrados e invertebrados, considerada a maior proteína de peles, tendões, cartilagens, ossos e tecido conectivo, em geral (SCHOTT, 2001).

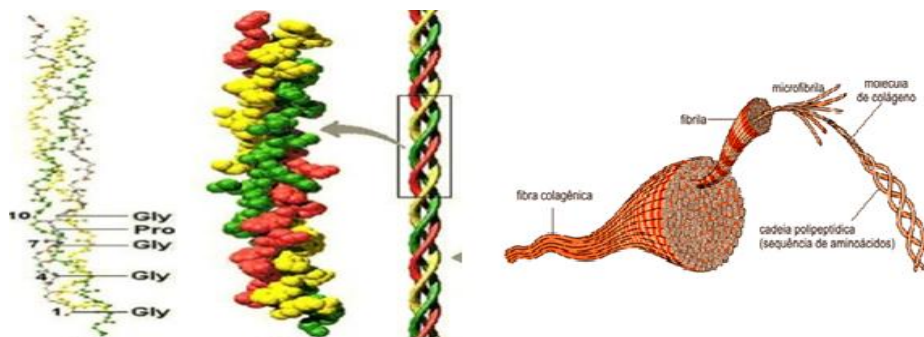
É uma família de proteínas com cerca de 27 tipos diferentes de colágeno nas quais já foram todas identificadas. A subfamília de colágeno fibrilar, incluindo os tipos I, II, III, V, XI, XXIV e XXVII, é a mais investigada quanto à aplicação potencial na extração de gelatina (SCHRIEBER; GAREIS, 2007; FRATZL, 2008).

O colágeno tipo I (colágeno nativo ou tropocolágeno) é o mais abundante e pode ser encontrado na pele, tendões, ligamentos e ossos. Este colágeno é uma proteína macromolecular constituída de três cadeias polipeptídicas (duas  $\alpha 1$  e uma  $\alpha 2$ ) que em sua porção central estão sob a forma helicoidal e nas extremidades amínica e carboxílica permanecem na forma globular (Te Nijenhuis, 1977; Papon et al., 2007). E a partir desse, são comumente obtidos o colágeno parcialmente hidrolisado (gelatina) e o colágeno hidrolisado (DEMAN, 1999; DAMORADAN et al., 2010).

A molécula de colágeno (tropocolágeno) é uma estrutura de cerca de 2.800 Å e tem um peso molecular de 300 kDa, composta por três cadeias de polipeptídios de tamanho igual, com peso molecular aproximado de 100 kDa, enroladas em torno de um eixo comum (Xiong, 1997) que formam uma estrutura de hélice tripla estabilizada por ligações de hidrogênio. A intensidade da reticulação entre as três cadeias de polipéptidos é altamente variável e está diretamente relacionada ao tipo de colágeno, tecido, espécies animais, idade e outros fatores (GÓMEZ-GUILLÉN et al., 2001).

Esta molécula helicoidal de fita tripla denominada então de procolágeno será posteriormente secretada para o meio extracelular; a agregação final do prócolágeno e a consequente formação de fibrilas requerem a remoção dos domínios N e C terminais para

formação de moléculas de tropocolágeno. Esta clivagem é realizada pelas proteinases extracelulares C- e N- garantindo a agregação espontânea das moléculas de tropocolágeno que se agruparão em polímeros dando origem às fibrilas que se associarão em feixes maiores formando então as fibras de colágeno (GARVICAN et al., 2010).



**Figura 1.** Processo de formação, organização e estrutura de colágeno  
 Fonte: Sionkowska, 2006.

Segundo Junqueira e Carneiro (2008), nos colágenos I e II as moléculas de tropocolágeno se juntam através de pontes de hidrogênio, interações hidrofóbicas e ligações covalentes para formar as fibrilas.

A sequência de aminoácidos do colágeno mostra que a maior parte da cadeia polipeptídica está formada por 44% (Gly-X-X), 20% (Gly-X-I), 27% (Gly-I-X) e (Gly-I-I). Onde I é prolina ou hidroxiprolina e X é outro aminoácido que pode estar presente. Em geral o colágeno contém cerca de 30% de glicina, 12% de prolina, 11% de alanina, 10% de hidroxiprolina, 1% de hidroxilisina e pequenas quantidades de aminoácidos polares e carregados. A glicina, prolina e alanina são aminoácidos alifáticos e a lisina é um aminoácido com características básicas (PRESTES, 2013).

A prolina e hidroxiprolina são responsáveis pela estrutura secundária do colágeno e pela estabilidade da tripla hélice. Uma menor quantidade ou a falta de hidroxiprolina faz com que o colágeno perca a conformação de tripla hélice quando submetido a elevação da temperatura (GOMÉZ-GUILLÉN et al., 2002).

A composição do colágeno engloba a maior parte dos aminoácidos, embora algumas diferenças na composição da cadeia peptídica sejam evidentes nos colágenos derivados de diversas fontes. O colágeno é a única proteína de mamíferos que contém quantidades elevadas de hidroxiprolina e hidroxilisina, e o conteúdo total de iminoácido (prolina e hidroxiprolina) é alto. Quanto mais abundantes esses iminoácidos, mais rígido e resistente é o colágeno (ARNESEN; GILDBERG, 2007).

### **3.2.2. Fontes**

O colágeno pode ser obtido de diversas espécies animais (bovinos, suínos, peixes, etc.). No Brasil, a maior parte do colágeno é proveniente dos subprodutos da indústria de carne, haja vista que, há uma elevada produção brasileira de carne para exportação (SILVA; PENNA, 2012).

As matérias-primas mais comuns na obtenção de colágeno e gelatina são as peles, ossos, tendões e cartilagens. A pele de suíno foi a primeira matéria-prima utilizada para a fabricação de gelatina na década de 1930 e continua a ser o material mais importante para produção industrial em escala. Peles de peixe e aves receberam atenção considerável nos últimos anos, mas ainda assim a produção limitada os torna menos competitivos no preço do que gelatinas de mamíferos (GÓMEZ-GUILEM et al. 2011).

No que diz respeito à gelatina de peixe, o enorme número de espécies com características intrínsecas muito diferentes despertou o interesse da comunidade científica na otimização das condições de extração, bem como a caracterização dos rendimentos e das propriedades físico-químicas e funcionais dessas gelatinas obtidas principalmente de resíduos de pele e ossos (PARK ET AL., 2007; LIU, et al., 2010).

### **3.2.3. Aplicações**

Toda a utilização tecnológica do tecido conjuntivo está baseada em uma hidrólise que rompe as ligações estruturais, dando ao tecido propriedade ligante e de hidratação (GONZÁLES; SERENO, 2002). Além da sua importância fisiológica, o colágeno é também a matéria-prima básica para vários produtos industriais.

O colágeno em sua forma purificada possui várias aplicações na indústria farmacêutica e de cosméticos. A qualidade e aplicação específica do colágeno extraído estão diretamente relacionadas com as suas propriedades funcionais e purezas (RUSTAD, 2003). Possui também diversas aplicações na indústria de alimentos, sendo aproveitado tecnologicamente por apresentar propriedades funcionais como componente extensor, potencializador de textura, umidificante, emulsionante e ligante, sendo textura uma propriedade marcante desta proteína para a tecnologia de alimentos (GONZÁLES; SERENO, 2002).

O colágeno nativo (tropocolágeno), na forma de fibras ou pó, pode ser submetido à reação de hidrólise e obtidos: fibra de colágeno, colágeno parcialmente hidrolisado (gelatina) e colágeno hidrolisado. Para fins de produção industrial, a gelatina é obtida a partir da matéria-prima por hidrólise parcial via ácida e alcalina e o colágeno hidrolisado

é obtido por hidrólise química e enzimática sob condições controladas (SCHRIEBER; GAREIS, 2007; DENNS et al., 2008; WALRAND et al., 2008).

No Brasil, os ossos – apesar de seu conteúdo em osseína, que é um importante elemento colagênico – não são aproveitados como matéria-prima na fabricação de gelatina comestível. São usados na elaboração de colas e na produção de filmes fotográficos, sempre mais valorizados, porém exigem técnicas mais sofisticadas e dispendiosas. Todas as outras matérias-primas (peles, tendões, cartilagens, etc.) são utilizadas na fabricação de gelatina comestível (PARDI et al., 1996).

### 3.3. GELATINA

#### 3.3.1. Estrutura e composição de aminoácidos

De acordo com a Portaria nº 19, de 15 de março de 1995 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária, a gelatina é o produto obtido a partir dos tecidos animais ricos em colágeno, constituído por proteínas, em cuja composição se destaca a presença do aminoácido essencial lisina.

Gelatina, um biopolímero importante derivado do colágeno, é amplamente utilizada por várias indústrias devido suas propriedades funcionais e tecnológicas. A grande maioria da gelatina comercial é derivada de mamíferos, mas por questões socioculturais e religiosas, há uma demanda crescente por fontes alternativas. Os subprodutos gerados pela indústria de processamento de alimentos são uma fonte potencial para a produção de gelatina, com alto potencial de produção (ALFARO et al., 2015).

As propriedades funcionais da gelatina são influenciadas por dois fatores principais: as características do colágeno inicial e o processo de extração (JOHNSTON-BANKS, 1990). Diferentes espécies de peixes variam muito na composição de aminoácidos do colágeno (Boran; Regenstein, 2010) No entanto, o processo de extração é muito importante porque determina a distribuição do peso molecular da gelatina.

A composição de aminoácidos da gelatina é similar ao do colágeno de onde foi obtida, e é caracterizada pela sequência de gly-x-y, onde x é na maior parte prolina, e y é hidroxiprolina (WARD, 1977). A molécula também contém extensões de peptídeos denominadas de N-terminal e C-terminal, que representam aproximadamente 15% da molécula. São regiões curtas que não formam estrutura tripla hélice (LINDEN; LORIENT, 2000; GÓMEZ-GUILLÉN et al., 2002). Desta forma, durante a conversão do

colágeno em gelatina, tanto as cadeias de colágeno como as ligações peptídicas são quebradas (MUYONGA et al., 2004).

A gelatina é proteína derivada da hidrólise parcial do colágeno, pode resultar de três vias: formar três cadeias  $\alpha$  independentes, formar uma cadeia  $\beta$  e uma  $\alpha$ , ou apenas uma cadeia  $\lambda$ . A principal diferença entre as formas  $\alpha$ ,  $\beta$  e  $\lambda$  da gelatina é a massa molar. Para a forma  $\alpha$ , a massa varia de 80 a 125 kDa, para a  $\beta$ , de 160 a 250 kDa e a forma  $\lambda$  apresenta a massa molar de 250 a 375 kDa. As maiores massas molares usualmente são características de melhores preparações (KARIM; BHAT, 2009).

A gelatina é composta por aproximadamente 19 aminoácidos; e caracterizada pelo alto conteúdo de glicina, prolina e hidroxiprolina. A variação do conteúdo desses aminoácidos, principalmente os iminoácidos (prolina e hidroxiprolina) ocasionará uma menor formação de pontes de hidrogênio da gelatina em soluções aquosas, com a consequente redução da temperatura de geleificação (NORLAND, 1990).

### **3.1.2. Processo de extração de gelatina**

A gelatina é obtida a partir do aquecimento de colágeno acima da temperatura de transição da estrutura de hélice tripla de colágeno, também chamada de "super-hélice". A super-hélice é formada por uma cadeia de três peptídeos com uma estrutura de hélice. Tais mudanças ocorrem em uma faixa de temperatura relativamente estreita (KARIM; BHAT, 2009) Em primeiro lugar, a estrutura helicoidal da molécula de colágeno colapsa; então, há o desenrolar das cadeias moleculares e a consequente redução do peso molecular (RAHMAN et al., 2008). Este tratamento é necessário para perturbar os laços não covalentes e interromper a estrutura da proteína e assim produzir inchaço e ruptura adequados das ligações intra e intermoleculares, causando a solubilização do colágeno e levando a conversão de gelatina com aumento da capacidade de hidratação (MOHTAR et al., 2010).

A conversão do colágeno em gelatina solúvel pode ser obtida através do aquecimento do colágeno (acima de 40°C), em meio ácido ou alcalino (SCHOTT, 2001). O processo de extração pode influenciar o comprimento das cadeias polipeptídicas e as propriedades funcionais da gelatina. Isso depende, no entanto, dos parâmetros do processo (temperatura, tempo e pH), do pré tratamento do colágeno e dos métodos de preservação da matéria prima (KARIM; BHAT, 2009).

O processo de extração da gelatina pode variar, conforme a espécie ou a utilização futura do produto. Os pré-tratamentos podem ser ácidos, alcalinos ou um processo misto (ARNESEN; GILDBERG, 2006).

O pré-tratamento é alcalino e/ou ácido, seguido da extração propriamente dita, realizada com água aquecida, tecnologia comum utilizada para a obtenção de gelatina. O ponto isoelétrico da gelatina pode variar em função da sua forma de obtenção, permanecendo em torno de 4,5 a 5,3 para gelatinas tipo B (pré-tratamento alcalino) e entre 7,0 a 9,4 na gelatina tipo A (pré-tratamento ácido) (GÓMEZ-GUILLÉN et al., 2011).

Para uso alimentar, as concentrações de ácido ou base (ou dos dois) não podem ser elevadas, de modo a evitar que resíduos desses produtos entrem em contato com o consumidor. Diversos autores relatam que um processo de extração misto (ácido e básico) pode promover a diminuição da concentração de solventes. O uso de ácido acético no processo de extração mista já foi realizado por diversos autores (LIU et al., GUO, 2008; AHMAD; BENJAKUL, 2011; BUENO et al., 2011; LIU et al., 2012; NIU et al., 2013; ALFARO et al., 2013).

Esses autores relatam que o uso de ácido acético é viável na extração, uma vez que o ácido já está presente na dieta humana, dentro do vinagre comercial. Não haveria, portanto, quaisquer danos à saúde humana, caso algum resíduo, em baixa quantidade, desse ácido entrasse em contato com pessoas ou fosse consumido em algum produto alimentício. Para um pré-tratamento básico eficaz, deve ser fazer uso de uma base forte, como o hidróxido de sódio. Os autores também citam outros fatores favoráveis ao uso do NaOH: baixo custo, fácil utilização, hidrólise eficiente da gelatina, mesmo em baixas concentrações (AHMAD; BENJAKUL, 2011; ALFARO et al., 2014).

### **3.3.3. Gelatina de peixe**

Apesar do crescimento nas pesquisas científicas envolvendo o pescado e seus subprodutos como matéria-prima para obtenção de gelatina, ainda existe uma carência no conhecimento aprofundado sobre as propriedades de gelatinas de pescado, ao contrário das de mamíferos (BUENO, 2008).

As características iniciais do colágeno e o processo de extração influenciam nas propriedades da gelatina. Diferentes espécies de peixes apresentam grande variação na composição de aminoácidos do colágeno. Particularmente, o teor dos aminoácidos prolina e hidroxiprolina é menor que o da gelatina de mamíferos, e varia significativamente de acordo com a espécie, e temperatura ambiente do habitat do peixe, afetando a estabilidade

térmica do colágeno (HAUG et al., 2004). Peixes de água quente possuem conteúdo de aminoácidos superior ao de água fria (GUDMUNDSSON; HAFSTEINSSON, 1997; GILSENAN; ROSS-MURPHY, 2000).

Tem sido considerada como principal inconveniente para o uso de gelatinas de peixe, a formação de géis que tende a ser menos estável e com propriedades reológicas inferiores às gelatinas convencionais de mamíferos (GÓMEZ-GUILLÉN et al., 2002). Desta forma há necessidade de maiores informações sobre a qualidade da obtenção e uso das mesmas, principalmente para serem produzidas em maior escala.

A extração de colágeno para a produção de gelatina é tradicionalmente realizada utilizando ossos e peles de mamíferos como matéria-prima, especialmente bovinos e suínos. No entanto, os problemas de saúde gerados por bovinos foram cada vez mais discutidos, como a Encefalopatia Espongiforme Bovina (KARIM; BHAT, 2009; MOHTAR et al., 2010). Existem também restrições à gelatina de mamíferos em países com religiões do Islã e do Judaísmo, que só aceitam essas gelatinas desde que sigam os padrões exigidos pela religião (CHOI; REGENSTEIN, 2000; JAMILAH; HARVINDER, 2002). A gelatina de peixe não tem tais restrições e, além disso, e do ponto de vista econômico, o uso de subprodutos de peixe para obter gelatina pode ser bastante interessante para a indústria de processamento de pescado (FERNÁNDEZ-DIAZ et al., 2003).

### **3.3.4. Parâmetros de qualidade de gelatina**

Estudos relacionados ao uso de peixe para obter gelatinas relataram que a aplicabilidade, funcionalidade e valor comercial deste tipo de produto são essencialmente dependentes de suas propriedades físicas (viscosidade, resistência e rigidez do gel, capacidade de intumescência e estabilidade térmica) e características químicas (umidade, cinzas e pH). Essas características ou propriedades podem ser especialmente afetadas pela composição de aminoácidos, peso molecular e proporção de cadeias (SILVA et al., 2011; GÓMEZ-GUILLÉN et al., 2011; SHAKILA et al., 2012).

#### **- Umidade**

As gelatinas comerciais têm um teor de umidade entre 9 e 14%, com amostras ocasionais fora deste intervalo. A gelatina mantém um equilíbrio de 13% de umidade quando mantida a temperatura ambiente de 25°C (Bordignon et al., 2012). As gelatinas com teor de umidade entre 6 e 8% são consideradas muito higroscópicas, o que pode complicar a determinação de seus atributos físicos (COLE, 2000). Estudos realizados por

pesquisadores sobre a gelatina extraída de variedades de peixes diferentes mostraram variações significativas do teor de umidade, como 7,3% para a tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*) (SONGCHOTIKUNPAN et al., 2008) e 11,04% para o peixe-gato (*Clarias batrachus*) (SEE et al., 2010) e 7,51% para filhote (*Brachyplatystoma filamentosum*) (SILVA et al., 2017).

#### **- Cinzas**

O teor máximo de cinzas recomendado para gelatina é de 2,6% (MUYONGA et al., 2004). A natureza da cinza pode ser importante, o sulfato de cálcio, por exemplo, em gelatina pode ter uma excelente clareza; no entanto, na diluição da gelatina em uma formulação de confeitaria, a cinza pode precipitar (COLE, 2000). Haug et al. (2004) e Bueno et al. (2011) relataram porcentagens de cinzas para gelatinas de com valores de 0,82 e 1,90%, respectivamente.

#### **- Força do gel**

A força do gel está ligada à elasticidade mecânica do gel e é medida em Bloom. Se refere ao peso em gramas requerido para produzir uma depressão de 4 mm na superfície de uma solução de gelatina gelificada, frente a uma concentração-padrão, resultando em valores variáveis de 50 a 300 graus Bloom, mas valores entre 250 e 260 são mais desejáveis. Estes valores permitem caracterizar as propriedades dos géis na temperatura de conservação dos produtos (PARDI, et al., 1996; LINDEN; LORIENT, 1994). Para a gelatina de peixe, o Bloom típico pode chegar a 270 (KARIM; BHAT, 2009) e para as gelatinas comestíveis e comercialmente disponíveis, este valor está entre 80 e 280. Gelatinas de alto Bloom oferecem certas vantagens para suas aplicações, como alto ponto de fusão e de solidificação, menos tempo de solidificação e de gelificação para o produto final, uso de quantidades menores, cor mais clara e melhor odor e sabor (GELITA, 2017).

#### **- Viscosidade**

As medidas de viscosidade das gelatinas são influenciadas pelas concentrações e tipos de gelatina, temperatura e condições do método de processamento utilizado (GUDMUNDSSON, 2002). Os valores de viscosidade para a maioria das gelatinas comerciais têm sido reportados entre 2,0 - 7,0 cP, e acima de 13,0 cP para gelatinas especiais (JAMILAH; HARVINDER, 2002). A viscosidade das gelatinas também é um importante parâmetro para determinação de seu valor comercial. Sob aspecto de



funcionalidade, a viscosidade da solução de gelatina é a sua segunda mais importante propriedade física. Gelatinas com baixa viscosidade resultam em géis frágeis, enquanto aquelas de alta viscosidade produzem géis consistentes e extensíveis (ALFARO, SILVA 2010). O valor do pH é um exemplo de parâmetro que afeta a viscosidade, sendo que valores de pH alcalinos normalmente acarretam grande queda na viscosidade, enquanto que em regiões de pH ácido, ocorre apenas uma redução moderada da mesma (BUENO, 2008).

#### **- Cor**

A cor das gelatinas comerciais geralmente varia de amarelo pálido a âmbar escuro (COLE; ROBERTS, 1997). Embora a cor da gelatina seja um atributo comercial importante, ainda não existe um método universalmente aceito para medir. Fatores como espécies de peixes, matérias-primas e condições de extração influenciam a cor final da gelatina (JAMILAH; HARVINDER, 2002). A cor pode determinar a aplicação de gelatina. A turbidez da solução de gelatina pode, ou não, ser um atributo importante dependendo da aplicação e são comumente causadas por substâncias contaminantes que não são removidas durante o procedimento de extração (KOLI et al., 2012). É possível que haja alteração na cor das gelatinas devido a reação de Maillard durante o tratamento aplicação do tratamento térmico a quente, utilizado para secar esse biopolímero, pois a temperatura é considerada o principal fator que afeta essa reação (KCHAOU et al., 2019). Apesar da gelatina de peixe possuir baixo percentual de carboidratos para favorecer esse tipo de reação, temperaturas de secagem elevadas podem favorecer a oxidação lipídica e liberar compostos contendo grupo carbonilo e assim interagir com o grupo amino produzindo uma gama complexa de compostos que influenciaram na cor das gelatinas (BATISTA et al., 2020).

#### **- pH**

O pH da solução de gelatina reflete o tratamento químico utilizado durante o estágio de extração. O valor do pH afeta diretamente a viscosidade da gelatina e os níveis de pH alcalino (acima de 10) resultam em quedas de viscosidade acentuadas, enquanto os níveis de pH ácidos resultam em apenas uma redução moderada (ALFARO et al., 2012). Biluca; Marquetti, Alfaro (2011), afirmam que o pH mais alto pode resultar de um estágio de lavagem eficiente após os tratamentos químicos durante a preparação de peles, antes da fase de extração. Os valores de pH são variáveis e dependentes do processo de extração de gelatina; assim, diferentes faixas de pH podem ser observadas. Alfaro et al. (2009)

relatou valor de pH variando de 3,85 a 4,38 para a gelatina extraída de ossos de pescada fogueira (*Macrodon ancylodon*) e Silva et al. (2017) relataram valores de pH de 9,06 para a gelatina extraída da pele de filhote (*Brachyplatystoma filamentosum*).

#### **- Ponto de fusão/Ponto de gelificação**

Outra característica importante é a temperatura na qual uma solução de gelatina muda do estado sólido ao estado líquido e vice-versa (temperatura de gelificação e fusão). Estas propriedades são governadas pelas proporções dos aminoácidos prolina e hidroxiprolina no colágeno “*in natura*”, pela massa molar, assim como as complexas interações determinadas pelo raio das cadeias  $\alpha$  e  $\beta$  presentes na gelatina (CHO et al., 2004; HAUG et al., 2004). O processo de gelificação envolve a transição de um enrolamento sem uma forma definida para tripla hélice e ocorre a uma dada temperatura (Montero et al., 2002). A temperatura capaz de provocar uma desnaturação desta estrutura é onde se define o ponto de fusão (WARD, 1977). A união entre as moléculas é devida, essencialmente, a interações eletrostáticas ou a pontes de hidrogênio (LINDE; LORIEN, 1994).

#### **- Rendimento**

O rendimento de extração de gelatina de peixe depende do tempo e processo de extração (JAMILAH; HARVINDER, 2002). De acordo com Karim e Bhat (2009), o rendimento médio de extração de gelatina de peixe varia entre 6 e 19% (gramas de gelatina seca por 100 g de pele limpa sobre uma base úmida), o que é menor do que a gelatina de mamífero. O baixo rendimento de gelatina de peixe pode ser devido à hidrólise incompleta do colágeno ou à perda de colágeno durante o processo de lavagem (ALFARO et al., 2014). As condições de processamento (solvente, tempo e temperatura) para produzir o melhor rendimento de gelatina de peixe foram identificadas para tipos específicos de matéria-prima (KARIM; BHAT, 2009). Jamilah e Harvinder (2002) relataram um rendimento de 7,81% para a gelatina extraída da tilápia vermelha (*Oreochromis nilotica*), Bueno et al. (2011) e Silva et al. (2017) apresentaram rendimento 18,3 e 18,27% para gelatina de pele de tilápia e filhote, respectivamente.

#### **- Microbiologia**

A gelatina é um excelente nutriente para a maioria dos microrganismos, portanto, cuidados devem ser tomados durante sua manufatura para evitar possíveis contaminações (COLE, 2006). Entre os microrganismos presentes na gelatina destacam-se os do gênero

Clostrídios, que podem causar sensíveis perdas econômicas (THIESSEN, 1994). Porém, a contagem total de mesófilas em placas é geralmente aceita na maioria dos países como limitante de presença de Coliformes, *E. coli*, *Salmonella*, *Clostrídios*, *Staphylococcus* e *Pseudomonas* (COLE, 2006).

### **3.3.5. Aplicações**

A gelatina é amplamente utilizada pela indústria de alimentos, produtos farmacêuticos, cosméticos e para aplicações fotográficas, devido às suas propriedades funcionais e tecnológicas (KARIM; BHAT, 2009).

A aplicação de gelatina baseia-se principalmente na sua formação de gel e das propriedades viscoelásticas. Recentemente e especialmente na indústria, ocorreu um crescente número de novas aplicações para a gelatina em produtos como emulsionantes, agentes espumantes e estabilizadores coloidais. Na indústria de alimentos a gelatina é utilizada em confeitaria (mastigabilidade, textura e estabilizar espuma), em patês (cremosidade), laticínios (estabilização e texturização, espessante em iogurte), produtos cozidos (emulsificação, gelatinização e estabilização), produtos cárneos (revestimento em presunto), bebidas (clarificador de cerveja, vinho branco e sucos de frutas e legumes) e sobremesas (JOHNSTON-BANKS, 1990; ZHOU et al., 2006).

Além de serem utilizadas como agentes de compensação, materiais de embalagem biodegradáveis e microencapsulantes. Nas últimas décadas, um grande número de estudos pesquisa enzimas presentes na hidrólise de colágeno ou gelatina para a produção de peptídeos bioativos, focado no efeito da ingestão oral em animais e humanos revelando a excelente absorção e metabolismo de desses peptídeos (GÓMEZ-GUILLÉN et al., 2011).

As gelatinas também contribuem para enriquecer o conteúdo de proteína dos alimentos e podem funcionar como um filme externo para a proteção contra desidratação, luz e oxigênio. Portanto, a qualidade das gelatinas usadas em alimentos depende não somente de suas propriedades reológicas, mas também é determinada por outras características como cor, transparência, fácil dissolução e sabor (GÓMEZ-GUILLÉN; MONTERO, 2001). O organismo humano necessita de dez dos chamados aminoácidos essenciais, que são consumidos por meio dos alimentos. A gelatina contém nove desses aminoácidos essenciais (com aproximadamente 80% do total de aminoácidos sendo apolares), sendo uma proteína alimentícia de fácil digestão e utilização (KIM; MENDIS, 2006).

O uso de gelatina de peixe tem muito potencial, uma vez que é uma alternativa às gelatinas tradicionais, já que uma parcela da população não consome produtos derivados de mamíferos. Deve também considerar-se que a produção de gelatina a partir de subprodutos da indústria da pesca se revela uma opção viável para fazer uso dos recursos hídricos disponíveis, resultando em maiores lucros para as indústrias de processamento e também reduzindo os problemas de poluição ambiental (ALFARO et al., 2015).

### 3.4. MÉTODOS DE SECAGEM

#### 3.4.1. Secagem por liofilização

O processo de liofilização consiste em um processo de secagem do material por meio da sublimação da parte congelada a temperaturas baixas e sob vácuo. Essa tecnologia foi desenvolvida para superar as perdas de compostos responsáveis pelos aromas nos alimentos, os quais são muito suscetíveis às modalidades de processamento que empregam temperaturas elevadas, como a secagem convencional (IBARZ et al., 1999).

A liofilização também denominada por outras nomenclaturas como criodesidratação ou criosecagem, é um processo diferenciado de desidratação de produtos, pois ocorre em condições especiais de pressão e temperatura, possibilitando que a água previamente congelada (estado sólido) passe diretamente ao estado gasoso (sem passar pelo estado líquido), ou seja, a mudança de estado físico ocorre por sublimação (RIBEIRO, 2013).

Este é o princípio fundamental deste processo de conservação de produtos alimentares (e não só) e é utilizado com o fim de reduzir as perdas dos componentes voláteis ou termosensíveis (RAMÍREZ-NAVAS, 2006). Tal como a evaporação, a sublimação ocorre quando a molécula ganha energia suficiente para se desprender das outras em seu redor (DAY; STACEY, 2008).

Com o objetivo de garantir que não há apoio para o crescimento biológico ou reações químicas, o termo-chave da definição de liofilização está na estabilização do produto (diminuição da atividade de água), através de uma série de operações em que o material é submetido durante o processamento: congelamento, sublimação, secagem a vácuo e armazenagem do produto (RAMÍREZ-NAVAS, 2006).

O maior desafio enfrentado pela indústria é harmonizar a temperatura, a pressão, o tempo e os custos do processo, já que a baixa temperatura do ar irá garantir a boa qualidade do produto, mas também vai exigir um tempo de secagem demasiadamente

longo. E apesar de seu uso extenso, muitos equívocos ainda cercam o processo, inclusive a convicção de que a liofilização é uma técnica simples que pode ser aplicada a qualquer produto (LIU et al., 2012; TERRONI, 2017).

Entretanto, Ratti (2001) afirma que a secagem por congelamento a vácuo é o melhor método para remoção da água em alimentos com qualidade elevada em comparação com outros métodos de desidratação de alimentos. Fellows (2006) e Montevali et al. (2011) consideram que elevadas temperaturas alteram a qualidade nutricional e sensorial dos produtos.

Embora o processo de liofilização necessite de relativamente altos investimentos, é uma técnica superior de conservação, por preservar as características do produto de modo particular, apresentando qualidades sensoriais similares as do *in natura*, o que nem sempre acontece nas demais técnicas de desidratação de produtos. E segundo Ramírez-Navas (2006), é o mais nobre processo conhecido de conservação de produtos biológicos, porque reúne os dois métodos mais fiáveis de conservação, a congelamento e a desidratação.

#### **3.4.2. Secagem por convecção de ar quente**

A secagem por convecção de ar quente, utilizando estufa com circulação forçada de ar consiste em uma câmara de isolamento térmico apropriado e com sistemas de aquecimento e ventilação do ar circulante sobre as bandejas ou através das bandejas. Neste tipo de secador o produto é colocado em bandejas ou outros acessórios similares sendo exposto a uma corrente de ar quente em ambiente fechado. As bandejas contendo o produto se situam no interior de um armário, onde ocorre a secagem pela exposição ao ar quente. O ar circula sobre a superfície do produto a uma velocidade relativamente alta para aumentar a eficácia da transmissão de calor e da transferência da matéria (FELLOWS, 2006).

A secagem convencional em estufa é a mais utilizada, mas a transferência de calor por convecção para a superfície do produto a ser seco e por condução para o seu interior é lenta como função da difusividade térmica dos materiais, gerando assim um grande consumo de energia.

Secador industrial fornece higiene uniforme dos produtos secos e também o processo é mais rápido (DOYMAZ, 2004). Um fator importante na perda de qualidade dos alimentos secos durante o armazenamento é a atividade de água, que influencia as reações bioquímicas e estabilidade de produtos secos. Algumas dessas reações são oxidação lipídica, aglomeração e degradação de vitaminas (AKANBI; OLUDEMI, 2003).

O conhecimento do comportamento de secagem é importante no projeto, simulação e otimização de processo de secagem (Senadeera et al., 2003).

O emprego de secadores convectivos por ar quente é uma das práticas mais utilizadas na secagem artificial de produtos biológicos, tais como pescados e seus derivados. A finalidade de secar alimentos, para impossibilitar a ação de microorganismos e reações bioquímicas deteriorantes, é assegurar melhoria na qualidade do produto, bem como maiores períodos de armazenamento, com requisitos mínimos de embalagem, e redução do custo de transporte (PINTO; TOBINAGA, 1996; DOE, 1998; KROKIDA et al., 2003).

A secagem por ar aquecido é um processo antigo utilizado para preservar alimentos, no qual o sólido a ser seco é exposto a uma corrente de ar quente que flui continuamente removendo a umidade. A duração dessa operação varia de acordo com o material a ser seco e com o método, desde poucos segundos até vários dias (RATTI, 2001). Com base na técnica de desidratação pelo calor, a secagem ocorre em dois processos simultâneos: a transferência de calor, para vaporizar o líquido, e a transferência de massa, na forma de líquido e/ou de vapor no interior do material, para a superfície; geralmente causada por convecção forçada de ar aquecido (STRUMILLO; KUDRA, 1986; DINCER; DOST, 1995; KROKIDA; MAROULIS, 2002).

Industrialmente a secagem de gelatina é realizada através de diversas seções de drenagem em túnel a temperatura de 35 a 75° C no tempo total médio de 4 horas. Em escala laboratorial geralmente são utilizados liofilizadores para esta etapa, desta forma há uma importância em verificar o efeito dos tipos de secagens nas propriedades das gelatinas obtidas a partir de subprodutos de peixe.

### **3.4.3. Secagem por radiação infravermelha e combinada com convecção de ar quente**

Na grande maioria dos processos industriais de secagem, o tratamento térmico dos materiais envolve técnicas convencionais de fornecimento de energia tais como convecção e condução. Entretanto, estes modos de transferência de calor restringem as possibilidades de aumentar a eficiência de secadores no processamento de determinado produto e até mesmo no aumento da capacidade de produção. Neste contexto, as tecnologias radiantes são particularmente interessantes, a medida que permitem imediata e significativo fornecimento de energia ao produto a ser processado (SALAGNAC et al., 2004).

Entre as técnicas de radiação, a aplicação contínua ou intermitente da radiação infravermelha, de forma isolada ou acoplada com o aquecimento convectivo, tem se mostrado bastante promissora, tanto no que diz respeito à redução do tempo de secagem e, portanto, no consumo de energia, quanto no que diz respeito à garantia de uma degradação mínima da qualidade do produto (SANTOS, 2009).

O aquecimento infravermelho envolve energia eletromagnética na faixa de comprimento de onda de 0,75 a 100  $\mu\text{m}$ . As vantagens desta técnica incluem: (a) a simplicidade do equipamento; (b) fácil incorporação do aquecimento infravermelho com outros métodos de aquecimento (convectivo, condutivo e microondas); (c) fácil direcionamento da fonte de calor e transferência da energia eletromagnética no regime infravermelho para a superfície do material sem aquecimento do ar; (d) obtenção de altas taxas de transferência de calor com aquecedores compactos; (e) reduzida necessidade de uma alta velocidade do ar, minimizando o contato do material submetido à secagem com o oxigênio, (f) alta qualidade dos produtos finais e (g) significativa economia de energia (RATTI; MUJUMDAR, 1995).

A radiação infravermelha está se tornando uma fonte importante de tratamento por calor na indústria, devido às diversas vantagens, como, equipamentos simples, fácil manipulação, rápida resposta transiente, redução do tempo de secagem, além de obter um produto seco e uniforme com economia significativa de energia (NUTHONG et al. 2011; ONWUDE et al., 2018). No entanto, certas qualidades do produto final podem ser afetadas, tais como, redução do conteúdo de vitamina C e alteração na cor, em comparação com a secagem por convecção (ŁECHTAŃSKA et al., 2015; ONWUDE et al., 2016).

Estudos sobre o processo de secagem combinada (infravermelho e convectivo), com o intuito de economizar energia e melhorar a qualidade de diferentes produtos já foram relatados em outras pesquisas: maçã (ZHU et al., 2010), abacaxi (PONKHAM et al., 2012), alho (THUWAPANICHAYANAN et al., 2014), cebola (EL-MESERY; MWITHIGA, 2014), arroz (NACHAISIN et al., 2015); pimenta (MIHINDUKULASURIYA; JAYASURIYA, 2015) e batata doce (ONWUDE et al., 2019), no entanto, não foram encontrados resultados em material de origem animal, especificamente na produção de gelatina de peixe.

#### **3.4.4. Secagem por refractance window**

O processo de secagem por Refractance Window (RW) foi patenteado por Magoon (1986) e desenvolvido pela MCD Technologies Incorporated, por ele fundada em 1989 em Tacoma, Washington, EUA (ABONYI et al., 2001). Este método de secagem mantém a integridade de alimentos e ingredientes no que diz respeito à cor, sabor e nutrientes e tem sido estudado como um método potencial alternativo à liofilização, spray dryer e tambor de secagem para a produção de flakes e pós (EVRANUS, 2011). Além disso, o equipamento é simples e relativamente barato em comparação com outros tipos de secadores. Para a secagem de uma quantidade semelhante de material, o custo de um equipamento de Refractance Window é cerca de um terço do custo de um liofilizador, e consumo de energia inferior à metade (CASTOLDI, 2012; OCHOA-MARTÍNEZ et al., 2012).

O aparato consiste basicamente de um reservatório contendo água quente que circula por canaletas. Sobre a superfície da água quente se encontra um filme de poliéster transparente especial (Mylar, do fabricante DuPont). Sobre a superfície desse filme, uma fina camada do produto a ser seco é uniformemente aplicada (NINDO; TANG, 2007).

A energia térmica para a secagem é oriunda da água quente e é transferida para o material úmido por condução e radiação, através da interface do filme, o qual é relativamente transparente à radiação infravermelha (NINDO et al., 2007). O equipamento industrial conta com um sistema de exaustão, para a remoção do vapor d'água. No RW os três modos de transferência de calor, ou seja, condução, convecção e radiação, contribuem com a secagem (NINDO; TANG, 2007).

Esta técnica já foi aplicada para diversos tipos de alimentos, como: polpa de mirtilo (NINDO et al., 2007), polpa de tomate (CASTOLDI, 2012), polpa de açaí (PAVAN; SCHMIDT; FENG, 2012), polpa de manga (CAPARINO et al., 2012; ZOTARELLI et al., 2015) e mix de pupunha com tucupi (COSTA et al., 2018). Entretanto, após busca na literatura constatou-se que não existe nenhum trabalho acerca da secagem de gelatina de peixe por Refractance Window.



### 3.6. BALA DE GOMA COMESTÍVEL

#### 3.6.1. Bala comestível com gelatina de peixe

O Brasil ocupa lugar de destaque no mercado mundial de produtos de confeitaria, se posicionando como o 3º maior produtor mundial de balas, confeitos e gomas de mascar, atrás apenas dos Estados Unidos e da Alemanha. Segundo dados da Associação Brasileira das Indústrias de Chocolates, Cacau, Amendoim, Balas e Derivados (ABICAB, 2021). Em 2013 a produção brasileira de balas foi de 533 milhões de toneladas.

De acordo com a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (BRASIL, 1978), são denominados balas e caramelos as preparações à base de pasta de açúcar fundido, de formatos variados e de consistência dura ou semidura, com ou sem adição de outras substâncias permitidas. Dentre a grande variedade de produtos disponíveis comercialmente, as balas feitas com gel encontram grande aceitação do consumidor e elevada procura.

Os confeitos gelificados são um segmento significativo e crescente da indústria de produtos açucarados, sendo eles apresentados ao consumidor em uma grande variedade de formas (BILOTTI, 2007). Produtos de confeitaria em gel incluem balas de gomas ou jujubas, pastilhas e os populares produtos “gummy”. Sua textura, brilho e cor dependem da boa qualidade e dos tipos de matérias-primas utilizadas, das variáveis de formulação e de processamento (GARCIA, 2000).

As balas de gomas são confeitos muito populares na Europa e Estados Unidos, disponíveis em vários formatos, cores e sabores, inclusive na sua forma tradicional de ursinhos. No Brasil, entretanto, as balas geleificadas são preferencialmente fabricadas com amidos e os produtos à base de gelatina ainda representam uma pequena parcela das vendas de balas e confeitos, com potencial de crescimento (QUEIROZ, 1999).

Há tendência de grande crescimento do mercado de balas de gelatina no Brasil, visto que é um produto inovador com grande potencial de aceitação pelo público jovem. As balas de gelatina são uma grande classe de confeitos de baixa cocção e com alto conteúdo de umidade (cerca de 20% ou mais) cuja textura é fornecida pelo agente gelificante utilizado, podendo ser goma arábica, ágar, gelatina, pectina e amidos especiais. Garcia; Penteadó, (2006) relatam que os fatores determinantes para a aceitação e preferência dos consumidores em relação às gomas de gelatina são sua textura, a boa claridade ou ausência de turbidez e a cor clara e brilhante. Portanto, é essencial a

elaboração de produtos com atributos sensoriais atrativos ao consumidor para o sucesso de mercado.

### **3.6.2. Processamento de balas de goma**

Existem alguns métodos para a fabricação de balas de goma descritos na literatura. De acordo com Garcia e Penteadó (2006), as etapas básicas do processamento das balas de gelatina podem ser resumidas em cozimento, moldagem, remoção dos moldes, finalização e embalagem. O processo de fabricação das gomas de gelatina consiste basicamente em dissolver a gelatina no meio líquido em temperatura de 80 a 90°C sob agitação, adicionar os demais ingredientes, deixar em repouso em banho-maria a 70 °C por 30 minutos. Adicionar o ácido cítrico, aroma e corante, remover a espuma e depositar em moldes de amido. Deixar secar por 24 horas à temperatura ambiente, remover dos moldes, proceder à limpeza das gomas e aplicar banho de óleo especial de polimento e embalar, método semelhante descrito por Fontoura et al., (2013).

### **3.6.3. Parâmetros de qualidade de balas**

Para garantir a qualidade das balas são necessárias avaliações dos processos e dos produtos. Segundo Mothé (2001), a avaliação da qualidade das balas e caramelos pode ser realizada por dois métodos de análises:

**Sensoriais:** pode-se citar as características de cor e sabor como necessárias em qualquer bala e a textura como característica fundamental para balas de goma.

**Objetivas:** as análises microbiológicas, de peso, gordura, açúcares redutores e acidez são necessários em qualquer bala. A avaliação da umidade é fundamental para balas, pois determinará a dureza e mastigabilidade do produto, além da sua vida comercial. A textura de uma bala ou caramelo está diretamente relacionada com a umidade residual do produto.

### **3.6.4. Alimentos funcionais e outros ingredientes**

O governo, o setor agroindustrial e a comunidade científica estão entusiasmados com o potencial dos alimentos funcionais para melhorar a saúde dos cidadãos, promover a diversificação da dieta, viabilizando produtos de alto valor agregado, criando assim nichos de mercado para a agricultura familiar e para o extrativismo sustentável. Dessa

forma, o consumo de alimentos funcionais vem aumentando, como resultado de uma preocupação individual com a saúde (LAZZAROTTO, 2007).

Uma nova opção de alimento funcional que tem sido desenvolvido são os confeitos funcionais ou fortificados, os quais são uma tendência mundial e englobam os produtos com adição de vitaminas, minerais ou outros ingredientes com algum aspecto nutricional ou propriedade relacionada à saúde (GARCIA; PENTEADO, 2006).

A gelatina é um alimento natural que pode desempenhar um papel muito importante na alimentação funcional. Os alimentos que contêm gelatina oferecem um benefício adicional à saúde, uma vez que a gelatina se constitui em uma ótima fonte de proteínas, contém os aminoácidos glicina e prolina em elevada concentração e, portanto, exercem efeito benéfico nos ossos e nas articulações. Os alimentos funcionais que contêm gelatina oferecem, portanto, novas possibilidades para uma alimentação saudável (FIB, 2021).

Nesse contexto, os ingredientes utilizados na preparação de balas alimentícias são de grande importância. A utilização de polpa de cupuaçu (*Theobroma grandiflorum*) como ingrediente em balas de gelatina pode conferir sabor, cor e compostos bioativos tornando-as produtos funcionais, além de mascarar alguns *of flavor* que podem estar associados à gelatina (MCKERRACHER et al., 2016; SILVA et al., 2020). Segundo Alves (2013), o cupuaçu é considerado o fruto nativo amazônico que se destaca por seus componentes voláteis excepcionais que elevam a sua atratividade. A polpa da fruta é a sua parte com maior importância comercial, podendo ser armazenadas durante a safra, sendo posteriormente utilizadas, nos períodos de menor produção do fruto (FREIRE et al., 2009).

Diversos ingredientes com características e funções específicas, são utilizados para elaboração de balas, entre eles, o amido, que é importante fonte de carboidratos na nutrição humana. O papel do amido em confeitos de goma é fornecer sua estrutura de base e muitas de suas características texturais (VEIGA et al., 2000; MARFIL et al., 2012).

O amido está presente na maioria dos tecidos vegetais, depositado na forma granular em células definidas, como um carboidrato de armazenamento. As principais fontes botânicas de amido industrial são tubérculos, grãos e leguminosas (KARIM et al., 2000). A mandioca (*Manihot esculenta Crantz*) é uma parte importante da cultura alimentar em todo o mundo e é produzido em mais de 100 países. É fácil de cultivar e requer poucos insumos (com rendimentos de aproximadamente 10 toneladas por hectare),

por isso também é uma boa matéria-prima material para produção de produtos a base de amido (FONSECA-FLORIDO et al., 2019; REGO et al., 2020).

Os adoçantes também são utilizados na elaboração de balas de gomas e podem transmitir comportamentos de fluxo, texturas, aparências e, quando necessário, propriedades de sensação na boca. Devido ao seu amplo uso em géis de confeitaria, esses sistemas foram bem estudados (KUAN et al., 2016), mas só recentemente os alimentos sem açúcar ou com açúcar reduzido (usando adoçantes de baixa caloria ou sem calorias) se tornaram populares, embora esses não tenham sido tão bem estudados em géis de confeitaria (SHANKAR et al., 2013).

Em confeitaria, o adoçante costuma ser o fator mais crítico para a aceitação do consumidor devido aos seus efeitos tanto no sabor quanto na textura. O xilitol é um dos adoçantes de baixa caloria importantes na indústria de confeitaria (ASIF, 2015). Tem sido amplamente utilizado na indústria alimentícia por causa de seus inúmeros benefícios, como menos calorias, menor viscosidade em solução, boa estabilidade química e alta doçura. É facilmente solúvel em água em temperatura ambiente, portanto sua interação com a gelatina pode ser estudada (CAI et al., 2017).

No processo de obtenção de bala de goma, a água é o principal constituinte, apoiando as reações químicas e agindo como reagente nos processos hidrolíticos, portanto, remover a água ou ligá-la ao aumentar a concentração de sal comum ou açúcar nos alimentos inibe reações e retarda o crescimento de microrganismos, melhorando a vida útil (SLADE; LEVINE 1991). A interação física da água com proteínas, polissacarídeos, lipídeos e sais pode contribuir significativamente para a textura dos alimentos, pois os alimentos tendem a se tornar plásticos quando seus componentes hidrofílicos são hidratados. O conteúdo de água pode afetar a temperatura de transição vítrea de um alimento (a temperatura em que o material passa do comportamento vítreo para o emborrachado). Em géis de confeitaria, a água geralmente atua como um plastificante para ajudar na formação do gel (BUREY et al., 2009).

### 3.7. FERRAMENTAS ESTATÍSTICAS

#### 3.7.1. Planejamento Fatorial Fracionário

O planejamento fatorial fracionado é um planejamento em que apenas se executam um subconjunto ou "fração" selecionado dos experimentos que estão incluídos no planejamento fatorial completo. Este tipo de planejamento é uma opção apropriada

quando os recursos são limitados ou o número de fatores incluídos é grande, porque se usam menos experimentos que no planejamento fatorial completo. Ele tem o propósito de identificar efeitos significativos dos fatores utilizando experimentos pilotos (SANCHEZ et al., 2004; LUI; FINLEY, 2005).

Ao realizar experimentos industriais, é comum verificar a necessidade de estudar o efeito de um ou mais fatores de controle ao mesmo tempo (ABRAHAM et al., 1999). A aplicação das técnicas de planejamentos de experimentos fatoriais fracionados  $2^{k-p}$ , mostra-se como uma das soluções para esse tipo de problema. Montgomery (1998) ressalta que, com essas técnicas, é possível analisar os efeitos sobre uma resposta de interesse, de  $k$  fatores com dois níveis cada um, em  $2^{k-p}$  combinações de testes, realizando-se apenas uma parte (metade do experimento quando  $p$  é igual a um, ou um quarto do experimento quando  $p$  é igual a dois), do experimento sem comprometer significativamente a precisão das conclusões decorrentes da análise de resultados. Simultaneamente, os custos e o tempo de duração dos ensaios são significativamente reduzidos.

Segundo Abraham et al. (1999), quando são utilizadas as técnicas de experimentos fatoriais  $2^{k-p}$ , a equipe responsável assume que os efeitos de interação de ordem superior são desprezíveis. Nesse sentido, Box; Liu (1999) descrevem um estudo sobre as técnicas fatoriais fracionados  $2^{k-p}$  e ressaltam a eficiência de obter informações confiáveis com esses métodos.

### **3.7.2. Planejamento Fatorial Completo**

O planejamento fatorial completo ou delineamento composto central rotacional descreve as experiências mais adequadas para conhecer simultaneamente que efeito têm os fatores em uma resposta e descobrir se eles interagem uns com os outros. Os experimentos são planejados de tal forma que vários fatores são variados simultaneamente, evitando-se experimentos redundantes. Além disso, a informação procurada é obtida combinando as respostas de todos os experimentos. Isso permite obter a informação com o número mínimo de experimentos e com a menor incerteza possível, ou seja, permite conhecer a melhor relação entre a resposta e os fatores importantes (MONTGOMERY, 1998; LARA, 2000).

No processo de fabricação de gelatina existem vários fatores e níveis, que influenciam as características de qualidade do produto final e um problema comum encontrado ao realizar experimentos, é a necessidade de estudar simultaneamente o efeito

desses fatores com diferentes níveis de regulagens, haja vista que, o número de testes requeridos tende a crescer a medida que a quantidade de fatores aumenta. Antony et al. (1998); Montgomery (2005); Akinoso; Adeyanju (2012), sugerem que a solução dos problemas pode ser alcançada com mais facilidade quando os experimentos são planejados e as respostas analisadas com métodos e técnicas estatísticas.

A metodologia de superfície de resposta (RSM) é um conjunto de técnicas estatísticas, projetando experiências, construindo modelos, buscando as melhores condições e avaliando os efeitos de fatores (MANIVANNAN; RAJASIMMAN, 2011). Esta metodologia pressupõe o uso de técnicas de projeto experimental para investigar e aprender sobre a forma funcional de um processo que envolve fatores ou variáveis independentes. As vantagens de usar RSM são relatadas como redução no número de corridas experimentais para avaliar variáveis múltiplas e a capacidade da ferramenta estatística para identificar interações (NANDANE et al., 2017).

### **3.7.3. Planejamento de mistura**

A mistura de matérias-primas é de fundamental importância para os diversos setores tecnológicos. Os planejamentos experimentais para o estudo de misturas têm encontrado larga aplicação na ciência, na engenharia e particularmente na indústria (CORNELL, 1990; BRANCO, 2003). A partir de um delineamento de misturas, pode-se verificar como as propriedades de interesse são afetadas pela variação das proporções dos componentes da mistura, possibilitando a previsão quantitativa das propriedades de qualquer formulação no sistema estudado, realizando somente alguns experimentos (ALEXANDRE et al., 2001; SCHABBACH et al., 2003).

A aplicação da modelagem de misturas, metodologia de superfícies de resposta e otimização matemática e gráfica, conduz à definição de composições (misturas das mesmas matérias-primas) mais adequadas que atendam às propriedades especificadas para a aplicação (GOMES, 2004).

São utilizados especificamente para experimentos com misturas, os polinômios canônicos de Sheffé, em geral, as formas canônicas dos modelos de misturas são: linear, quadrático, cúbico completo e cúbico especial. Os coeficientes destas equações são determinados por rotinas de regressão linear múltipla. A análise de regressão consiste em estimar os parâmetros desconhecidos do modelo de regressão, ou seja, ajustar o modelo aos dados, além de verificar a adequação do modelo escolhido para representar a resposta de interesse (CORNELL, 1990).

Algumas vezes, por razões práticas, o domínio experimental para um planejamento de misturas deve ser limitado. Isto pode acontecer principalmente devido a dois motivos: (a) a necessidade da presença de todos os componentes para a formação de um determinado material ou para que a mistura apresente o efeito de interesse e (b) a incompatibilidade de algumas proporções entre os componentes na formação da mistura. Sendo assim, surge a necessidade de definir limites inferiores e/ou limites superiores para os componentes de uma mistura. Estes limites estabelecem um novo planejamento que representa uma fração do campo experimental original com coordenadas experimentais diferentes, mas que permitem um estudo eficiente e prático sem cair em situações impossíveis de aplicar o experimento (CALADO; MONTGOMERY, 2003; BARROS NETO et al., 2010).

Para superar as limitações dos planejamentos, Scheffé em 1963 apresentou um novo planejamento de misturas denominado planejamento centroide simplex. Esse planejamento permite reduzir o número de coeficientes de um modelo e, conseqüentemente, o número de pontos experimentais, levando a uma maior economia de tempo e reagentes (MASSART et al., 1997; VOINOVICH et al., 2009).

### **3.7.4 Análise de componentes principais**

A análise de componentes principais é uma técnica da estatística multivariada que consiste em transformar um conjunto de variáveis originais em outro conjunto de variáveis de mesma dimensão denominadas de componentes principais. Os componentes principais apresentam propriedades importantes: cada componente principal é uma combinação linear de todas as variáveis originais, são independentes entre si e estimados com o propósito de reter, em ordem de estimação, o máximo de informação, em termos da variação total contida nos dados (JOHNSON; WICHERN, 1997; KHATTREE; NAIK, 2000; REGAZZI, 2000).

A Análise de componentes principais – ACP ou PCA (do inglês Principal component analysis) foi primeiro introduzido por Pearson em 1901 e desenvolvida de forma independentemente por Hotelling em 1933. A PCA trata-se de uma técnica estatística capaz de representar dados multivariados em um subespaço de dimensão reduzido, de modo que a distância entre os pontos, que representam as amostras nesse subespaço, corresponda o tanto quanto possível às dissimilaridades entre os pontos no espaço de dimensão original (MORAIS, 2011).

A ACP é uma técnica de transformação de variáveis onde cada variável medida pode ser considerada como um eixo de variabilidade estando usualmente correlacionada com outras variáveis. Esta análise transforma os dados de forma a descrever a mesma variabilidade total existente, com o mesmo número de eixos originais, porém não mais correlacionados entre si. Graficamente pode ser descrita como a rotação de pontos existentes num espaço multidimensional originando eixos, ou componentes principais, que dispostos num espaço a duas dimensões representem variabilidade suficiente para indicar um padrão a ser interpretado (BERNARDI et al., 2001).

Neste método de análise multivariada é possível fazer o descarte de variáveis de menor significância para explicar a variação total, que resulta em menor tempo dispensado para execução e menor custo com experimentos (BARBOSA, 2005; RODRIGUES, 2011).

### **3.7.5. Análise de variância**

Análise de variância ou ANOVA, é uma poderosa ferramenta estatística desenvolvida por Ronald Aylmer Fisher, também é um modelo estatístico que testa se as médias de duas ou mais populações são iguais ou diferentes, através de duas hipóteses: a hipótese nula e a alternativa ( $H_0$  e  $H_1$ , respectivamente). Na hipótese nula, as médias destas populações são iguais. Isto significa que, estatisticamente, os tratamentos são iguais, não foram significantes. Na hipótese alternativa, as médias destas populações são diferentes, o que significa que um dos tratamentos testados pelo pesquisador apresentou diferença estatística dos demais (GOMES, 1990).

A Anova consiste em uma gama de modelos estatísticos onde a variação total entre os valores obtidos no experimento é particionada em diversos componentes identificáveis. Cada componente atribui sua variação a uma causa ou fonte de variação, onde o número de fatores ou causas de variação dependerá do delineamento a ser utilizado (RODRIGUES, 2015).

A ideia básica da Anova é verificar a variação das médias dentro dos grupos e entre os grupos, em relação à média geral de todos os indivíduos envolvidos no experimento. Segundo Lewis (1995), quando a variação entre os grupos for maior que a variação dentro dos grupos, existe diferença estatística significativa entre as médias dos grupos envolvidos no experimento.

Devido à robustez estatística do procedimento, a Anova acaba fornecendo resultados confiáveis mesmo com heterocedasticidade, desde que os tamanhos amostrais



dos grupos estudados sejam iguais ou aproximadamente iguais. Quando os tamanhos das amostras são grandes, a robustez da Anova também permite resultados confiáveis mesmo quando a variável em estudo apresente uma distribuição bastante desviada da normal (CALLEGARI-JACQUES, 2003).

## REFERÊNCIAS

ABICAB - Associação Brasileira de da Indústria de Chocolates, Cacau, Amendoim, Balas e Derivados. Disponível em < <http://www.abicab.org.br/estatisticas/>>. Acessado em 03 de Maio de 2021.

ABONYI, B. I.; FENG, H.; TANG, J.; EDWARDS, C. G.; CHEW, B. P.; MATTINSON, D. S.; FELLMAN, J. K. Quality Retention in Strawberry and Carrot Purees Dried with Refractance Window System. **Journal of Food Science**. v. 67, p. 1052-1056, 2001.

ABRAHAM, B.; CHIPMAN, H.; VIJAYAN, K. Some risks in the construction and analysis of supersaturated designs. **Technometrics**, v.41, p.135-141, 1999.

AGUIAR, G.P.S.; LIMBERGER, G.M.; SILVEIRA, E.L. Alternativas tecnológicas para o aproveitamento de resíduos provenientes da industrialização de pescados. **Interdisciplinar: Revista Eletrônica da UNIVAR**. v. 1, p. 229-225, 2014.

AHMAD, M.; BENJAKUL, S. Characteristics of gelatin from the skin of unicorn leatherjacket (*Aluterus monoceros*) as influenced by acid pretreatment and extraction time. **Food Hydrocolloids**. v. 25, p. 381-388, 2011.

AKANBI, C.T.; OLUDEMI, F.O. Effect of processing and packaging on the lycopene content of tomato products. **International Journal of Food Properties**. v. 7, p. 139-152, 2003.

AKINOSO, R.; ADEYANJU, J. A. Optimization of Edible Oil Extraction from Ofada Rice Bran Using Response Surface Methodology. **Food and Bioprocess Technology**. v. 5, p. 1372 -1378, 2012.

ALEXANDRE, J.; TOLEDO, R.; SABOYA, F.; PEREIRA, M. **Cerâmica**. v. 47, 2001.

ALFARO, A.T, FONSECA GG, COSTA CS, PRENTICE C. Effect of extraction parameters on the properties of gelatin from King weakfish (*Macrodon ancylodon*) bones. **Food Science and Technology International**. v. 15, p. 553-562, 2009.

ALFARO, A.T.; BALBINOT, E.; WEBER, C.I.; TONIAL, I.B.; MACHADO, A. Fish Gelatin: Characteristics, Functional Properties, Applications and Future Potentials. **Food Engineering Reviews**. v. 7, p. 33-44, 2015.

ALFARO, A.T.; FONSECA, G. G.; PRENTICE, C. Enhancement of functional properties of wami tilapia (*Oreochromis urolepis hornorum*) skin gelatin at different pH values. **Food and Bioprocess Technology**. v. 6, p. 2118-212, 2012.

ALFARO, A.T.; FONSECA, G.G.; BALBINOT, E.; PRENTICE, C. Characterization of wami tilapia (*Oreochromis urolepis hornorum*) skin gelatin: microbiological, rheological and structural chemists properties. **Food science and technology international**. v. 20, p. 373-381, 2014.

ALVES, D. P. (2013). Determinação de características físico-químicas de polpas de cupuaçu (*Theobroma grandiflorum Schum*) congeladas comercializadas em Ariquemes, Rondônia, Brasil. Monografia, Faculdade de Educação e Meio Ambiente, Ariquemes, Rondônia, Brasil.

ANTONY, J.; KATE, M.; FRANGO, A. Strategic methodology to the use of advanced statistical quality improvement techniques. **The TQM Magazine**. v. 10, p. 169-176, 1998.

ARNESEN, J. A.; GILDBERG, A. Extraction and characterisation of gelatine from Atlantic salmon (*Salmo salar*) skin. **Bioresource technology**. v. 98, p. 53-7, 2007.

ARNESEN, J. A.; GILDBERG, A. Extraction of muscle proteins and gelatine from cod head. **Process Biochemistry**. v. 41, p. 697-700, 2006.

ARRUDA, L. F. Aproveitamento dos resíduos do beneficiamento da tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*) para obtenção de silagem e óleo como subprodutos. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz/Universidade de São Paulo, 2004.

BARBOSA, L.; LOPES, P.S.; REGAZZI, J.A.; GUIMARÃES, S.E.F.; TORRES, R.D.A. Avaliação de características de carcaça de suínos utilizando-se a análise dos componentes principais. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v. 34, p. 2209-2217, 2005.

BARROS NETO, B.; SCARMÍNIO, I. S.; BRUNS, R. E. Como fazer experimentos: aplicações na ciência e na indústria, 4a. ed., Bookman: Porto Alegre, 2010.

BENJAKUL, S.; THIANILAKUL, Y.; VISESSANGUAN, W.; ROYTRAKUL, S.; KISHIMURA, H.; PRODPRAN,; MEESANE, J. Extraction and characterisation of

pepsin-solubilised collagens from the skin of bigeye snapper (*Priacanthus tayenus* and *Priacanthus macracanthus*). **Journal of the science of food and agriculture**. v. 90, p. 132- 138, 2010.

BERNARDI, J.V.E.; FOWLER, H.G.; LANDIM, P.M.B. Um estudo de impacto ambiental utilizando análises estatísticas espacial e multivariada. **Holos Environmental**. v. 1, p. 162-172, 2001.

BILOTTI, J. Back to Basics-Technology & Manufacture of Jelly Confections: Finishing of Jelly Confections. **Manufacturing Confectioner**, 2007.

BILUCA, C.F. MARQUETTI, C.; ALFARO, T.A. Produção de gelatina de pele e osso de bagre (*Clarias gariepinus*). **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**. v. 5, p. 418-42, 2011.

BORAN, G.; REGENSTEIN, M.J. In: Taylor SL (ed) Advances in food and nutrition research. **Academic Press**, UK, 2010.

BORDIGNON, C.A.; FRANCO, S.D.R.L.; GASPARINO, E.; YANJIMA, M.E; DEL VESCO, P.A.; VISENTAINER, V.J.; MIKCHA, G.M.J. Utilization of frozen and salted Nile tilapia skin for batch-processed gelatin extraction. **Revista Brasileira de Zootecnia**. v. 41, p. 473-478, 2012.

BOX, G.E.P.; LIU, P.Y.T. Statistics as a catalyst to learning by scientific method part I- an example. *Journal of Quality Technology*, v.31, p.1-15, 1999.

BRANCO, I. G.; GASPARETTO, C. A. Aplicação da metodologia de superfície de resposta para o estudo do efeito da temperatura sobre o comportamento reológico de misturas ternárias de polpa de manga e sucos de laranja e cenoura. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 23, p. 166-171, 2003.

BRASIL. Ministério Da Saúde. Portaria n. 2.914, de 12 de dezembro de 2011. Dispõe sobre os procedimentos de controle e de vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade. Disponível em: [http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/gm/2011/prt2914\\_12\\_12\\_2011.html](http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/gm/2011/prt2914_12_12_2011.html)> Acesso 8 de Maio de 2017.

BRASIL. Ministério Da saúde. Agência Nacional De Vigilância Sanitária – Anvisa. Resolução – CNNPA nº 12 de 1978. Disponível em <[http://www.anvisa.gov.br/anvisalegis/resol/12\\_78\\_balas.htm](http://www.anvisa.gov.br/anvisalegis/resol/12_78_balas.htm)>.03 de Maio de 2017.

BUENO, C. M. M. Extração e caracterização de gelatina de pele de tilápia e aplicação como agente encapsulante de óleo de salmão em micropartículas obtidas por coacervação complexa. Dissertação (Mestrado em Alimentos e Nutrição) - Universidade Estadual Alvim de Campinas, 2008.

BUENO, C.M.; I.D.; KOBERSTEIN, T.C.R.D.; PORTELA, M.C.; GROSSO, C. Produção de gelatina de pele de tilápia e sua utilização para obtenção de micropartículas contendo óleo de salmão. **Brazilian Journal of Food Technology**. v. 14, p. 65-73, 2011.

BUI, X. D.; VO, C. T.; BUI, V. C.; PHAM, T. M.; BUI, T. T. H.; NGUYEN-SY, T.; NGUYEN, T. D. P.; CHEW, K. W.; MUKATOVA, M. D.; SHOW, P. L. Optimization of production parameters of fish protein hydrolysate from *Sarda Orientalis* black muscle (by-product) using protease enzyme. **Clean Technol Environ Policy**. v. 40, p. 23-31, 2021.

BUREY, P.; BHANDARI, B. R.; RUTGERS, R.P.G.; HALLEY, P. J.; TORLEY. P. J. Confectionery Gels: A Review on Formulation, Rheological and Structural Aspects. **International Journal of Food Properties**. v. 12, p. 176-210, 2009.

CAI, L.; FENG, J.; REGENSTEIN, J.; LV, Y.; LI, J. Confectionery gels: Effects of low calorie sweeteners on the rheological properties and microstructure of fish gelatina. **Food Hydrocolloids**. v. 67, p. 157-165, 2017.

CALADO, V.; MONTGOMERY, D.; Planejamento de experimentos usando o statistica, 1a. ed., E-papers: Rio de Janeiro, 2003.

CALLEGARI-JACQUES, S. M. Bioestatística: Princípios e aplicações. Porto Alegre: Artmed, 2003.

CASTOLDI, M. Estudo do processo de secagem de polpa de tomate por Refractance Window. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2012.

- CHO, S. M.; KWAK, K. S.; PARK, D. C.; GU, Y. S.; JI, C. I.; JANG, D. H.; LEE, Y. B.; KIM, S. B. Processing optimization and functional properties of gelatin from shark (*Isurus oxyrinchus*) cartilage. **Food Hydrocolloids**. v. 18, p. 575-579, 2004.
- CHOI, S.S.; REGENSTEIN, J.M. Physicochemical and sensory characteristics of fish gelatin. **Journal of Food Science**. v. 65, p. 194–199, 2000.
- COLE, C.G.B. Gelatin. In: Francis FJ (ed) Encyclopedia of food science and technology, 2nd edn. Wiley, New York. 2000.
- COLE, C.G.B.; ROBERTS, J.J. Gelatine colour measurement. *Meat Science – Journal*. v. 45, p. 23–31, 1997.
- CORNELL, J. A. Experiments with mixtures-designs, models, and the analysis of mixtures data, 2nd Ed., Wiley, New York, v. 19, 1990.
- COSTA, R.D.S; RODRIGUES, A.M.C; LAURINDO, J.B.; SILVA, L.H.M. Development of dehydrated products from peach palm–tucupi blends with edible film characteristics using refractive window. **Journal of Food Science and Technology**. v. 56, p. 560-570, 2019.
- DAMORADAN, S.; PARKIN, K.; FENNEMA, O.R. *Química de Alimentos de Fennema*, Porto Alegre: Artmed, 2010.
- DAY, J.G.; STACEY, G.N. *Cryopreservation and Freeze-Drying Protocols*. Humana Press, 2008.
- DEHNAD, D.; JAFARI, S.M.; AFRASIABI, M. Influence of drying on functional properties of food biopolymers: from traditional to novel dehydration techniques. **Trends in Food Science & Technology**. v. 57, p. 116-131, 2016.
- DEMAN, J.M. Principles of food Chemistry. Aspen: Maryland, p.147-149, 1999.
- DENNS, A.B.; DESSAUVAGES, B.; GUEDJI, S.; RIDOUX, C.; MEFFRE, N. Molecular weight determination of hydrolyzed collagens. **Food Hydrocolloids**. v. 22, p. 989-94, 2008.
- DINCER, I.; DOST, S. An analytical model for moisture diffusion in solid objects during drying. **Drying Technology**. v. 13, p. 425-435, 1995.

DOE, P. E. Fish drying & smoking: **Production and quality**. Lancaster: Editorial Technomic, 1998.

DOYMAZ, I. Effect of pre-treatments using potassium metabisulphide and alkaline ethylolate on the drying kinetics of apricots. **Biosystems Engineering**. v. 89, p. 281-287, 2004.

EL-MESERY; MWITHIGA, G. Mathematical modelling of thin layer drying kinetics of onion slices hot-air convection, infrared radiation and combined infrared-convection drying. **Advances in Environmental Biology**. v. 8, 2014.

EVSPANUZ, E. O. Drying vegetables: new technology, equipment and examples. In: Handbook of Vegetables and Vegetable Processing. Ed. Sinha, N. K. Blackwell Publishing Ltd, 299-315, 2011.

EYSTURSKARD, J.; HAUG, I.J., ULSET, A.S., DRAGET, K.I. Mechanical properties of mammalian and fish gelatins based on their weight average molecular weight and molecular weight distribution. **Food Hydrocolloids**, v. 23, p. 2315-2321, 2009.

FADINI, A.L.; FACCHINI, F.; QUEIROZ, M.B.; ANJOS, V.D.A.; Yotsuyanagi, K. Influência de diferentes ingredientes na textura de balas moles produzidas com e sem goma gelana. **Boletim CEPPA**, v. 21, p. 131-140, 2003.

FAN, H. Y., DUMONT, M.J., SIMPSON, B.K. Extraction of gelatin from salmon (*Salmo salar*) fish skin using trypsin-aided process: optimization by Plackett–Burman and response surface methodological approaches. **Journal of Food Science and Technology**. v. 54, p. 4000-4008, 2017.

FELLOWS, P.J. **Tecnologia do Processamento de Alimentos: princípios e prática**. 2ª Edição. Porto Alegre. Artmed, 2006.

FELTES, M.C.M.; CORREIA, J.F.G.; BEIRÃO, L.H.; BLOCK, J.M., NINOW, J.L.; SPILLER, V.R. Alternativas para a agregação de valor aos resíduos da industrialização de peixe. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.14, p. 669-677, 2010.

FERNÁNDEZ-DÍAS, M.D.; MONTERO, P.; GÓMEZ-GUILLÉN, M.C. Effect of freezing fish skins on molecular and rheological properties of extracted gelatin. **Food Hydrocolloids**. v. 17, p. 281-286, 2003.

FERRARO, V.; ANTON, M.; SANTÉ-LHOUELLIER, V. The “sisters”  $\alpha$ -helices of collagen, elastin and keratin recovered from animal by-products: Functionality, bioactivity and trends of Application. **Trends in Food Science & Technology**. v. 51, p. 65-75, 2016.

FIB, 2021. Food Ingredients Brasil A gelatina e seus benefícios para a saúde humana. Revista N° 18, 2011 [https://revista-fi.com.br/upload\\_arquivos/201606/2016060938829001467203691.pdf](https://revista-fi.com.br/upload_arquivos/201606/2016060938829001467203691.pdf) Acessado em 10 de Setembro de 2021.

FONSECA-FLORIDO, H. A., MÉNDEZ-MONTEALVO, G., VELÁZQUEZ DE LA CRUZ, G., RODRÍGUEZ-GARCÍA, M. E., BELLO-PÉREZ, L. A., HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, E.; GÓMEZ-ALDAPA, C. A. Physicochemical characteristics of stored gels from starch blends. **LWT**. V. 114, p. 108408, 2019.

FONTOURA, L.M.; CORREA, A.F.; VICENTE, J.; MELEIRO, C.H.A.; FARALOSSO, F.B. Formulação de balas enriquecidas com ferro, cálcio, beta-caroteno, licopeno e vitamina C. **Acta Tecnológica**. v. 8, p.36-43, 2013.

FRATZL, P. CHAPTER 1: **Structure and Mechanics, an Introduction**. In Collagen: Structure and Mechanics, p. 1-13, 2008.

FREIRE, M. T. A., PETRUS, R. R., FREIRE, C. M. A., OLIVEIRA, C. A. F., FELIPE, A.; GATTI, J. B. Caracterização físico-química, microbiológica e sensorial de polpa de cupuaçu congelada (*Theobroma grandiflorum Schum*). **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 12, p. :9-16, 2009.

GARCIA, T. Analysis of gelatin-based confections. Manufacturing Confectioner Glen Rock, 2000.

GARCIA, T.; PENTEADO, M.V.C. Qualidade de balas de gelatina fortificadas com vitaminas A, C e E. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. v. 25, p. 743-749, 2006.



GARVICAN, E. R.; Vaughan-Thomas, A.; INNES, J. F.; CLEGG, P. D. Biomarkers of cartilage turnover. Part 1: Markers of collagen degradation and synthesis, **The Veterinary Journal**. v.185, p 36- 42, 2010.

GELITA. Improving Quality of Life. <https://www.gelita.com/pt-pt/gelatinaversatil>  
Acessado em 10 de Setembro de 2020.

GILSENAN, P.M.; ROSS-MURPHY, S.B. Rheological characterization of gelatins from mammalian and marine sources. **Food Hydrocolloids**. v. 14, p. 191-195, 2000.

GOMES, C. M. Avaliação do comportamento reológico de suspensões cerâmicas triaxiais utilizando abordagem do delineamento de misturas, Dissertação de Mestrado, UFSC, Florianópolis, 2004.

GOMES, F. P. Curso de estatística experimental. 13. ed. Piracicaba: Nobel, 1990.

GÓMEZ-GUILLÉN, M. C.; MONTERO, P. Extraction of gelatin from megrim (*Lepidorhombus boscii*) skins with several organic acids. **Journal of Food Science**. v. 66, p. 213-216, 2001.

GÓMEZ-GUILLÉN, M.C.; GIMÉNEZ, B.; LOPEZ-CABALLERO, M.E.; MONTERO, GÓMEZ-GUILLÉN, M.C.; GIMÉNEZ, B.; LÓPEZ-CABALLERO, M.E.; MONTERO, M, P. Functional and bioactive properties of collagen and gelatin from alternative sources: A review. **Food Hydrocolloids**. v. 25, p. 1813- 1827, 2011.

GÓMEZ-GUILLÉN, M.C.; TURNAY, J.; FERNANDZ-DIÁZ, M.D.; ULMO, N.; LIZARBE, M.A.; MONTERO, P. Structural and physical properties of gelatin extracted from different marine species: a comparative study. **Food Hydrocolloid**. v. 16, p. 25–34, 2002.

GONÇALVES, A. A.; ROHR, M. Desenvolvimento de balas mastigáveis adicionadas de inulina. **Revista Alimentos e Nutrição**. v. 20, p. 471-478, 2009.

GONZÁLES, C. G.; SERENO, J. F. T. Tecnología de los productos de charcutería y salazones. Acribia, Zaragoza, 2002.

GUDMUNDSSON, M.; HAFSTEINSSON, H. Gelatin from cod skins as affected by chemical treatments. **Journal of Food Science**, v. 62, p. 37-39, 1997.

GRAND VIEW (2021) <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/gelatin-market-analysis> Acessado em 17 de Setembro de 2021.

HAUG, I.J.; DRAGET, K.I.; SMIDSR, D.O. Physical and rheological properties of fish gelatin compared to mammalian gelatin. **Food Hydrocolloids**. v. 18, p. 202-213, 2004.

HUANG T., TU, Z.C., WANG, H., LIU, W., ZHANG, L., ZHANG, Y., SHAN GGUAN, X.C. Comparison of rheological behaviors and nanostructure of bighead carp scales gelatin modified by different modification methods. **Journal of Food Science and Technology**. v. 54, p. 1256-1265, 2017.

IBARZ, A.; BARBOSA-CANOVAS, G. V. Deshidratación y Operaciones Unitarias en la Ingeniería de Alimentos, Lancaster, Basel, 1999.

JAMILAH, B.; HARVINDER, K.G. Properties of gelatins from of fish – Black tilapia (*Oreochromis mossambicus*) and red tilapia (*Oreochromis nilotica*). **Food Chemistry**, v. 77, p. 81-84, 2002.

JOHNSON, R. A.; WICHERN, D. W. Applied multivariate statistical analysis. 4th ed. Upper Saddle River, New Jersey: Prentice-Hall, p. 815, 1999.

JOHNSTON-BANKS, F.A. Gelatin. In: Harris P (ed) Food gels. Elsevier Applied Science Publishers, London, 1990.

JUNQUEIRA, L.C.; CARNEIRO, J. Histologia básica. São Paulo: Guanabara Koogan, 2008.

KARIM, A.A.; BHAT, R. Fish gelatin: properties, challenges an prospects as an alternative to mammalian gelatins. **Food Hydrocolloid**. v. 23, p. 563–576, 2009.

KARIM, ABD.; NORZIAH, A.; SEOW, C. C. Métodos para o estudo da retrogradação do amido. **Food Chemistry**. v. 71, p. 9-36, 2000.

KHATTREE, R.; NAIK, D.N. Multivariate data reduction and discrimination with SAS software. Cary, NC, USA: SAS Institute Inc., p. 558, 2000.

KIM, S.K.; MENDIS, E. Bioactive compounds from marine processing byproducts - A review. **Food Research International**. v. 39, p. 383-393, 2006.

KOLI, M.J.; BASU, S.; NAYAK, B.B.; PATANGE, B.S.; PAGARKAR, U.A.; GUDIPATI, V. Functional characteristics of gelatin extracted from skin and bone of Tiger-toothed croaker (*Otolithes ruber*) and Pink perch (*Nemipterus japonicus*). **Food and Bioproducts Processing**. v. 90, p. 555-562, 2012.

KROKIDA, M. K.; KARATHANOS, V. T.; MAROULIS, Z. B.; MARINOS-KOURIS, D. Drying kinetics of some vegetables. **Journal of Food Engineering**. v. 59, p. 391-403, 2003.

KROKIDA, M. K.; MAROULIS, Z. B. Heat and mass transfer coefficients in drying: Compilation of literature data. **Drying Technology**. v.20, p. 1-18, 2002.

KUAN, Y.H.; NAFCHI, A.M.; HUDA, N.; ARIFFIN, F.; KARIM, A. A. Effects of sugars on the gelation kinetics and texture of duck feet gelatina. **Food Hydrocolloids**, v. 58, p. 267-275, 2016.

LARA PORRAS, A.M. “Diseño Estadístico de Experimentos, Análisis de la Varianza y Temas Relacionados: Tratamiento Informático mediante SPSS.” Proyecto Sur de Ediciones. 2000.

LAZZAROTTO, E.; CUNHA, M.A.A.; RODRIGUES, M.B.; MENDONÇA, S.N.T.G. Bala de Gelatina com Fibras: Caracterização e Avaliação Sensorial. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**. v. 02, p. 22-34, 2008.

ŁECHTAŃSKA, M.; SZADZIŃSKA, J.; KOWALSKI, S. J. Microwave- and infrared-assisted convective drying of green pepper: quality and energy considerations. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**. v. 98, p. 155 - 164, 2015.

LEWIS, D. G. Análise de Variância. São Paulo: Harbra, 1995.

LI, Y., TANG, C., HE, Q., LI, X., ZHANG, A. Extraction Optimization and Characterization of Gelatin from Half-Smooth Tongue Sole (*Cynoglossus semilaevis Gunther*). **Journal of Aquatic Food Product Technology**. v. 28, p. 637-648, 2019.

LINDEN, G; LORIENT, D. New ingredients in food processing: biochemistry and agriculture. Boca Raton (FL): CRC Press; 2000.

LIU, H.; LI, D.; GUO, S. Rheological properties of channel catfish (*Ictalurus punctatus*) gelatine from fish skins preserved by different methods. **LWT - Food Science and Technology**. v. 41, p. 1425-1430, 2008.

LIU, P.; ZHANG, M.; MUJUMDAR, A.S. Comparison of three microwave-assisted drying methods on the physiochemical, nutritional and sensory qualities of re-structured purple-fleshed sweet potato granules. **International Journal of Food Science and Technology**. v. 47, p. 141-147, 2012.

LIU, Z.; GE, X.; LU, Y.; DONG, S.; ZHAO, T.; ZENG, M. Effects of chitosan molecular weight and degree of deacetylation on the properties of gelatine-based films. **Food Hydrocolloids**, v. 26, p. 311-317, 2012.

LIU, Z.; OLIVEIRA, A.C.M.; SU, Y. Purification and characterization of pepsin-solubilized collagen from skin and connective tissue of giant red sea cucumber (*Parastichopus californicus*). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. v. 58, p. 1270-1274, 2010.

LUI RH, FINLEY J. Potential cell culture models for antioxidant research. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. v. 53, p. 4311-4314, 2005.

ASIF, M. Low caloric sweeteners for diabetes and obesity care and their. **Journal of Pharmaceutical Care**, v. 1, p. 104-113, 2015.

MANIVANNAN, P.; RAJASIMMAN, M. Optimization of process parameters for the osmotic dehydration of beetroot in sugar solution. *Journal of Food Process Engineering*. v. 34, p. 804–825, 2011.

MARFIL, P.H.M., ANHÊ, A.C.B.M.; TELIS, V.R.N. Texture and Microstructure of Gelatin/Corn Starch-Based Gummy Confections. **Food Biophysics**. v. 7, p. 236-243, 2012.

MASILAMANI, D., MADHAN, B., SHANMUGAM, G., PALANIVEL, S.; NARAYAN, B. Extraction of collagen from raw trimming wastes of tannery: a waste to wealth approach. *Journal of Cleaner Production*, v. 113, p. 338-344, 2016.

MASSART, D. L.; VANEGINSTE, B. G. M.; BUYDENS, J. M. C.; JONG, S.; LEWIS, P. J.; SMEYERS-VERBERKE, J. Handbook of Chemometrics and Qualimetrics, 1st ed., Part A, vol. 20B, Elsevier: Amsterdam, 1997.

MCKERRACHER, L.; COLLARD, M.; HENRICH, J. **Food aversions and cravings during pregnancy on yasawa island, Fiji. Human Nature.** v. 27, p. 1-20, 2016.

MENEZES, E.M.S. Efeito da alta pressão hidrostática em polpa de açaí précongelada (*Euterpe oleracea*, Mart.). Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos), Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ. p. 83, 2005.

MIHINDUKULASURIYA, S.D.F.; JAYASURIYA, H.P.W. Drying of chilli in a combined infrared and hot air rotary dryer. **Journal of Food Science and Technology.** v. 52, p. 4895-4904, 2015.

MOHTAR, N.F.; PERERA, C.; QUEK, S. Optimization of gelatine extraction from hoki (*Macruronus novaezelandiae*) skins and measurement of gel strength and SDS-PAGE. **Food Chemistry.** v. 122, p. 307-31, 2010.

MONTERO, M., ACOSTA, Ó. G. Tuna skin gelatin production: optimization of extraction steps and process scale-up. **CyTA - Journal of Food.** v. 18, p. 580-590, 2020.

MONTEVALI, A.; MINAEI, S.; KHOSHTAGAZA, M.H. Evaluation of energy consumption in different drying methods. **Energy Conversion and Management.** v. 52, p. 1192-1199, 2011.

MONTGOMERY, D. C. Design and analysis of experiments: Response surface method and designs. New Jersey: John Wiley and Sons, Inc. 2005.

MONTGOMERY, D. C. Diseño y análisis de experimentos. Grupo Editorial Iberoamérica, 1998.

MORAIS, J. T. G. L. Análise de componentes principais integrada a redes neurais artificiais para predição de matéria orgânica. Dissertação de mestrado, p. 68, 2011.

MOTHÉ, J.R.A. Tecnologia de fabricação de balas e caramelos. Porto Alegre: CEAPIA – Centro de Apoio ao Profissional e Indústria de Alimentos, 2001.

MUYONGA, J.H.; COLE, C.G.B.; DUODU, K.G. Extraction and physicochemical characterisation of Nile perch (*Lates niloticus*) skin and bone gelatin. **Food Hydrocolloid**. v. 18, p. 581-59, 2004.

NACHAISIN, M.; JAMRADLOEDLUK, J.; NIAMNUY, CHALIDA. Application of combined far-infrared radiation and air convection for drying of instant germinated brown rice. **Journal of Food Process Engineering**. v. 39, p. 306 – 3018, 2015.

NANDANE, A.S.; DAVE, R. K.; RAO, T. V. R. Optimization of edible coating formulations for improving postharvest quality and shelf life of pear fruit using response surface methodology. *Journal of Food Science and Technology*. v. 54, p. 1-8, 2017.

NINDO, C. I.; POWERS, J. R.; TANG, J. Influence of Refractance Window evaporation on quality of juices from small fruits. *LWT - Food Science and Technology*, v. 40, p. 1000– 1007, 2007. 75 NINDO, C. I.; TANG, J. Refractance Window Dehydration Technology: A Novel Contact Drying Method. **Drying Technology**, v. 25, p. 37–48, 2007.

NIU, L.; ZHOUB, X.; YUANA, Y.; BAIA, Y.; LAIA, K.; YANGA, F.; HUANG, Y. Characterization of tilapia (*Oreochromis niloticus*) skin gelatin extracted with alkaline and different acid pretreatments. **Food Hydrocolloids**. v. 33, p. 336-341, 2013.

NUTHONG, P.; ACHARIYAVIRIYA, A.; NAMSANGUAN, K.; ACHARIYAVIRIYA, S. Kinetics and modeling of whole longan with combined infrared and hot air. **Journal of Food Engineering**. v. 102, p. 233–239, 2011.

Official methods of analysis (AOAC). Association of Analytical Communities 17<sup>a</sup> ed. 2002.

OLIVEIRA, V.M., ASSIS, C.R.D., HERCULANO, P.N., CAVALCANTI, M.T.H., BEZERRA, R.S.; PORTO, A.L.F.: Collagenase from smooth weakfish: extraction, partial purification, characterization and collagen. **Boletim do Instituto de Pesca**. v. 43, p. 52-64, 2018.

ONWUDE, D. I., HASHIM, N.; CHEN, G. Recent advances of novel thermal combined hot air drying of agricultural crops. **Trends in Food Science & Technology**. v. 57, p. 132 - 145, 2016.

ONWUDE, D.; NORHASHILA, H. C.; KHALINA, A.; RIMFIEL, J.; GUANGNAN, C. The effectiveness of combined infrared and hot-air drying strategies for sweet potato. **Journal of Food Engineering**. v. 241, p. 75 - 87, 2019.

SHANKAR, P.; AHUJA, S.; SRIRAM, K. Non-nutritive sweeteners: Review and update. *Nutrition*. v. 29, p. 11-12, 2013.

PAPON, P.; LEBLOND, J.; MEIJER, P.H.E. Gelation and transitions in biopolymers. In *The Physics of Phase Transitions: Concepts and Applications*, Berlin: Springer, 2007.

PARDI, M.C.; SANTOS, F.I.; SOUZA, E.R; PARDI, H.S. **Ciência, Higiene e Tecnologia da Carne**. v. 2, 1996.

PARK, C. H., LEE, J. H., KANG, K. T., PARK, J. W.; KIM, J. Characterization of acid-soluble collagen from Alaska pollock surimi processing by-products (refiner discharge). **Food Science and Biotechnology**, v, 16, p. 549-556, 2007.

PAVAN, M. A.; SCHMIDT, S. J.; FENG, H. Water sorption behavior and thermal analysis of freeze-dried, Refractance Window-dried and hot-air dried açai (*Euterpe oleracea Martius*) juice. **LWT - Food Science and Technology**, v. 48, p. 75-81, 2012.

PINTO, L. A. A.; TOBINAGA, S. Modelos de secagem em camada fina de alimentos: uma revisão da literatura. *Vetor*, Rio Grande, n.6, p. 33-49, 1996.

PISANO, R.; BARRESI, A. A.; FISSORE, D. Innovation in monitoring food freeze drying. **Drying Technology**. v. 29, p. 1920 - 1931, 2011.

PONKHAM, K.; MEESO, N.; SOPONRONNARIT, S.; SIRIAMORN PUN, S. Modeling of combined far-infrared radiation and air drying of a ring shaped-pineapple with/without shrinkage. **Food and Bioproducts Processing**. v. 90, p. 155 - 164, 2012.

PRESTES, R. C. Colágeno e seus derivados: características e aplicações em produtos cárneos. **UNOPAR Científica Ciências Biológicas e da Saúde**, v. 15, p. 65-74, 2013.

QUEIROZ, M.B. Secretaria de Agricultura e Abastecimento. Centro de Tecnologia de Cereais e Chocolate. Balas de Gomas e Doces Gelificados: Ingredientes e Tecnologia de Fabricação. **ITAL- Manual técnico de tecnologia de fabricação de balas**. n. 17, p. 39-49, 1999.

RAHMAN, M.S.; AL-SAIDI, G.S; GUIZANI, N. Thermal characterisation of gelatin extracted from yellowfin tuna skin and commercial mammalian gelatin. **Food Chemistry**. v. 108, p. 472-481, 2008.

RAMÍREZ-NAVAS, J.S. Liofilización de Alimentos. **Revista Reciteia**. v. 6, p. 1-39, 2006.

RATTI, C. Hot air and freeze-drying-value foods: a review. **Journal of Food Engineering**. v. 49, p. 311-319, 2001.

RATTI, C. MUJUMDAR, A. S. “Infrared Drying”, In: A. S. Mujumdar (Vol. Eds.), Handbook of Industrial Drying, Vol. 1, p. 567-588, Marcell Dekker, Inc., New York, 1995.

REGAZZI, A. J. Análise multivariada, notas de aula INF 766, Departamento de Informática da Universidade Federal de Viçosa, v. 2, 2000.

REGO, J. A. R.; COSTA, M. L.; BRASIL, D. S. B.; CRUZ, J. N.; COSTA, C. M. L.; SANTANA, E. B.; FURTADO, S. V.; LOPES, A. S. Characterization and Evaluation of Filmogenic, Polymeric, and Biofilm Suspension Properties of Cassava Starch Base (*Manihot esculenta* Crantz) Plasticized with Polyols. **Brazilian Journal of Development**. v. 6, p. 50417-50442, 2020.

RIBEIRO, P. F. F. A. C. Processo de Liofilização de Produtos Alimentares Perecíveis. P. 117, Dissertação de mestrado - Instituto Superior De Engenharia De Lisboa, Lisboa, Portugal, 2013.

RODRIGUES, A. Análise estatística na avaliação de teste de degradação acelerada de conjuntos cerâmicos em fachadas / Andriago Rodrigues; orientador: Elídio Angioletto. – Criciúma, SC : Ed. do Autor, 2015.

RODRIGUES, D. O. Análise dos componentes principais das características e composição das carcaças de cordeiros Pantaneiros e Comerciais. Dissertação de mestrado, p. 61, 2018.

RUSTAD, T. Utilization of marine by-products. **Electronic Journal of Environmental. Agricultural and Food Chemistry**. v. 2, p. 458-463, 2003.



SAE-LEAW, T., BENJAKUL, S., O'BRIEN, N.M. Effect of pretreatments and drying methods on the properties and fishy odour/flavor of gelatin from seabass (*Lates calcarifer*) skin. **Drying Technology**. v. 34, p. 53-65, 2016.

SALAGNAC, P.; GLOUANNEC, P.; LECHARPENTIER, D. Numerical modeling of heat and transfer in porous médium during combined hot air, infrared and microwave heating international. **Journal of heat and mass transfer**. v. 47, p. 4489-4489, 2004.

SANCHEZ, L.; MITJANS, M.; INFENTE, M. R.; VINARDELL, M. P. Assessment of the potential skin irritation of lysine-derivative anionic surfactants usig mouse fibroblast and human keratinocytes as an alternative to animal testing. **Pharmac Res**. v. 21, p. 1637-1641, 2004.

SANTOS, C. J. R. Secagem de sementes de girassol via radiação infravermelha e convecção forçada de ar aquecido. Dissertação de mestrado, Universidade Tirantes, 2009.

SCHABBACH, L. M.; OLIVEIRA, A. P.; FREDEL, N. M.; HOTZA, C. D. American Ceramic Society Bulletin. v. 82, 2003.

SCHOTT, A. Functions of gelatine in food applications. American association Cereal Foods World. v. 46, p. 414-416, 2001.

SCHRIEBER, R., GAREIS, H. Gelatin handbook e Theory and industrial practice. **Wiley-VCH**. ISBN: 978-3-52731548-2, 2007.

SEE, S.F.; HONG, P.K; WAN, A.W.M.; BABJI, A.S. Physicochemical properties of gelatins extracted from skins of different freshwater fish species. **International Food Research Journal**. v. 17, p. 809-81, 2010.

SENADEERA, W.; BHANDARI, B.R.; YOUNG, G.; WIJESINGHE, B. Influence of shapes of selected vegetable materials on drying kinetics during fluidized bed drying. **J. Journal of Food Engineering**. v. 58, p. 277-283, 2003.

SHA, X.M., TU, Z.C., LIU, W., WANG, H., SHI, Y., HUANG, T., MAN, Z.Z. Effect of ammonium sulfate fractional precipitation on gel strength and characteristics of gelatin from bighead carp (*Hypophthalmichthys nobilis*) scale. **Food Hydrocolloid**. v. 36, p. 173-180, 2014.

SHAKILA, J.R.; JEEVITHAN, E.; VARATHARAJAKUMAR.; JEYASEKARAN, G.; SUKUMAR, D. Functional characterization of gelatin extracted from bones of red snapper and grouper in comparison with mammalian gelatin. **LWT - Food Science and Technology**. v. 48, p. 30-36, 2012.

SHARIF, K. M.; RAHMAN, M.M.; AZMIR, J. Mohamed, A.; Jahurul, M.H.A.; Sahena, F.; Zaidul, I.S.M. Experimental design of supercritical fluid extraction – A review. **Journal of Food Engineering**. v. 124, p. 105-116, 2014.

SILVA, E.V.C., LOURENÇO, L.F.H., PENA, R.S. Optimization and characterization of gelatin from kumakuma (*Brachyplatystoma filamentosum*) skin. **CyTA - Journal of Food**. v. 15, p. 361-368, 2017.

SILVA, G.S.R.S.; BANDEIRA, S.F.; PETRY, F.C.; PINTO, A. Extração de gelatina a partir de peles de cabeças de carpa comum. **Ciência Rural**. v. 41, p. 904-909, 2011.

SILVA, I. S.; SARMENTO, L. R.; BOEIRA, L. S. Optimization of camu-camu pulp concentration added in gummy candies. **Brazilian Journal of Development**. v. 6, p. 21771-21790, 2020.

SILVA, I. S.; SARMENTO, L. R.; BOEIRA, L. S. Optimization of camu-camu pulp concentration added in gummy candies. **Brazilian Journal of Development**. v. 6, p. 21771-21790, 2020.

SILVA, T.F.; PENNA, A.L.B. Chemical characteristics and functional properties of collagen. **Revista Instituto Adolfo Lutz**. v. 71, p. 530-539, 2012.

SIONKOWSKA, A. The influence of UV light on collagen/poly (ethylene glycol) blends. **Polymer Degradation and Stability**. v. 91, p. 305-312, 2006.

SLADE, L. AND LEVINE, H. Beyond Water Activity — Recent Advances Based on an Alternative Approach to the Assessment of Food Quality and Safety. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**. v. 30, p. 115–360. 1991.

SONGCHOTIKUNPAN, P.; TATTIYAKUL, J.; SUPAPHOL, P. Extraction and electrospinning of gelatin from fish skin. **International Journal of Biological Macromolecules**. v. 42, p. 247-255, 2008.

SOW, L. C.; YANG, H. Effects of salt and sugar addition on the physicochemical properties and nanostructure of fish gelatin. **Food Hydrocolloids**. v. 45, p. 72-82, 2015.

STRUMILLO, C.; KUDRA, T. **Drying: Principles, applications and design**. New York: Gordon and Breach Science Publishers, 1986.

TE NIJENHUIS K. **Gelatin Advances** in polymer science pp. 160–193. 1977. TERRONI - Equipamentos Científicos. Disponível em < <http://www.terroni.com.br/liofilizacao-de-alimentos-entenda/> > 27 de Junho de 2017.

THIESSEN, F. Importância da gelatina alimentícia como aditivo aglutinante. *Revista Nacional da Carne*. v. 6 p. 18-21, 1994.

THUWAPANICHAYANAN, R.; PRACHAYAWARAKORN, S.; SOPONRONNARIT, S. Heat and moisture transport behaviour and quality of chopped garlic undergoing different drying methods. **Journal Of Food Engineering**. v. 136, p. 34 - 41, 2014.

VEIGA, V.; RYAN, D. H.; SOURTY, E.; LLANES, F.; MARCHESSAULT, R.H. Formation and characterization of superparamagnetic cross-linked high amylose starch. **Carbohydrate Polymers**. v. 42, p. 353-357, 2000.

VIEIRA, A.P.; NICOLETI, J.F.; TELIS, V.R.N. Freeze drying of pineapple slices: evaluation of drying kinetics and product quality. **Brazilian Journal of Food Technology**. v.15, p. 50-58, 2012.

VOINOVICH, D.; CAMPISI, B.; PHAN-TAN-LUU, R. *Comprehensive Chemometrics: Chemical and Biochemical Data Analysis*; Brown, S. D.; Tauler, R.; Walczak, B., eds., Elsevier: Amsterdam, v. 1. 2009.

WALRAND, S.; CHIOTELLI, E.; NOIRT, F.; MWEWA, S.; LASSEL, T. Consumption of a functional fermented milk containing collagen hydrolysate improves the concentration of collagen-specific amino acids in plasma. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. v. 56, p. 7790–7795, 2008.

WARD, A. COURTS (Eds.). *The science and technology of gelatin*. London. **Academic Press**, p. 508–557, 1977.

XIONG, Y.L. In: Damodaram S, Paraf A (eds), **Food proteins and their applications**. Marcel Dekker, New York., 1997.

YANG, H.; WANG, Y.; ZHOU, P.; REGEISTEIN, J.M. Effects of alkaline and acid pretreatment on the physical properties and nanostructures of the gelatin from channel catfish skins. **Food Hydrocolloids**. v. 22, p. 1541-1550, 2008.

ZHOU, P.; MULVANEY, S.J.; REGENSTEIN, J.M. Properties of Alaska Pollock Skin Gelatin: A Comparison with Tilapia and Pork Skin Gelatins. *Journal of Food Science: Food Chemistry and Toxicology*. v. 71, p. 313-32, 2006.

ZHU, Y.; PAN, Z.; MCHUGH, T.H.; BARRETT, D.M. Processing and quality characteristics of apple slices processed under simultaneous infrared dry-blanching and dehydration with intermittent heating. **Journal of Food Engineering**. v. 97, p. 8 - 16, 2010.

ZOTARELLI, M. F.; CARCIOFI, B. A. M.; LAURINDO, J. B. Effect of process variables on the drying rate of mango pulp by Refractance Window. **Food Research International**, v. 69, p. 410-417, 2015.

# CAPITULO II

---

**Otimização dos processos de secagem de gelatina  
de peixe e caracterização de suas propriedades**

---

# Otimização dos processos de secagem de gelatina de peixe e caracterização de suas propriedades

Versão em inglês publicada na revista Scientific Reports em 19 de Outubro de 2021

DOI:10.1038/s41598-021-99085-3

## Resumo

A pele de peixe é matéria-prima para a produção de gelatina, fornecendo através do produto obtido nutrientes de alto valor biológico, além de atender às necessidades socioculturais, religiosas, e agregar valor aos resíduos de pescados. Diferentes tecnologias têm sido estudadas para a secagem da gelatina. No entanto, é importante entender a influência das condições e dos parâmetros de secagem que afetam o produto final, através de ferramentas estatísticas. O presente estudo tem como objetivo otimizar os métodos de secagem da gelatina obtida a partir de pele de peixe utilizando convecção de ar quente e combinado com radiação infravermelha, por meio de planejamento fracionário associado com a metodologia de superfície de resposta. Foram utilizados os delineamentos compostos central rotacional  $2^2$  e  $2^3$  e as condições otimizadas foram caracterizadas quanto as suas propriedades físicas, químicas, tecnológicas e funcionais. Os resultados mostraram que o tratamento realizado a  $59,14^\circ\text{C}$  por 12,35 h, foi a condição por ar quente mais eficaz, enquanto que, as melhores condições do método combinado com Infravermelho foram temperatura e tempo do infravermelho de  $70^\circ\text{C}/2\text{h}$  e com tempo/temperatura da estufa de 3,51 h a  $70^\circ\text{C}$ . As gelatinas obtidas apresentaram força de gel de 298,00 e 507,33 g e índice de atividade de emulsão de 82,46 e 62,77  $\text{m}^2/\text{g}$  nos métodos combinado e convecção de ar quente, respectivamente, e teor de proteína acima de 90%. Esses resultados indicam que os métodos estudados podem ser utilizados para a produção de gelatina com propriedades tecnológicas e funcionais adequadas para diversas aplicações.

**Palavras-chave:** Subprodutos de peixes, gelatina, secagem, otimização, metodologia de superfície de resposta.

## 1. INTRODUÇÃO

A pescada amarela (*Cynoscion acoupa*) é um peixe de grande comercialização no Brasil, sendo a quarta espécie mais capturada nos últimos dez anos (FERREIRA et al., 2016). Porém, o seu processamento gera uma grande quantidade de resíduos sólidos, como cabeça, cauda, escamas, barbatanas, bexiga natatória, cartilagem, tripas e pele (OLIVEIRA et al., 2017). Esses resíduos geralmente são descartados diretamente no meio ambiente, causando problemas de contaminação, apesar destes resíduos apresentarem proteínas de alto valor biológico (CAHÚ et al., 2012; DJELLOULI et al., 2020). Em especial, as peles desta espécie, retiradas durante o processamento, são estruturas ricas em colágeno protéico e podem ser utilizadas para a extração de gelatina, agregando valor e reduzindo a poluição ambiental.

A gelatina é um produto muito versátil, com uma ampla gama de aplicações industriais. Tem sido amplamente aplicado nas indústrias alimentícia, farmacêutica, biomédica, cosmética e fotográfica (SAE-LEAW et al., 2016). A gelatina é utilizada como matéria-prima em confeitos, produtos cárneos, laticínios, bebidas, sobremesas, embalagens biodegradáveis e microencapsulamento, além da produção de peptídeos bioativos (RAMOS et al., 2016). A maioria das gelatinas comerciais é produzida a partir de peles de bovinos e suínos; no entanto, há uma demanda crescente por outras fontes devido a restrições socioculturais, religiosas e de saúde (SHA et al., 2014).

A gelatina de peixe é uma alternativa promissora para o aproveitamento de resíduos devido às suas propriedades multifuncionais (espumante, emulsificante, gelificante etc.) quando comparada à gelatina de mamíferos (HUANG et al., 2017). Essas propriedades dependem do tipo de matéria-prima, do pré-tratamento, das condições de extração utilizadas e dos métodos de secagem, podendo influenciar no rendimento, nas propriedades físico-químicas, funcionais e tecnológicas (SINTHUSAMRAN et al., 2015).

Após a extração da gelatina, a secagem é um processo fundamental para se obter a gelatina com melhores funcionalidades. As propriedades funcionais são relativamente dependentes da estrutura espacial das moléculas de proteínas e seu estado de associação influenciadas pela secagem, que por sua vez, provoca transformações físico-químicas das proteínas devido ao calor simultâneo e transferência de massa (DEHNAD; JAFARI, 2016; KANWATE et al., 2019).

Na literatura, os poucos estudos que relataram o efeito dos métodos de secagem nas propriedades da gelatina, utilizaram liofilização (SALEM et al., 2020), a vácuo (KANWATE et al., 2019) e pulverização, através de spray drier (MAD-ALI et al., 2016). Entretanto, são métodos considerados onerosos, devido ao alto consumo de energia (DEHNAD et al., 2016). Desta forma, é necessário buscar métodos alternativos e eficientes de secagem da gelatina visando produção industrial e melhorias nas propriedades funcionais e tecnológicas. E os métodos por convecção por ar quente isolado e/ou combinada com radiação infravermelha, podem ser opções de secagem, pois apresentam vantagens, como menos custo energético, equipamentos simples, fácil manuseio e menor tempo de secagem (BARBOSA et al., 2015; ONWUDE et al., 2018). No entanto, até onde é do conhecimento dos autores, existem estudos limitados relatando essas técnicas de secagem em gelatina extraída de peles de pescada amarela (*Cynoscion acoupa*).

Estudos sobre o método de secagem combinada (radiação infravermelha e convecção de ar quente) com o objetivo de economizar energia e melhorar a qualidade de diferentes produtos foram relatados em outros trabalhos: cebola (EL-MESERY; MWITHIGA, 2016), arroz (NACHAISIN et al., 2015), pimenta (MIHINDUKULASURIYA; JAYASURIYA, 2015) e batata doce (ONWUDE et al., 2019).

A extração de gelatina já foi exaustivamente estudada através de otimização experimental (SILVA; LOURENÇO; PENA, 2017; LI et al., 2019; MONTERO, COSTA, 2020; BUI et al., 2021), entretanto, até a confecção deste relatório, não foram encontrados este procedimento estatístico focado no processo de secagem da gelatina de peixe. Segundo Fan et al. (2017), as técnicas de otimização ajudam a avaliar os fatores do processo para construir modelos de variáveis com condições otimizadas e ainda expor as respostas com a maior desejabilidade.

A definição dos parâmetros tecnológicos do processo de secagem utilizando um delineamento composto central rotacional via metodologia de superfície de resposta é essencial para a obtenção de gelatinas com boas propriedades funcionais. Esta ferramenta estatística é eficaz e poderosa para otimizar um processo quando as variáveis independentes têm um efeito combinado na resposta desejada, e é definida como um conjunto de sistemas estatísticos e matemáticos que têm sido utilizados para desenvolver, melhorar e otimizar processos (YASIN et al., 2016).



Portanto, o objetivo principal deste estudo foi otimizar as condições de secagem dos métodos convecção de ar quente sozinho e combinado com radiação infravermelha em gelatina de pele de peixe (*Cynoscion acoupa*) utilizando delineamentos experimentais via planejamento fracionário e metodologia de superfície de resposta com caracterização das gelatinas obtidas.

## **2. MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1. MATÉRIA-PRIMA**

Foram utilizadas peles de pescada amarela (*Cynoscion acoupa*), coletadas em indústria de pesca, localizada no município de Vigia-PA e transportadas em caixas isotérmicas para o Laboratório de Produtos de Origem Animal (LAPOA) na Universidade Federal do Pará (UFPA). No laboratório, foram removidas as escamas das peles, acondicionadas em embalagens de policloreto de vinil, seladas à vácuo e congeladas a -22 °C, até a etapa de extração.

### **2.2. EXTRAÇÃO DA GELATINA**

Com base em ensaios preliminares, decidiu-se seguir o método de extração de gelatina previamente descrito por Silva; Lourenço; Pena, (2017). A otimização dos métodos de secagem da gelatina obtida foi avaliada pelos projetos experimentais. (i) No método por convecção de ar quente, um planejamento experimental  $2^2$  foi empregado com variações no tempo e na temperatura de secagem da estufa. (ii) No método combinado (radiação infravermelha e convecção de ar quente), inicialmente uma triagem de variáveis foi realizada por um planejamento fracionário de resolução IV por Box, Hunter e Hunter e, após as variáveis não significativas terem sido eliminadas, um delineamento composto central rotacional  $2^3$  foi aplicado. As gelatinas secas obtidas foram moídas em moinho (Maqtron, B-611, Brasil), embaladas a vácuo e armazenadas em temperatura ambiente até as análises.

### **2.3. SECAGEM POR AR QUENTE**

A solução de gelatina (100 mL) foi distribuída em suporte de alumínio de 110 mm de diâmetro com 10 mm de altura e submetida à secagem por convecção de ar quente em estufa com circulação forçada de ar quente (Tecnal, TE-394/3, Brasil).

Para estabelecer a melhor combinação do binômio tempo/temperatura no processo de secagem da gelatina de peixe, foi utilizado um planejamento fatorial completo  $2^2$ , constituído por 4 ensaios fatoriais nos níveis  $\pm 1$ , 4 ensaios com pontos axiais  $\pm \alpha$ , definidos em  $\pm 1,41$  e 3 repetições no ponto central, totalizando 11 experimentos. As variáveis de entrada (independentes) foram o tempo e a temperatura de secagem da estufa e as dependentes: força do gel, umidade e atividade de água. A definição dos níveis das variáveis estudadas encontra-se na Tabela 1.

**Tabela 1.** Definição dos níveis das duas variáveis estudadas na secagem por ar quente da gelatina

<b>Fatores</b>	<b>-<math>\alpha</math> (-1,41)</b>	<b>-1</b>	<b>0</b>	<b>+1</b>	<b>+<math>\alpha</math> (1,41)</b>
Tempo (h) – X <sub>1</sub>	11,2	12	14	16	16,8
Temperatura (°C) – X <sub>2</sub>	30,8	35	45	55	59,1

#### 2.4. SECAGEM COMBINADA (RADIAÇÃO INFRAVERMELHA E CONVECÇÃO POR AR QUENTE)

Para a secagem da gelatina de peixe por esta técnica, foram estudados dois processos sequenciados. Inicialmente foi feita a secagem por radiação infravermelha em analisador de umidade (Gehaka, IV 2000, Brasil), com emissor infravermelho de temperatura ajustável entre 50 °C a 210 °C, potência de 300 Watts e uma plataforma com balança para registrar a massa do material. A solução de gelatina (100 mL) foi colocada em suporte de alumínio de 110 mm de diâmetro com 10 mm de altura e posicionada no equipamento infravermelho para a etapa de pré-secagem. Após esta etapa a gelatina foi submetida a secagem por convecção forçada de ar quente, em escala laboratorial (Tecnal, TE-394/3) e potência de 4000 W. Os tempos e as temperaturas utilizados no infravermelho e na estufa foram ajustados de acordo com os planejamentos fracionário e delineamento composto central rotacional.

##### 2.4.1. Planejamento fracionário para estabelecer as variáveis do processo de secagem pelo método combinado (radiação infravermelha e convecção de ar quente)

Foi avaliada a influência de quatro variáveis independentes no processo de secagem da gelatina pelo método combinado: tempo/temperatura do infravermelho e

tempo/temperatura da estufa em relação às variáveis dependentes: atividade de água, umidade e força do gel.

Neste estudo utilizou-se planejamento fatorial fracionário  $2^{4-1}$  com resolução IV, com dois níveis ( $\pm 1$ ) e 3 repetições no ponto central. Na Tabela 2 encontra-se a definição dos níveis das variáveis envolvidas no processo.

**Tabela 2.** Definição dos níveis das quatro variáveis estudadas na secagem combinada da gelatina

<b>Fatores</b>	<b>-1</b>	<b>0</b>	<b>+1</b>
Tempo da estufa (h) - $X_1$	2	3	4
Temperatura da estufa ( $^{\circ}\text{C}$ ) - $X_2$	60	70	80
Temperatura do infravermelho ( $^{\circ}\text{C}$ ) - $X_3$	60	70	80
Tempo do infravermelho (h) - $X_4$	2	3	4

#### 2.4.2. Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) $2^3$ para a secagem combinada

Após a definição das variáveis significativas foi realizado um DCCR para estabelecer a melhor combinação temperatura do infravermelho e tempo/temperatura da estufa no processo de secagem combinada da gelatina, constituído por ensaios lineares nos níveis  $\pm 1$ , ensaios com pontos axiais  $\pm \alpha$ , definidos em  $\pm 1,68$  e 3 repetições no ponto central, totalizando 17 experimentos. Na Tabela 3 encontra-se a definição das variáveis independentes: tempo, temperatura da estufa, e temperatura do infravermelho e as dependentes: atividade de água, umidade e força do gel.

**Tabela 3.** Definição dos níveis das variáveis estudadas na secagem combinada

<b>Fatores</b>	<b><math>-\alpha</math> (-1,68)</b>	<b>-1</b>	<b>0</b>	<b>+1</b>	<b><math>+\alpha</math> (1,68)</b>
Tempo da estufa (h) - $X_1$	1,3	2	3	4	4,7
Temperatura da estufa ( $^{\circ}\text{C}$ ) - $X_2$	53,2	60	70	80	86,8
Temperatura do infravermelho ( $^{\circ}\text{C}$ ) - $X_3$	53,2	60	70	80	86,8

## 2.5. CARACTERIZAÇÃO DAS GELATINAS

### 2.5.1. Força do gel (Bloom)

Foi determinada de acordo com Choi; Regenstein (2000) e Kittiphattanabawon et al. (2010), onde a gelatina a 6,67% (m/v) foi misturada com água destilada ( $60^{\circ}\text{C}$ ). E a solução agitada até a solubilização da gelatina, que foi transferida para um molde com

3 cm de diâmetro e 2,5 cm de altura e incubada a 10 °C/17h. A força do gel foi determinada em reômetro (Sun Scientific Co, Reo Thex SD-700, Japão), usando sonda de teflon cilíndrica, com 12,5 mm de diâmetro, velocidade de 1 mm/s e carga de 5g. A força máxima (grama) foi registrada quando o êmbolo penetrou 4 mm nas amostras de gel.

#### **2.5.2. Atividade de água**

Utilizou higrômetro eletrônico (Aqualab, 3TE, Decagon Devices In., USA).

#### **2.5.3. Composição centesimal**

A umidade, proteínas totais, lipídios e cinzas foram determinados utilizando metodologia da AOAC (2002).

#### **2.5.4. Cor instrumental**

Avaliada em colorímetro (Minolta, CR 310, Japão), no espaço CIE (Comission Internacionale de l'Eclairage) através dos parâmetros L\*, a\*, b\*, C\*, H e  $\Delta E$  onde: L\*: luminosidade; a\*: intensidade da cor vermelha; b\*: intensidade da cor amarela; C\*: cromaticidade, H: ângulo Hue e  $\Delta E$ : variação total de cor.

#### **2.5.5. Ponto de fusão**

As soluções de gelatina a 6,67% foram preparadas e aquecidas em banho-maria a 60°C por 15 min, resfriadas em banho de gelo e maturadas a 10°C em refrigerador por 17±1 h (Quimis, Q315M, Brasil). Em seguida, foram adicionadas sobre o gel cinco gotas de uma mistura de 75% de clorofórmio (Synth) e 25% do corante azul de metileno (Neon), colocado em banho-maria a 15°C, com elevação da temperatura de 0,5°C a cada 5 min. A temperatura do banho foi verificada e o ponto de fusão determinado, no momento em que as gotas coradas se moveram para o interior do gel (CHOI; REGENSTEIN, 2000). Esta análise foi realizada em triplicata.

#### **2.5.6. Rendimento**

Foi calculado através da relação entre a massa de gelatina seca e a quantidade inicial de matéria-prima, expresso em g de gelatina/100g de pele.

#### **2.5.7. Capacidade de formar espuma**

Determinada conforme descrito por Shahiri et al. (2010), com modificação. A solução de gelatina (3% m/v) foi transferida para cilindros de 100 mL e homogeneizada

(Ultra Stirrer, ultra 380, USA) a 15000 rpm por 1 min à temperatura ambiente. A formação de espuma foi calculada de acordo com a Equação 1.

$$\text{Formação de espuma (\%)} = (V_T - V_0) / V_0 \times 100 \quad (1)$$

Onde  $V_T$ : Volume total após homogeneização;  $V_0$ : Volume inicial antes da homogeneização

### 2.5.8. Índice de atividade de emulsão

Foram misturados 20 mL de solução de gelatina a 3% com 20 mL de óleo de soja, homogeneizada em Ultra Stirrer (ultra 380, USA) com velocidade de 20.000 rpm por 1 min. A emulsão (1mL) foi diluída 100 vezes com sulfato dodecil de sódio a 0,1%, em seguida foi misturada por 10 segundos em vortex (Kasvi, K45-2820, Brasil), de acordo com metodologia descrita por Pearce; Kinsella (1978), com modificações. O índice de atividade de emulsão (IAE) foi analisada pela leitura da absorbância (Abs) logo após a formação da emulsão, em espectrofotômetro (Thermo Fisher Scientific, EVO 60, USA) a 500 nm e calculada de acordo com a Equação 2.

$$\text{IAE (m}^2/\text{g)} = 2T / (0,25 \times \text{massa da proteína (g)}) \quad (2)$$

Onde  $T = 2,303 \times A_0$ ;  $A_0$  = absorbância a 500 nm

## 2.6. ANÁLISE ESTATÍSTICA

A determinação das variáveis do processo de secagem utilizou o programa Statistica® versão 7.0 (STATSOFT Inc., 2004). As variáveis que apresentaram efeito significativo foram verificadas através do erro puro e da soma dos quadrados residuais. A otimização dos métodos foram determinadas utilizando a metodologia de superfície de resposta e a função desejabilidade. Os valores de desejabilidade estão compreendidos entre 0 e 1, onde 0 representa um valor completamente indesejado e 1 o valor mais desejável. Para a obtenção do gráfico da função desejabilidade foram utilizadas taxas de variação da desejabilidade (s e t) igual a 1 e fator de grade igual a 40. Os dados de caracterização foram submetidos à Análise de Variância (Anova) e as diferenças entre as médias foram avaliadas pelo Teste de Tukey.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1. DEFINIÇÃO DAS CONDIÇÕES ÓTIMAS DOS PROCESSOS DE SECAGEM POR AR QUENTE

Após a eliminação dos parâmetros com efeitos não significativos, verificou-se através da análise de variância a significância da regressão e da falta de ajuste com 95% de confiança ( $p \leq 0,05$ ), utilizando o teste F, para o planejamento estudado (Tabela 4). Também são apresentados os modelos codificados propostos para representar a força do gel, umidade e atividade de água no processo de secagem da gelatina de peixe.

**Tabela 4.** Análise de variância e modelo da força do gel, umidade e atividade de água das variáveis independentes, teste F e  $R^2$

Fonte de Variação	Soma quadrática	GL	Média Quadrática	Fcal	Ftab	Fcal/Ftab	$R^2$
<b>FORÇA DO GEL</b>							
Regressão	92312,21	4	23078,05	104,38	4,53	23,02	
Resíduo	1326,53	6	221,08				
Falta de ajuste	1272,48	4	318,12	11,77	19,24	0,61	0,986
Erro puro	54,05	2	27,02				
Total	93638,75	10					
<b>MODELO</b>	$345,8 - 52,7X_1 - 34,1X_1^2 + 86,8X_2 - 29,5 X_1 \cdot X_2$						
<b>UMIDADE</b>							
Regressão	27,92	2	13,96	97,89	4,46	21,95	
Resíduo	1,14	8	0,14				
Falta de ajuste	1,04	6	0,17	3,67	19,33	0,19	0,961
Erro puro	0,09	2	0,04				
Total	29,06	10					
<b>MODELO</b>	$9,2 - 1,8X_2 - 0,5X_2^2$						
<b>ATIVIDADE DE ÁGUA</b>							
Regressão	0,0806	3	0,0269	77,00	4,35	17,70	
Resíduo	0,0024	7	0,0003				
Falta de ajuste	0,0022	5	0,0004	3,78	19,29	0,20	0,970
Erro puro	0,0002	2	0,0001				
Total	0,0831	10					
<b>MODELO</b>	$0,3 + 0,02X_1^2 - 0,09X_2 - 0,02 X_2^2$						

Fcal: F calculado; Ftab: F tabelado; GL: Grau de liberdade

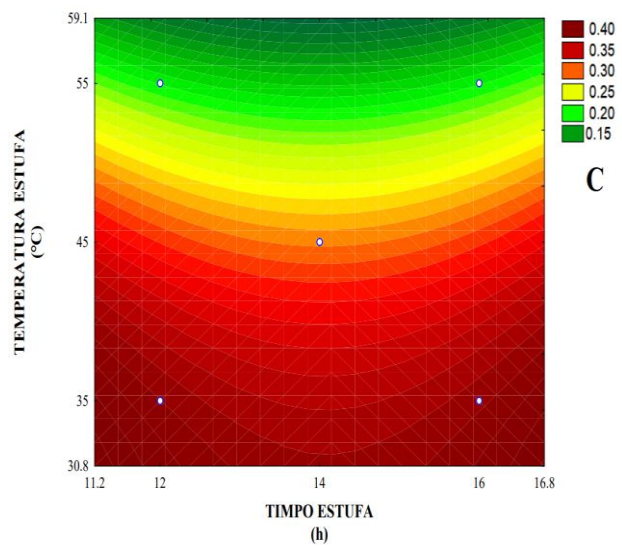
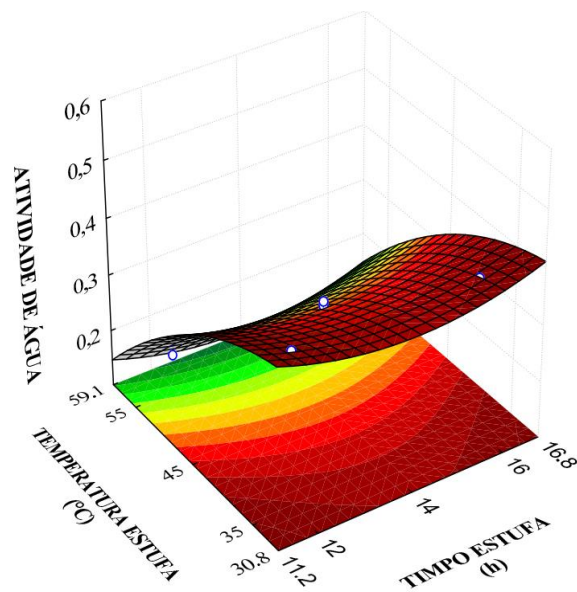
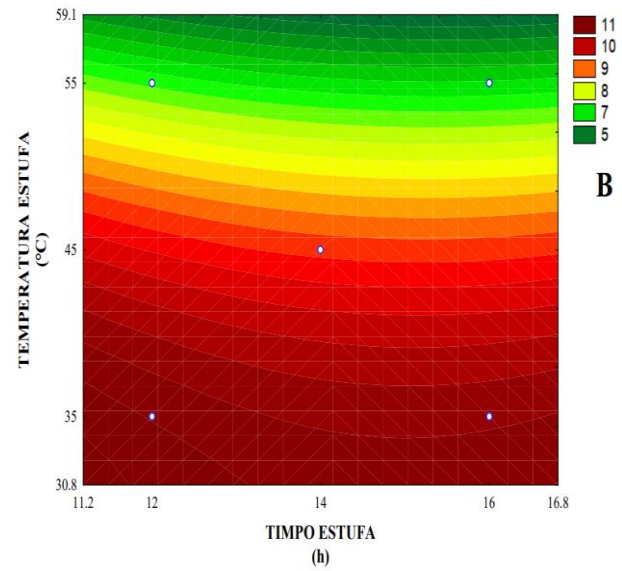
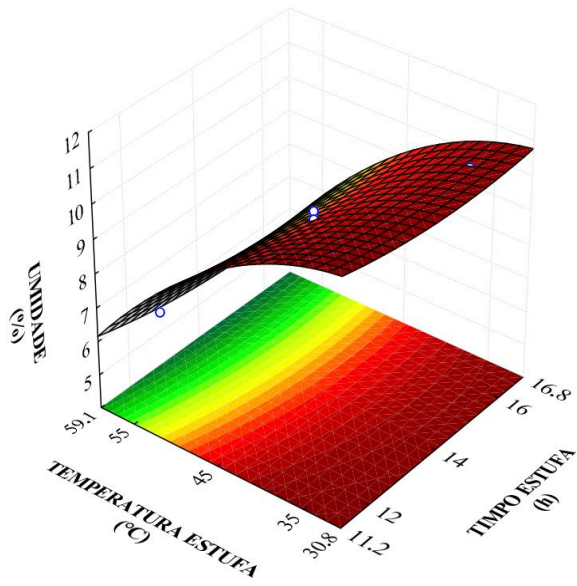
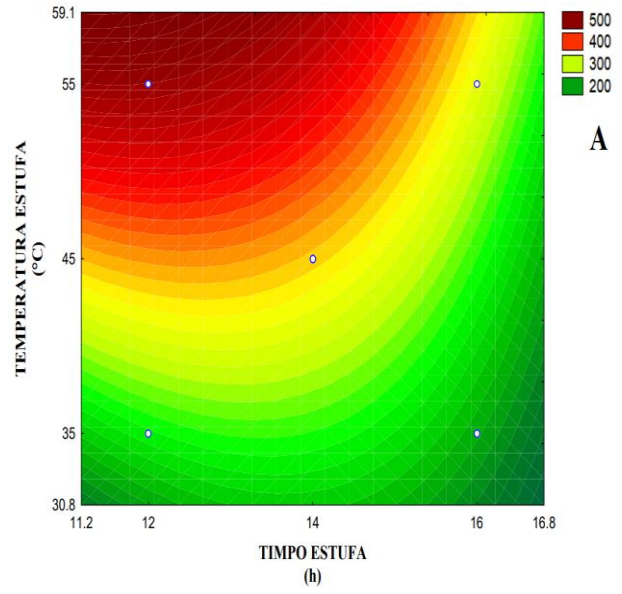
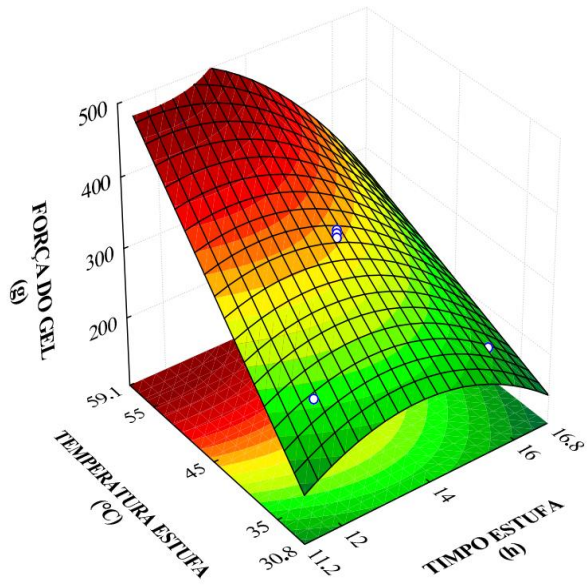
$X_1$ : Tempo linear;  $X_1^2$ : Tempo quadrático;  $X_2$ : Temperatura linear;  $X_2^2$ : Temperatura quadrática

De acordo com a análise de variância (Tabela 4) é possível verificar que o modelo ajustado para a força do gel foi significativo a 95% de confiança e também preditivo (BOX; WETZ, 1973). Para que a regressão seja considerada significativa, não apenas estatisticamente, mas também útil para fins preditivos, o valor de F calculado deve ser, no mínimo, de quatro a cinco vezes maior que o F tabelado. No presente estudo o F calculado foi 23,02 vezes maior que o F tabelado. A falta de ajuste não foi significativa no mesmo nível de confiança, sendo possível gerar modelo e superfície de resposta. O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) indicou que o modelo explicou 98% da variação dos dados observados.

O modelo ajustado para a umidade (Tabela 4) foi significativo e preditivo ao nível de confiança de 95%. A falta de ajuste não foi significativa e o modelo explicou 96% da variação dos dados.

A variável independente, atividade de água (Tabela 4), revelou que o modelo ajustado foi significativo, preditivo e explicou 97% da variação dos dados. A falta de ajuste não foi significativa no mesmo nível de confiança.

Na Figura 1, são apresentadas as superfícies de resposta e as curvas de níveis geradas pelos modelos propostos, considerando-se os pontos médios de tempo e temperatura de secagem da gelatina em relação às respostas força do gel, umidade e atividade de água.





**Figura 1.** Superfície de resposta e curva de nível para força do gel (A), umidade (B) e atividade de água (C) relacionando tempo e temperatura da estufa na secagem da gelatina pelo método de convecção de ar quente

Analisando a Figura 1 (A), é possível constatar que a região com maiores resultados de força do gel encontra-se nas temperaturas de secagem mais elevadas. Este comportamento também é observado na análise dos coeficientes do modelo (Tabela 4), onde a temperatura linear ( $X_2$ ) foi o parâmetro que exerceu maior influência. Segundo Barros Neto et al. (2002) e Ribeiro (2005), o efeito estimado indica o quanto cada fator influi nas respostas estudadas, quanto maior é o seu valor, maior é a sua influência. Um efeito positivo indica que ao passar de um valor mínimo a um máximo da variável, a resposta aumenta e o efeito negativo indica o contrário. Sendo assim, a temperatura apresentou efeito positivo sobre a resposta, ao passar da menor temperatura (-1) para a maior (+1) aumenta a força do gel.

No entanto para a mesma variável dependente (força do gel), o tempo de secagem linear e quadrático ( $X_1$  e  $X_1^2$ ) apresentaram efeitos significativos negativos (Tabela 4), ou seja, ao aumentar estes parâmetros diminui a força bloom, tornando a gelatina menos rígida, desta forma a melhor condição encontra-se na região de menor tempo.

A interpretação do modelo, dos gráficos de superfície de resposta e curvas de nível permitem constatar que para maior força do gel deve-se utilizar maior temperatura de secagem e menor tempo. Dependendo do objetivo da aplicação, a gelatina pode ser utilizada com elevada ou reduzida força do gel. Gelatinas com força do gel de 260 g em média é mais adequada para aplicações em alimentos (KARIM; BHAT, 2009). Por outro lado, gelatina com alta força do gel pode ser utilizada como biopolímero no processo de obtenção de filmes biodegradáveis, tornando-os mais rígidos e conseqüentemente com melhores propriedades mecânicas.

A gelatina é considerada um hidrocolóide com multi-funcionalidade, pois pode ser utilizada como ingrediente em produtos de confeitaria, sobremesas, produtos lácteos, pratos salgados, cápsulas moles e duras, comprimidos, cosméticos, bebidas desportivas, nutricionais, suplementos dietéticos, aplicações fotográficas, microcápsulas e muitas outras aplicações (RBR BRASIL, 2019).

Para o percentual de umidade e atividade de água (Figuras 1B e 1C, respectivamente) verifica-se que os parâmetros temperatura linear ( $X_2$ ) e quadrática ( $X_2^2$ ) apresentam efeito negativo desejável (Tabela 4), ou seja, um aumento desse fator acarreta diminuição das respostas, os menores teores de água encontram-se na faixa de maior

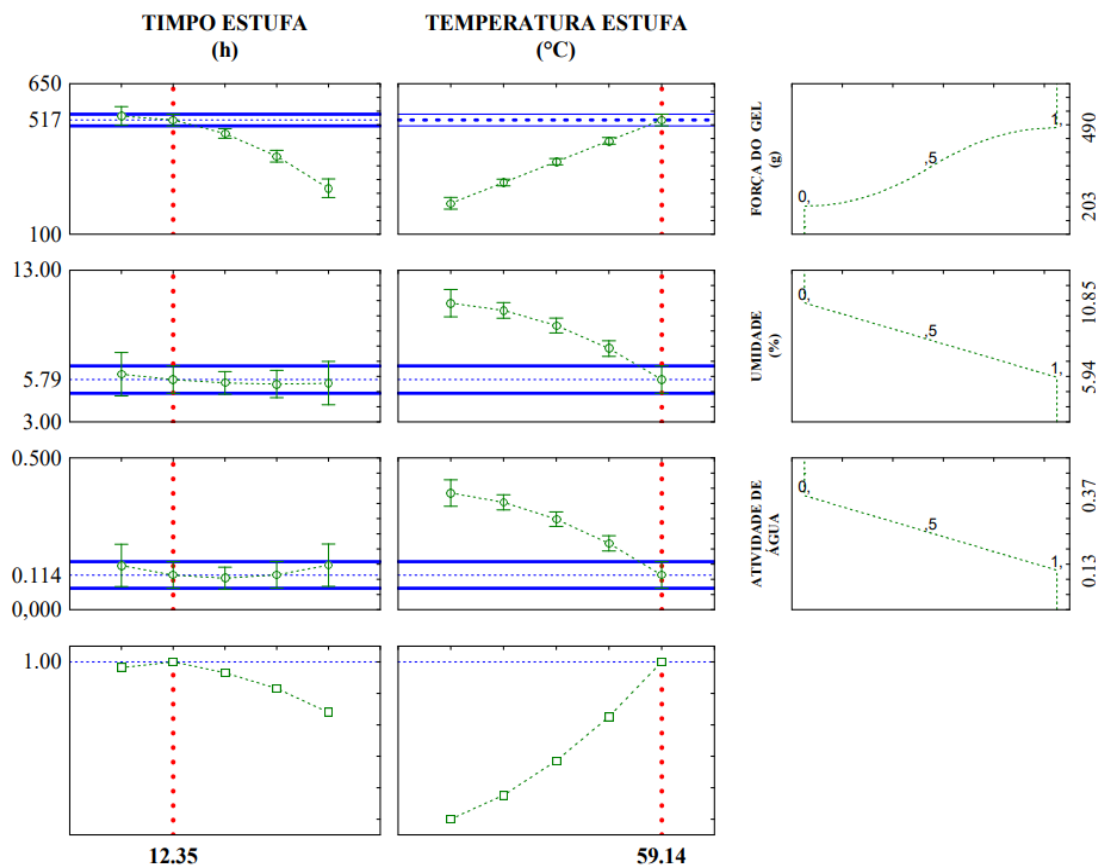
temperatura (45 a 59,1°C). Temperaturas de secagem mais altas promovem aumento da taxa de evaporação de água do alimento, devido a eficiência do processo de transferência de calor e massa (QUEK et al., 2007). Entretanto a variável tempo quadrático ( $X_1^2$ ), apresentou efeito significativo positivo na atividade de água.

A atividade de água das gelatinas secas variou na faixa de 0,165 a 0,376, indicando uma disponibilidade muito pequena de água para a ocorrência de reações químicas e crescimento microbiano.

### **3.1.1. Otimização simultânea do método de secagem por ar quente**

A estimativa das condições ótimas para o processo de secagem foi realizada com base nos dados experimentais propostos pela metodologia de superfície de resposta e pela técnica de otimização simultânea denominada *Função Desejabilidade*. A partir destes resultados, foram estabelecidos valores ótimos para as variáveis de entrada: tempo e temperatura da estufa, tomando como base a obtenção de valores desejáveis para as respostas: força do gel, umidade e atividade de água.

No gráfico da função Desejabilidade (Figura 2), as linhas tracejadas verticais (em vermelho) sinalizam as condições de máxima desejabilidade global, assim, o ponto ótimo encontrado pela avaliação dos resultados foi de 1 o que corresponde 100% de confiança, mostrando que as condições ótimas dos dois fatores em estudo são as seguintes: tempo de 12,35 horas e temperatura de 59,14 °C. Nestas condições, espera-se obter um produto com os valores mais desejáveis de força do gel (517,5g), umidade (5,79%) e atividade de água (0,114).



**Figura 2.** Perfis de Desejabilidade para tempo e temperatura da estufa na secagem da gelatina para o método de secagem por ar quente

### 3.2. DETERMINAÇÃO DAS VARIÁVEIS DO PROCESSO DE SECAGEM COMBINADA

A Tabela 5 apresenta os contrastes estimados, o coeficiente t e a significância estatística (p) para cada fator do método de secagem combinada da gelatina de peixe em relação às respostas força do gel, umidade e atividade de água. Esses valores foram determinados através do Erro puro e os fatores em **negrito** indicam que a variável apresentou contraste significativo sobre as respostas com 95% de confiança ( $p \leq 0,05$ ).

**Tabela 5.** Contrastes estimados das variáveis, coeficiente t e significância estatística no planejamento fracionário.

<b>Força do gel</b>				
Variáveis	Contrastes	Erro Puro*	T	R <sup>2</sup>
<b>X<sub>1</sub></b>	<b>-41,4100</b>	<b>0,0047</b>	<b>-14,4906</b>	0,940
<b>X<sub>2</sub></b>	<b>-203,3070</b>	<b>0,0002</b>	<b>-71,1426</b>	
<b>X<sub>3</sub></b>	<b>-40,0020</b>	<b>0,0051</b>	<b>-13,9979</b>	
X <sub>4</sub>	11,6850	0,0549	4,0890	
<b>Umidade</b>				
<b>X<sub>1</sub></b>	<b>-1,2205</b>	<b>0,0299</b>	<b>-5,6528</b>	0,927
<b>X<sub>2</sub></b>	<b>-3,7451</b>	<b>0,0033</b>	<b>-17,3454</b>	
X <sub>3</sub>	-0,5719	0,1178	-2,6488	
X <sub>4</sub>	-0,2890	0,3125	-1,3386	
<b>Atividade de água</b>				
X <sub>1</sub>	-0,0176	0,0552	-4,0779	0,969
X <sub>2</sub>	-0,0185	0,0503	-4,2867	
<b>X<sub>3</sub></b>	<b>-0,0408</b>	<b>0,0110</b>	<b>-9,4393</b>	
X <sub>4</sub>	0,0096	0,1564	2,2215	

\*Valor de  $p \leq 0,05$

X<sub>1</sub>: Tempo da estufa (horas); X<sub>2</sub>: Temperatura da estufa (°C); X<sub>3</sub>: Temperatura do infravermelho (°C); X<sub>4</sub>: Tempo do infravermelho (horas)

Os resultados da força do gel (Tabela 5) demonstram que houve influência dos fatores tempo, temperatura da estufa e da temperatura do infravermelho, apresentando contrastes significativos negativos ( $p \leq 0,05$ ). A temperatura da estufa foi o fator que exerceu maior contraste ( $X_2 = -71,14$ ), onde os ensaios com maiores valores produziram gelatinas com menor rigidez (bloom = 179,2 a 209g). Segundo Meng; Cloutier (2014) as gelatinas comerciais têm valores de bloom classificados como baixo (<150 g), médio (150-200 g) e alto (> 220 g), desta forma, os resultados mostram que as gelatinas apresentam propriedades gelificantes na faixa de 179,2 a 452,3g.

Ao analisar a umidade (Tabela 5), verifica-se que as variáveis X<sub>1</sub> e X<sub>2</sub> apresentaram contrastes significativos negativos ao considerar o erro puro, desta forma ao aumentar esses dois fatores ocorre uma diminuição no teor de água, melhorando a estabilidade da gelatina. Entretanto, para a resposta atividade de água a única variável que apresentou contraste significativo foi à temperatura do infravermelho, confirmando o comportamento dos dados.

A variável X<sub>4</sub> não mostrou contraste significativo sobre as respostas estudadas, portanto o tempo de secagem no infravermelho foi fixado em 2 horas, considerando o menor tempo e custo do processo.

### 3.2.1. Definição das condições ótimas do método de secagem combinada

De acordo com o planejamento fracionário as variáveis que influenciaram ( $p \leq 0,05$ ) nas respostas força do gel, umidade e atividade de água são: tempo da estufa, temperatura da estufa e temperatura do infravermelho. Portanto, foi realizado um planejamento fatorial completo com três fatores, para estudar a influência das variáveis independentes significativas ( $X_1$ ,  $X_2$  e  $X_3$ ) sobre estas respostas. Na Tabela 6 encontram-se a análise de variância, modelo, teste F e  $R^2$  do método combinado.

**Tabela 6.** Análise de variância e modelo da força do gel, umidade e atividade de água das variáveis independentes, teste F e  $R^2$  do método combinado

Fonte de Variação	Soma quadrática	GL	Média Quadrática	Fcal	Ftab	Fcal/Ftab	$R^2$
<b>FORÇA DO GEL</b>							
Regressão	109540,382	4	27385,095	84,57	3,982	21,2386	
Resíduo	3561,891	11	323,808				
Falta de ajuste	3498,760	9	388,751	12,32	19,38	0,6355	0,969
Erro puro	63,131	2	31,565				
Total	113102,273	16					
<b>MODELO</b>	$342,9 - 26,6X_1 - 22,1 X_1^2 - 77,0X_2 - 24,5 X_2^2 - 21,7X_3$						
<b>UMIDADE</b>							
Regressão	30,525	4	7,631	28,89	3,259	8,9	
Resíduo	3,170	12	0,264				
Falta de ajuste	2,875	10	0,287	1,95	19,39	0,1	0,906
Erro puro	0,294	2	0,147				
Total	33,695	16					
<b>MODELO</b>	$99,7 - 0,9X_1 - 0,5X_2 - 0,8 X_2^2 - 0,6X_3$						
<b>ATIVIDADE DE ÁGUA</b>							
Regressão	0,1244	5	0,0249	57,42	3,204	17,9	
Resíduo	0,0048	11	0,0004				
Falta de ajuste	0,0046	9	0,0005	6,01	19,38	0,3	0,963
Erro puro	0,0002	2	0,0001				
Total	0,1291	16					
<b>MODELO</b>	$0,2 - 0,02X_1^2 - 0,06X_2 - 0,05 X_2^2 + 0,05 X_3^2 - 0,02 X_1.X_2$						

Fcal: F calculado; Ftab: F tabelado; GL: Grau de liberdade

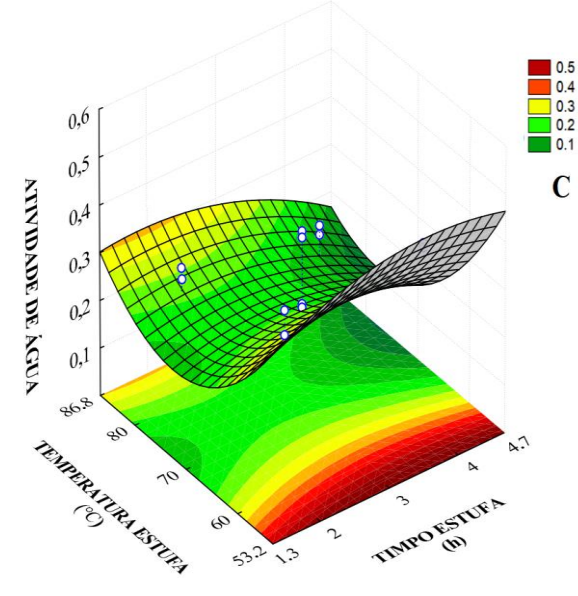
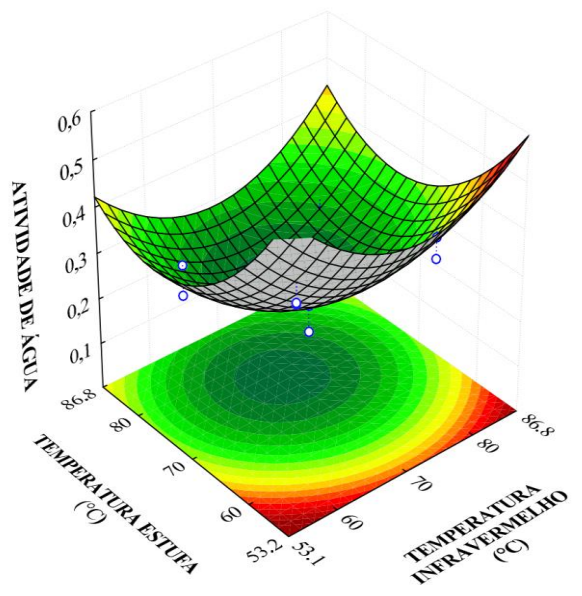
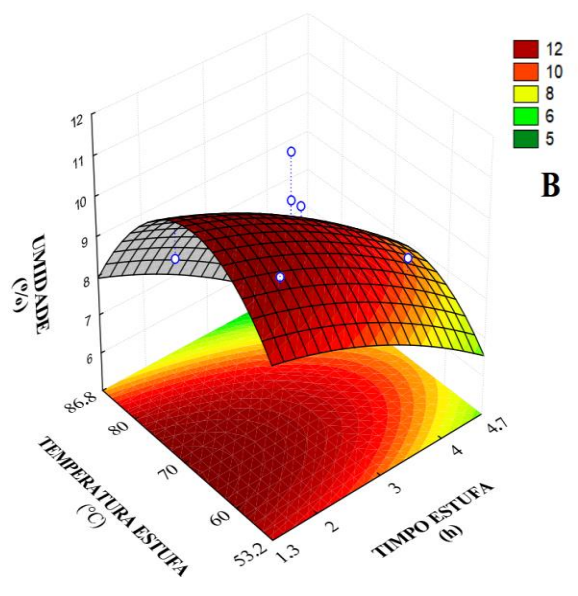
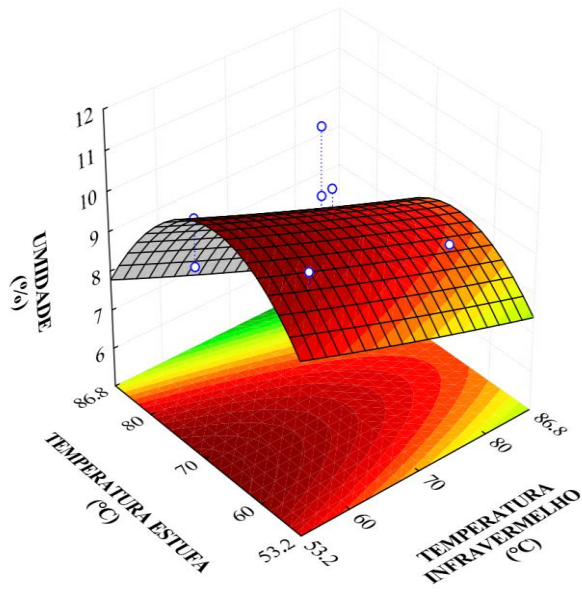
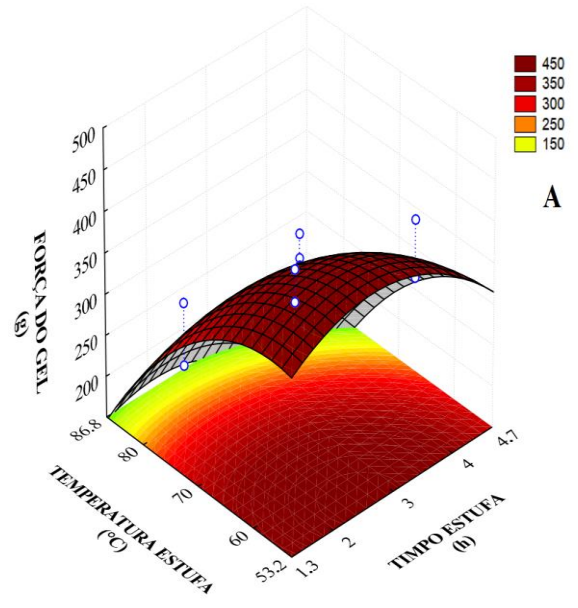
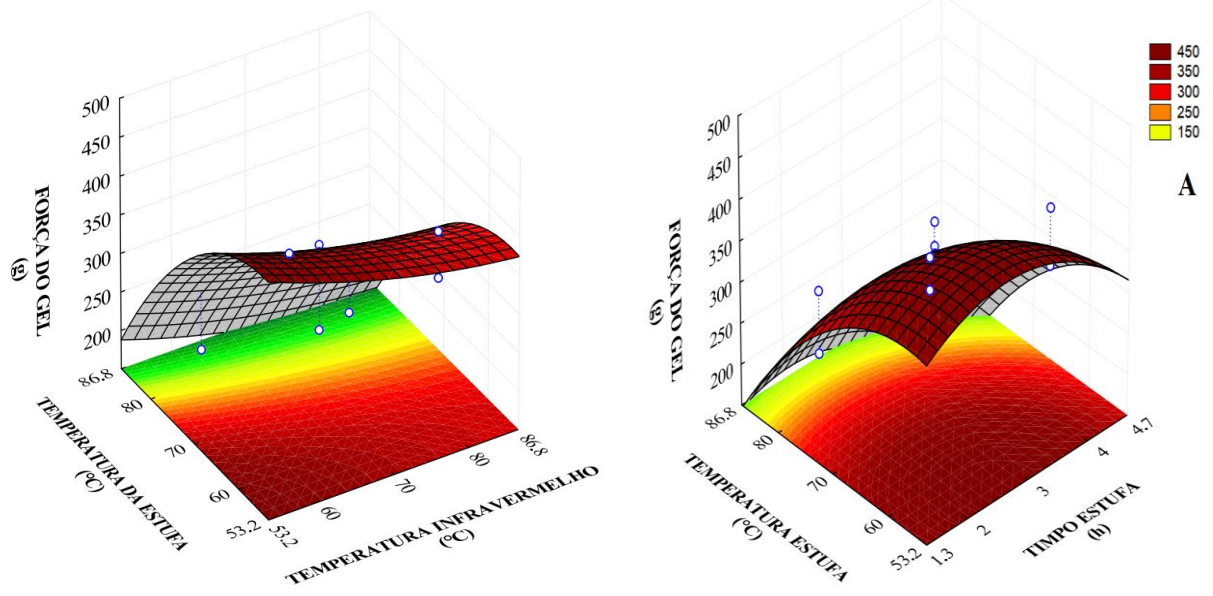
$X_1$ : Tempo da estufa linear;  $X_1^2$  Tempo da estufa quadrático;  $X_2$ : Temperatura da estufa linear;  $X_2^2$ : Temperatura da estufa quadrático;  $X_3$ : Temperatura do infravermelho linear;  $X_3^2$ : Temperatura do infravermelho quadrática.

A análise de variância demonstra que os modelos ajustados para todas as respostas apresentaram regressão significativa ( $F_{cal} > F_{tab}$ ) e preditiva com falta de ajuste não significativa (Tabela 6). O  $R^2$  das variáveis em estudo indica que os modelos descreveram

adequadamente o comportamento do processo, explicando 96.9, 90.6 e 96.3% a variação dos dados experimentais para força do gel, umidade e atividade de água, respectivamente.

A força do gel apresentou significância, com efeito negativo, para todos os fatores, ao avaliar os coeficientes do modelo e o efeito estimado de cada variável independente, pois o aumento desses parâmetros acarretou diminuição da força do gel (Tabela 6; Figura 3A). Foi possível verificar que as maiores temperaturas de secagem causaram a degradação das proteínas, produzindo fragmentos proteicos com capacidade de gelificação reduzida. Sae-Leaw et al. (2016) trabalharam com diferentes temperaturas de secagem na produção de gelatina da pele de robalo (*Lates calcarifer*) e também associaram a diminuição da força do gel com a formação de pequenos fragmentos proteicos.

Para a umidade e atividade de água (Tabela 6) o tempo e a temperatura da estufa, apresentam um efeito significativo negativo. Enquanto que a temperatura do infravermelho quadrática ( $X_3^2$ ) apresentou efeito positivo com o aumento de atividade de água.

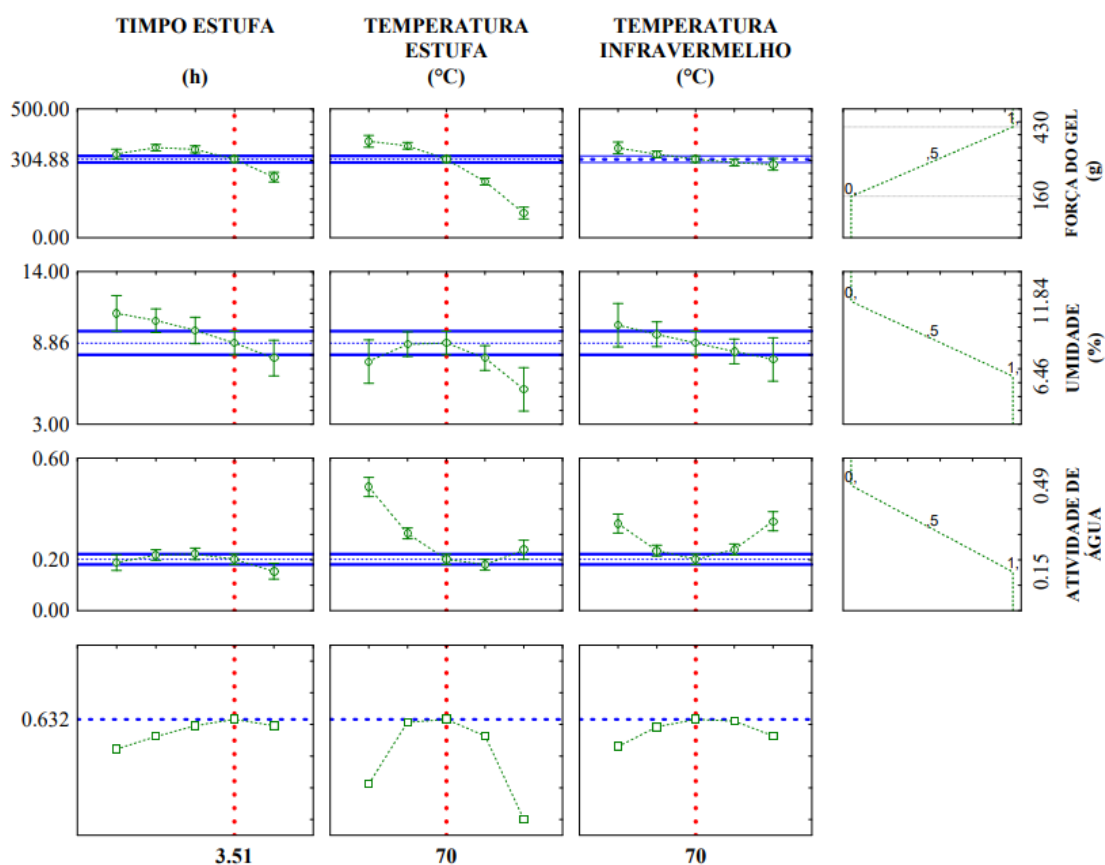


**Figura 3.** Superfície de resposta para força do gel (A), umidade (B) e atividade de água (C) relacionando tempo da estufa, temperatura da estufa e temperatura do infravermelho na secagem da gelatina pelo método de secagem combinada

Quanto à umidade (Figura 3B) verificou-se que a região com menor teor de água encontra-se nos maiores tempo e temperatura da estufa. O mesmo comportamento foi observado para a atividade de água, onde a região central apresenta os menores níveis, ratificando a eficiência do processo de transferência de calor e massa, pois secagem com temperaturas mais elevadas aumentam as taxas de evaporação da água do alimento.

### 3.2.2. Otimização simultânea do processo de secagem combinada

Na Figura 4 é apresentado o gráfico da Função Desejabilidade aplicado aos dados encontrados no delineamento composto central rotacional  $2^3$  para a secagem da gelatina pelo método combinado.



**Figura 4.** Perfis de Desejabilidade para tempo, temperatura da estufa e temperatura do infravermelho para o processo de secagem combinada



As linhas tracejadas verticais (em vermelho) na Figura 4 sinalizam as condições de máxima desejabilidade global, onde as condições ótimas sugeridas para o método de secagem combinada da gelatina são:  $X_1 = 3,51$  horas,  $X_2 = 70^\circ\text{C}$  e  $X_3 = 70^\circ\text{C}$ . Nestas condições, pretende-se obter um produto com os valores mais desejáveis de força do gel (304,88 g), umidade (8,86%) e atividade de água (0,20). Estes resultados estão de acordo com os observados nos gráficos das superfícies de resposta (Figura 3).

### 3.3. CARACTERIZAÇÃO DAS GELATINAS OTIMIZADAS

Os resultados da caracterização física, química, tecnológica e funcional das gelatinas otimizadas estão apresentados na Tabela 7.

**Tabela 7.** Caracterização dos produtos finais obtidos por secagem por convecção de ar quente combinada (infravermelho e convecção de ar quente)

Determinações	SECAGEM	
	CONVECÇÃO POR AR QUENTE (12,35 h/59,14 °C)	COMBINADA (70 °C/2 h e 70 °C/3,51 h)
Umidade (%)	5,35±0,152 <sup>b</sup>	8,35±0,111 <sup>a</sup>
Lipídios (%)	2,02±0,012 <sup>a</sup>	1,72±0,028 <sup>b</sup>
Proteínas (%)	91,82± 0,422 <sup>a</sup>	91,21±0,284 <sup>a</sup>
Cinzas (%)	0,53±0,061 <sup>b</sup>	1,05± 0,044 <sup>a</sup>
Aa	0,17±0,003 <sup>b</sup>	0,21±0,004 <sup>a</sup>
Força do Gel (g)	507,33±1,527 <sup>a</sup>	298,00±1,000 <sup>b</sup>
Ponto de Fusão (°C)	38,70± 0,200 <sup>a</sup>	32,70± 0,458 <sup>b</sup>
CFE (%)	61,17±1,258 <sup>b</sup>	66,50±0,500 <sup>a</sup>
IAE (m <sup>2</sup> /g)	62,77±0,285 <sup>b</sup>	82,46±0,733 <sup>a</sup>
Ph	10,20±0,055 <sup>a</sup>	10,02±0,020 <sup>b</sup>
Rendimento (%)	22,93±0,555 <sup>a</sup>	24,11± 0,715 <sup>a</sup>
<b>Parâmetros de cor</b>		
L*	60,58±0,378 <sup>b</sup>	69,21±0,350 <sup>a</sup>
a*	4,816±0,005 <sup>a</sup>	3,22±0,218 <sup>b</sup>
b*	12,15±0,055 <sup>a</sup>	12,72±0,249 <sup>a</sup>
C*	10,25±0,095 <sup>a</sup>	9,95±0,640 <sup>a</sup>
H°	85,42±0,032 <sup>b</sup>	108,57±0,464 <sup>a</sup>
ΔE	29,52±0,036 <sup>a</sup>	23,46±0,626 <sup>b</sup>

Os resultados são média ± desvio padrão. Letras diferentes na mesma linha indicam diferença estatisticamente significativa ( $p \leq 0,05$ ). EAI: Índice de atividade de emulsão

A gelatina obtida pelo método convecção de ar quente apresentou menor teor de água ( $p \leq 0,05$ ), devido maior o tempo de exposição a secagem (12,35 horas) quando

comparada ao outro procedimento (Tabela 7). Resultados semelhantes ao observados por Silva; Lourenço; Pena (2017) em gelatina de pele de peixe liofilizada (7,51%) e inferiores aos descritos por Rahman et al. (2008) para gelatina comercial suína (12,3%) e bovina (9,7%).

De acordo com os métodos padrão para o teste de gelatina comestível e o Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (GME, 2005; BRASIL, 2018) os valores de umidade e cinzas devem ser inferiores a 15% e a 2%, respectivamente. Portanto, os resultados encontrados encontram-se dentro dos limites estabelecidos pela legislação.

As gelatinas obtidas pelos dois métodos apresentaram elevado teor proteico (~90%), superior a 88% encontrado por Tkaczewska et al. (2018). É importante destacar que o elevado teor de proteínas, representa a quantidade de colágeno parcialmente hidrolisado presente nas gelatinas e que podem ser consideradas excelentes matérias-primas para a elaboração de novos produtos.

O teor lipídico encontrado foi em média 1,87% ( $p \leq 0,05$ ), considerado baixo e desejável para gelatinas de pele de peixe. Segundo Sae-Leaw; Benjakul (2015), a pele de peixe contém lipídios com alto grau de insaturação e os produtos da oxidação lipídica contribuem principalmente para o odor de peixe no produto final. As gelatinas obtidas apresentaram reduzido odor característico de peixe, demonstrando a viabilidade de sua utilização, pois a presença destes odores pode limitar as aplicações, especialmente como ingredientes alimentares.

O valor mais elevado da força do gel foi obtido na secagem por convecção de ar quente (507,33 g) e o menor na combinada (298 g), no entanto, os dois produtos podem ser utilizados em diferentes aplicações. A força do gel é uma das propriedades funcionais mais importantes da gelatina, e segundo Gilsenan; Ross-Murphy (2000) e Karim; Bhat (2009) a gelatina de peixe tem tipicamente menor força de gel que a de mamíferos (0 a 200 g), o que não foi observado neste estudo.

Os resultados indicaram que a força do gel foi influenciada pela temperatura de secagem, pois o maior resultado foi para a gelatina seca a 59,14°C (Tabela 7). Os valores de força do gel estão relacionados às características intrínsecas, tais como: distribuição do peso molecular, comprimento da cadeia de proteína, interações entre aminoácidos e razão de cadeias  $\alpha/\beta$  da gelatina, assim como, localização dos iminoácidos na cadeia peptídica (KOLI, 2011; DIAZ-CALDERON et al., 2017).

O valor do ponto de fusão da gelatina obtida pelo método convecção de ar quente diferiu ( $p \leq 0,05$ ) da amostra seca pelo combinado. Essa propriedade é influenciada por muitos fatores, como a distribuição do peso molecular médio, a concentração, o tempo, a temperatura de maturação do gel, as condições de extração e a proporção de prolina e hidroxiprolina da molécula de colágeno original presente no material (CHOI; REGENSTEIN, 2000; ELAVARASAN et al., 2017). E o maior resultado encontrado (Tabela 7) foi para a secagem por convecção de ar quente, valor superior aos relatados por See et al. (2015) e Kumar et al. (2017). Segundo Sinthusamran et al. (2014) gelatinas com ponto de fusão mais elevado proporcionam melhor sensação na boca.

As propriedades funcionais (formação de espuma e atividade emulsificante) foram menores ( $p \leq 0,05$ ) para a gelatina obtida pelo método de secagem por ar quente (Tabela 7). Provavelmente o tempo de exposição a secagem influenciou de forma indesejável nestas propriedades. No entanto, estes resultados ainda são superiores aos relatados por Kanwate; Kudre (2017) para atividade emulsificante (16,23 – 31,46 m<sup>2</sup>/g) e por Duan et al. (2018) para a formação de espuma (0,35%).

Em geral, estas propriedades estão correlacionadas positivamente com o peso molecular dos peptídeos, pois, os maiores e mais longos podem estabilizar a proteína na interface de forma mais eficaz (VAN DER VEN et al., 2002). A estabilidade da emulsão e a formação de espuma tornam a gelatina multifuncional, propriedades bastante exploradas pela indústria de alimentos, em produtos como marshmallows e gomas de mascar. Também pode ser utilizada como emulsificante em sobremesas lácteas aeradas, como mousses, iogurtes, coalhadas e sorvetes, que são sistemas de três fases formados por ar, óleo e água (GELITA, 2018).

A cor é um importante parâmetro que pode determinar a aplicação de gelatina. A amostra obtida por secagem combinada por 3,51 horas apresentou cor mais clara ( $L^*$ ) e menor variação de cor ( $\Delta E$ ) ( $p \leq 0,05$ ), quando comparada com a gelatina seca por convecção 12,35 horas. Estes resultados indicam que as condições e os diferentes métodos de secagem influenciaram na cor das gelatinas extraídas da pele de pescada amarela (*Cynoscion acoupa*).

#### **4. CONCLUSÃO**

De acordo com o delineamento composto central rotacional, os resultados mostraram que a temperatura de secagem da estufa foi a variável com o maior efeito na força do gel, umidade e atividade de água nos processos de convecção por ar quente e

combinado (radiação infravermelha e convecção por ar quente). As melhores condições de secagem estabelecidas pela função de desejabilidade para a convecção de ar quente foram 59,14° C por 12,35 h. Para a secagem combinada, a região otimizada foi temperatura infravermelha de 70° C e tempo da estufa 3,51h e temperatura de 70° C. Os resultados da otimização dos parâmetros dos processos de secagem da gelatina destacam a relevância do controle das variáveis como estratégia para a produção de biomateriais com composição bioquímica padronizada. Pois, conhecer o tempo de secagem e as condições de temperatura é necessário para se obter propriedades físicas, tecnológicas e funcionais desejáveis para as diferentes aplicações da gelatina.

### **Limitações e recomendações sobre pesquisas futuras**

- A gelatina extraída de resíduos de peixes são multifuncionais, entretanto um fator limitante a sua aplicação é o odor característico de peixe, portanto, sugere-se um estudo detalhado para desodorizar este material.

- A extração da gelatina de peixe gera uma grande quantidade de água e soluções químicas, assim é necessário encontrar através de tecnologias limpas processos para viabilizar a reutilização desses materiais.

- Após a extração da gelatina, é formado no final do processo um conteúdo colagenoso que necessita de estudos quanto a sua caracterização química, física, tecnológica e funcional.

### **Agradecimentos**

Ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico), processo 469101/2014-8, a CAPES (Comissão de Aperfeiçoamento de Pessoal do Nível Superior) e a Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação (PROPESP-UFPA).

### **Apêndice A: Material Suplementar**

## REFERÊNCIAS

ALBUQUERQUE, G.A., BEZERRA, F.W.F., DE OLIVEIRA, M.S., DA COSTA, W.A., DE CARVALHO JUNIOR, R. N., Peixoto Joele, M. R. Supercritical CO<sub>2</sub> Impregnation of Piper divaricatum Essential Oil in Fish (*Cynoscion acoupa*) Skin Gelatin Films. **Food and Bioprocess Technology**. v. 13, p. 1765-1777, 2020.

ALFARO, T., FONSECA, A., PRENTICE-HERNÁNDEZ G.G. Enhancement of Functional Properties of Wami Tilapia (*Oreochromis urolepis hornorum*) Skin Gelatin at Different pH Values. **Food and Bioprocess Technology**. v. 6, p. 2118-2127, 2013.

Association of Analytical Communities (AOAC), Official Methods of Analysis, 17<sup>a</sup> ed. (2002).

BARBOSA, J., BORGES, S., AMORIM, M., PEREIRA, M. J., OLIVEIRA, A., PINTADO, M. E., TEIXEIRA, P. Comparison of spray drying, freeze drying and convective hot air drying for the production of a probiotic orange powder. **Journal of Functional Foods**. v. 17, p. 340-351, 2015.

BENJAKUL, S., KITTIPHATTANABAWON, P., REGENSTEIN, J.M., FISH GELATIN B.K. SIMPSON, G. PALIYATH, L.M.L. NOLLET, S. BENJAKUL, F. TOLDRÁ (Eds.), **Food Biochemistry and Food Processing** (second ed.), John Wiley & Sons, Inc., Iowa, p. 388-405, 2012.

BOX, G.E.P., WETZ, J. Criteria for judging adequacy of estimation by an approximate response function. University of Wisconsin Technical Report, n. 9, 1973.

BRASIL: Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA). 2020. Artigo 433 do Decreto 30.691/52. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/sustentabilidade/bem-estar-animal/arquivos/arquivos-legislacao/decreto-30691-de-1952.pdf/view> Acessado 02 de Agosto de 2020.

BUI, X. D.; VO, C. T.; BUI, V. C.; PHAM, T. M.; BUI, T. T. H.; NGUYEN-SY, T.; NGUYEN, T. D. P.; CHEW, K. W.; MUKATOVA, M. D.; SHOW, P. L. Optimization of production parameters of fish protein hydrolysate from *Sarda Orientalis*

black muscle (by-product) using protease enzyme. **Clean Technologies and Environmental Policy**. v. 40, p. 23-31, 2021.

CHOI, S.S., REGENSTEIN, J. M. Physicochemical and sensory characteristics of fish gelatin. **Journal of Food Science**. v. 65, p. 194-199, 2000.

DEHNAD, D.; JAFARI, S.M.; AFRASIABI, M. Influence of drying on functional properties of food biopolymers: from traditional to novel dehydration techniques. **Trends in Food Science & Technology**. v. 57, p. 116-13, 2016.

Diaz-Calderon, P., Flores, E., Gonsález-Muñoz, A., Pepczynska, M., Quero, F. Influence of extraction variables on the structure and physical properties of salmon gelatina. **Food Hydrocolloids**. v. 71, p. 118-128, 2017.

DJELLOULI, M., LÓPEZ-CABALLERO, M.E., ARANCIBIA, M.Y., KARAM, N., MARTÍNEZ-ALVAREZ, O. Antioxidant and Antimicrobial Enhancement by Reaction of Protein Hydrolysates Derived from Shrimp By-Products with Glucosamine. **Waste Biomass Valor**. v. 11, p. 2491–2505, 2020.

DUAN, R., ZHANG, J., LIU, L., CUI, W., REGENSTEIN, J. M. The functional properties and application of gelatin derived from the skin of channel catfish (*Ictalurus punctatus*). **Food Chemistry**. v. 239, p. 464-469, 2018.

ELAVARASAN, K., KUMAR, A., UCHO, D., TEJPAL, C. S., NINAN, G. ZYNUDHEEN, A. A. Extraction and characterization of gelatin from the head waste of tiger tooth croaker (*Otolithes ruber*). **Waste Biomass Valorization**. v. 8, p. 851-858, 2017.

EL-MESERY, MWITHIGA, G. Mathematical modelling of thin layer drying kinetics of onion slices hot-air convection, infrared radiation and combined infrared-convection drying. **Advances in Environmental Biology**. v. 8, p. 1-19, 2014.

FAN, H. Y., DUMONT, M.J., SIMPSON, B.K. Extraction of gelatin from salmon (*Salmo salar*) fish skin using trypsin-aided process: optimization by Plackett–Burman and response surface methodological approaches. **Journal of Food Science and Technology**. v. 54, p. 4000-4008, 2017.

FERREIRA, G. V. B., BARLETTA, M., LIMA, A. R. A., DANTAS, D. V., JUSTINO, A. K. S., COSTA, M. Plastic debris contamination in the life cycle of Acoupa weakfish (*Cynoscion acoupa*) in a tropical estuary. **ICES Journal of Marine Science**. v. 73, p. 1-13, 2016.

GELITA: Improving Quality of Life. <https://www.gelita.com/pt-pt/gelatinaversatil>  
Acessado 15 de Maio de 2020.

HUANG T., TU, Z.C., WANG, H., LIU, W., ZHANG, L., ZHANG, Y., SHANG GUAN, X.C. Comparison of rheological behaviors and nanostructure of bighead carp scales gelatin modified by different modification methods. **Journal of Food Science and Technology**. v. 54, p. 1256-1265, 2017.

KAERUANG, P., BENJAKUL, S., PRODPRAN, T., NALINANON, S. Physicochemical and functional properties of gelatin from the skin of unicorn leatherjacket (*Aluterus monoceros*) as affected by extraction conditions. **Food Bioscience**. v. 2, p. 1–9, 2013.

KANWATE, B. W.; BALLARI, R. V.; KUDRE, T. G. Influence of spray-drying, freeze-drying and vacuum-drying on physicochemical and functional properties of gelatin from *Labeo rohita* swim bladder. **International Journal of Biological Macromolecules**. v. 121, p. 135-141, 2019.

KARIM, A.A., BHAT, R. Fish gelatin: properties, challenges, and prospects as an alternative to mammalian gelatins. **Food Hydrocolloid**. v. 23, p. 563-576, 2009.

KUMAR, D. P., CHANDRA, M.V., ELAVARASAN, K.; SHAMASUNDAR, B.A. Structural properties of gelatin extracted from croaker fish (*Johnius sp*) skin waste. **International Journal of Food Properties**. v. 20, p. 2612-2625, 2017.

LI, Y., TANG, C., HE, Q., LI, X., ZHANG, A. Extraction Optimization and Characterization of Gelatin from Half-Smooth Tongue Sole (*Cynoglossus semilaevis* Gunther). **Journal of Aquatic Food Product Technology**. v. 28, p. 637-648, 2019.

LIU, Y.; XIA, L.; JIA, H.; LI, Q.; JIN, W.; DONG, X.; PAN, J. Physicochemical and functional properties of chum salmon (*Oncorhynchus keta*) skin gelatin extracted at different temperatures. **Journal of the Science of Food and Agriculture**. v. 97, p. 5406–5413, 2017.

MAD-ALI, S.; BENJAKUL, S.; PRODPRAN, T.; MAQSOOD, S. Interfacial properties of gelatin from goat skin as influenced by drying methods. **Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie - LWT**. v. 73, p. 102-107, 2016.

MENG, Y., CLOUTIER, S. Gelatin and Other Proteins for Microencapsulation. In book: Microencap. **Food Industry**. C. 20, p. 227-239, 2014.

MIHINDUKULASURIYA, S.D.F., JAYASURIYA, H.P.W. Drying of chilli in a combined infrared and hot air rotary dryer. **Journal of Food Science and Technology**. v. 52, p. 4895-4904, 2015.

MONTERO, M., ACOSTA, Ó. G. Tuna skin gelatin production: optimization of extraction steps and process scale-up. **CYTA - Journal. Food**. v. 18, p. 580-590, 2020.

NACHAISIN, M., JAMRADLOEDLUK, J., NIAMNUY, C. Application of combined far-infrared radiation and air convection for drying of instant germinated brown rice. **Journal of Food Process Engineering**. v. 39, p. 306-3018, 2015.

OLIVEIRA, V.M., ASSIS, C.R.D., HERCULANO, P.N., CAVALCANTI, M.T.H., BEZERRA, R.S.; PORTO, A.L.F. Collagenase from smooth weakfish: extraction, partial purification, characterization and collagen. **Boletim do Instituto de Pesca**. v. 43, p. 52-64, 2018.

ONWUDE, D. I., HASHIM, N., ABDAN, K., JANUS, R., CHEN, G. Modelling the mid-infrared drying of sweet potato: kinetics, mass and heat transfer parameters, and energy consumption. **Heat Mass Transfer**. v. 54, p. 2917-2933, 2018.

ONWUDE, D., NORHASHILA, H. C., KHALINA, A., RIMFIEL, J., GUANGNAN, C. The effectiveness of combined infrared and hot-air drying strategies for sweet potato. **Journal of Food Engineering**. v. 241, p. 75-87, 2019.

PEARCE, K. N., KINSELLA, J. E. Emulsifying properties of proteins: evaluation of a turbidimetric technique. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. v. 26, p. 716-723, 1978.



QUEK, S. Y., CHOK, N. K.; Swedlund, P. The physicochemical properties of spray dried watermelon powder. **Chemical Engineering and Processing**. 46, p. 386-392, 2007.

RAMOS, M., VALDÉS, A., BELTRÁN, A., GARRIGÓS, M., Gelatin-based films and coatings for food packaging applications. *Coatings*, v. 41, 2016.

RBR Brasil, <https://rbrbrasil.com.br/gelatina/> Acessado em 17 de Maio de 2020.

RIBEIRO, S.C.A. Estudo do processo de desidratação osmótica e secagem de filés de mapará (*Hypophthalmus edentatus*). 288 p. Tese - Universidade Estadual de Campinas, Campinas (2005).

SAE-LEAW, T., BENJAKUL, S. Physico-chemical properties and fishy odour of gelatin from seabass (*Lates calcarifer*) skin stored in ice. **Food Bioscience**. v. 10, p. 59-68, 2015.

SAE-LEAW, T., BENJAKUL, S., O'BRIEN, N.M. Effect of pretreatments and drying methods on the properties and fishy odour/flavor of gelatin from seabass (*Lates calcarifer*) skin. **Drying Technology**. v. 34, p. 53-65, 2016.

SALEM, A.; FAKHFAKH, N.; JRIDI, M.; ABDELHEDI, O.; NASRI, M.; DEBEAUFORT, F.; ZOUARIA, N. Microstructure and characteristic properties of dogfish skin gelatin gels prepared by freeze/spray-drying methods. **International Journal of Biological Macromolecules**. v. 162, p. 1-10, 2020.

SHA, X.M., TU, Z.C., LIU, W., WANG, H., SHI, Y., HUANG, T., MAN, Z.Z. Effect of ammonium sulfate fractional precipitation on gel strength and characteristics of gelatin from bighead carp (*Hypophthalmichthys nobilis*) scale. **Food Hydrocolloid**. v. 36, p. 173-180, 2014.

SHAHIRI, T.H., MAGHSOUDLOU, Y., MOTAMEDZADEGAN, A., MAHOONAK, A.R.S. Optimization of physico-chemical properties of gelatin extracted from fish skin of rainbow trout (*Onchorhynchus mykiss*). **Bioresour Technology**. v. 101, p. 6207-6214, 2010.

SILVA, E. V. C., LOURENÇO, L. F. H., PENA, R. S. Optimization and characterization of gelatin from kumakuma (*Brachyplatystoma filamentosum*) skin. **CyTA- Journal Food**. v. 15, p. 361-368, 2017.

SINTHUSAMRAN, S., BENJAKUL, S., KISHIMURA, H. Molecular characteristics and properties of gelatin from skin of seabass with different sizes. **International Journal of Biological Macromolecules**. v. 73, p. 146-153, 2015.

TKACZEWSKA, J., MORAWSKA, M., KULAWIK, P., ZAJĄC, M. Characterization of carp (*Cyprinus carpio*) skin gelatin extracted using different pretreatments method. **Food Hydrocolloid**. 81, 169-179, 2018.

VAN DER VEN, C., GRUPPEN, H., BONT, D. B. A., VORAGEN, A. G. J. Correlations between biochemical characteristics and foam-forming and-stabilizing ability of whey and casein hydrolysates. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. v. 50, p. 2938-2946, 2002.

YASIN, H., BABJI, A. S., ISMAIL, H. Optimization and rheological properties of chicken ball as affected by  $\kappa$ -carrageenan, fish gelatin and chicken meat. **LWT - Food Science and Technology**. v. 66, p. 79-85, 2016.

# CAPÍTULO III

---

**Avaliação dos diferentes métodos de secagem nas propriedades tecnológicas, funcionais, estruturais, térmicas e reológicas da gelatina de pele de peixe**

---

## **Avaliação dos diferentes métodos de secagem nas propriedades tecnológicas, funcionais, estruturais, térmicas e reológicas da gelatina de pele de peixe**

### **Resumo**

O objetivo deste estudo foi comparar cinco métodos de secagem, liofilização, convecção forçada de ar quente, radiação infravermelha, método combinado (ar quente com infravermelho) e refractance window de gelatina extraída da pele de peixe. Foram avaliadas as propriedades físicas, químicas, tecnológicas, funcionais, térmicas, estruturais e reológicas das gelatinas. Os resultados mostraram que as gelatinas obtidas por liofilização e refractance window apresentaram maior estabilidade quanto a atividade de água. A gelatina seca por convecção de ar quente registrou o maior valor da força do gel com 507,33 g ( $p \leq 0,05$ ). A análise de componentes principais explicou variação acumulada de 99,87% dos dados nos diferentes métodos e o agrupamento hierárquico mostrou a formação de três grupos com as maiores semelhanças entre os parâmetros avaliados. Os resultados apresentados por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier, difração de raio X e análise termogravimétrica demonstraram que todas as amostras secas exibiram espectros similares. No entanto, as gelatinas obtidas por radiação infravermelha sozinho e combinado com secagem de ar quente, apresentaram maior degradação das moléculas proteicas, com mudanças na estrutura secundária e perda da tripla hélice. Avaliando as propriedades reológicas observa-se que as gelatinas apresentaram comportamento newtoniano. A liofilização foi o método que proporcionou melhor preservação das propriedades da gelatina, no entanto é muito dispendioso. A secagem convectiva e refractance window também apresentaram bons resultados estruturais, físicos e tecnológicos, demonstrando serem técnicas com grande potencial para a secagem de gelatina.

**Palavras-chave:** Resíduos de peixe; gelatina; secagem; PCA; propriedades tecnológicas; propriedades térmicas

## 1. INTRODUÇÃO

A gelatina é um produto do colágeno parcialmente desnaturado pelo calor, amplamente utilizada nas indústrias alimentícia, farmacêutica e cosmética como estabilizador para melhorar a elasticidade e a consistência, devido suas propriedades funcionais e tecnológicas únicas (AHMAD et al., 2017; SINTHUSAMRAN et al., 2018). A maioria das gelatinas comerciais é produzida a partir de peles bovina e suína, mas devido a razões socioculturais e religiosas, há uma demanda crescente por outras fontes (TANET al., 2019). Gelatina de origem marinha, especialmente oriundas de subprodutos do processamento de pescado, como peles de peixes, podem ser obtidas em abundância e baixo custo, além de também agregar valor e minimizar a deposição desses resíduos no ambiente.

Após a extração da gelatina, a secagem é um processo crucial para obter o produto com melhores propriedades tecnológicas e funcionais. Durante a aplicação do método, o calor pode induzir a clivagem de ligações covalentes e não covalentes, resultando na modificação da estrutura da proteína. A magnitude das alterações nas propriedades físico-químicas das proteínas depende principalmente dos métodos e das condições de secagem utilizadas. Diferentes métodos de secagem possuem diversos efeitos nas funcionalidades das moléculas de gelatina (DEHNADET al., 2016; KANWATE et al., 2017).

Em geral, a gelatina é seca por secagem com ar quente ou por liofilização, e estes métodos têm sido usados na produção industrial (FENG et al., 2021). A secagem por convecção de ar quente, pode consumir grande quantidade de energia, tempo e também pode afetar a qualidade dos produtos finais. Porém, o custo desta técnica é de 4 a 8 vezes menor do que a liofilização (DEHGHANNYA et al., 2018). Na liofilização, as proteínas retêm melhor sua forma estrutural nativa, sofrem menos tensões relacionadas à evaporação térmica e de água, no entanto, o processo é demorado e requer grande quantidade de energia (SAE-LEAW et al., 2016; KANWATE et al., 2019).

Outras técnicas de secagem estão se destacando na indústria, a utilização de radiação infravermelha, por exemplo, oferece vantagens significativas em relação aos métodos de secagem convencionais, incluindo reduções no tempo, tamanho compacto do equipamento e economia significativa de energia (ZHOUET al., 2018; LUO et al., 2021). Estudos sobre o processo de secagem combinada (radiação infravermelha e convecção de ar quente), com o intuito de economizar energia e melhorar a qualidade de diferentes produtos também já foram relatados em outras pesquisas como na cebola (EL-MESERY;

MWITHIGA, 2014), arroz (NACHAISINET al., 2015); pimenta (MIHINDUKULASURIYA; JAYASURIYA, 2015) e batata doce (ONWUDE et al., 2019).

Existem várias pesquisas científicas demonstrando o efeito de diferentes métodos de secagem em alimentos, aplicação de convecção de ar quente, radiação infravermelha, combinação dos métodos anteriores, liofilização e refractance window, porém, até o presente momento ainda não foram comparados os efeitos desses métodos de secagem em gelatina de pele de pescada amarela (*Cynoscion acoupa*).

Na literatura, somente foram relatados estudos de secagem nas propriedades da gelatina, por liofilização, vácuo e pulverização, porém de outras fontes. Salem et al. (2020) descobriram que a liofilização e a secagem por pulverização afetaram as propriedades dos géis de gelatina de pele de cação, alterando a estrutura da proteína. Mad-Ali et al. (2016), demonstraram que a gelatina de pele de cabra seca por spray drier apresentou maior propriedade de formação de espuma, porém menor de capacidade emulsificante do que a liofilizada. Kanwate et al. (2019), revelaram que houve perda da tripla hélice e mudanças estruturais nas moléculas proteicas das gelatinas obtidas de bexiga natatória por diferentes métodos de secagem. Díaz-Calderón et al. (2017) afirma que é importante compreender o efeito dos métodos de secagem nas propriedades da gelatina de peixe, para fornecer uma base teórica ao desenvolvimento da gelatina com propriedades favoráveis para cada aplicação específica.

Portanto, o objetivo deste trabalho foi pesquisar a qualidade da gelatina de peixe submetida a diferentes métodos de secagem, tais como a liofilização, convecção forçada de ar quente, radiação infravermelha, método combinado e refractance window.

## **2. MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1. MATÉRIA-PRIMA E PRODUTOS QUÍMICOS**

Foram utilizadas peles de pescada amarela (*Cynoscion acoupa*), coletadas em indústria de pesca, localizada no município de Vigia-PA e transportadas em caixas isotérmicas para o Laboratório de Produtos de Origem Animal (LAPOA) da Universidade Federal do Pará (UFPA). Após lavagem e remoção das escamas, as peles foram acondicionadas em embalagens de policloreto de vinil, seladas à vácuo e congeladas a -22 °C, até a etapa de extração. Todos os produtos químicos utilizados nas análises foram de grau analítico.

## 2.1. PRÉ-TRATAMENTO DA PELE DE PEIXE E EXTRAÇÃO DA GELATINA

A metodologia utilizada para obtenção da gelatina proposta por Silva; Lourenço; Pena (2017) e adaptada por Araújo et al. (2021). Após lavagem em água corrente, as peles do peixe (4x4cm) foram imersas, inicialmente em solução de cloreto de sódio (NaCl) 0,6M, em seguida em hidróxido de sódio (NaOH) 0,3M, ambas por 15 minutos, e finalmente em solução de ácido acético (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>) 0,02M na proporção 1/5 (m/v), por 60 minutos. Todas as etapas ocorreram sob agitação (85 rpm à 25 °C) em incubadora shaker (Lucadema, Luca 223, Brasil) e com lavagem das peles em água (3 repetições). Para extrair a gelatina, as amostras pré-tratadas foram adicionadas em água destilada 1/5 (m/v), e colocadas em banho-maria a 60 °C por 6 horas. Após o aquecimento, o material foi submetido a filtração em tecido faillet e a gelatina obtida foi submetida a etapa de secagem.

## 2.2. MÉTODOS DE SECAGEM

Para realizar todas as secagem, a solução de gelatina (100 mL) extraída da pele de peixe foi distribuída em suportes de alumínio de 110 mm de diâmetro com 10 mm de altura e submetidas a diferentes métodos de secagem: liofilização, convecção de ar quente, radiação infravermelha, método combinado (radiação infravermelha com convecção de ar quente) e refractance window.

### 2.2.1. Secagem por liofilização (SL)

Neste processo, a solução de gelatina foi previamente congelada em ultrafreezer (Coldlab, CL200-80, Brasil), a  $-80 \pm 3^{\circ}\text{C}$  por 24 horas, em seguida foi realizado a sublimação em liofilizador (Liotop, L101, Brasil) a uma temperatura de  $-60^{\circ}\text{C}$ , pressão de 130  $\mu\text{mHg}$  por um período de 48 horas, de acordo com Xavier Neves et al. (2019), com adaptação no tempo do processo.

### 2.2.2. Secagem por convecção de ar quente (CAQ)

As amostras de gelatina foram desidratadas de acordo com Araújo et al. (2021), com modificações na temperatura (59,14 °C) e no tempo (12h35min), utilizando estufa com circulação forçada de ar (Tecnal, TE-394/3, Brasil) com controlador digital de temperatura com precisão de  $\pm 1^{\circ}\text{C}$ , potência de 4000 Watts, ventilação interna no sentido

horizontal e velocidade do ar de 1,4 m/s medida em anemômetro digital (Instrutherm, AD-250, Brazil).

### **2.2.3. Secagem por radiação infravermelha (RI)**

A secagem da gelatina foi realizada a 70 °C por 8 h em analisador de umidade (Gehaka, IV 2000, Brasil), com emissor infravermelho de temperatura ajustável entre 50 °C e 210 °C, potência de 300 W, e plataforma de balanço para medição da massa do material, com carga máxima de 100 g, repetitividade  $\pm 0,001\text{g}$ , linearidade:  $\pm 0,001\text{g}$  e flutuação e frequência de rede de  $\pm 10\%$  e 50 a 60 Hertz, respectivamente (LUOET al., 2021).

### **2.2.4. Secagem combinada por infravermelho x convecção de ar quente (RI – CAQ)**

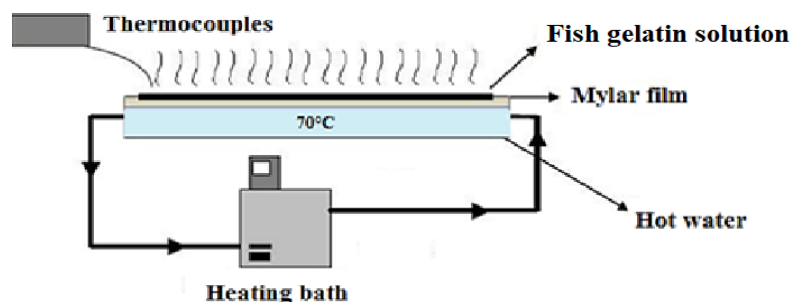
Na secagem combinada, foram estudados dois processos térmicos sequenciados. Inicialmente foi realizada a pré-secagem por infravermelho a 70 °C por 2 h em analisador de umidade (Gehaka, IV 2000, Brasil). Após esta etapa a gelatina foi submetida a desidratação por convecção forçada de ar quente, em estufa com circulação forçada de ar (Tecnal, TE-394/3) a 70 °C por 3h51min, conforme adaptações de Araújo et al. (2021).

### **2.2.5. Secagem por refractance window (RW)**

O equipamento refractance window foi construído no Laboratório de Processos de Secagem da Universidade Federal do Pará, seguindo os princípios do equipamento comercial, porém sem esteira automática, menor escala e funcionando em regime, conforme a Figura 1 (COSTA et al., 2019).

O aparato consiste em um recipiente retangular com as dimensões: 13 cm de largura, 93 cm de comprimento e 8 cm de altura, sobre o qual foi fixado um filme de poliéster Mylar com 0,25 mm de espessura. Ao sistema foi acoplado um banho termostático (Ethik, 521-TD, Brasil), responsável pela alimentação e controle de temperatura da água durante o processo. Para a secagem, a solução de gelatina de peixe em temperatura ambiente ( $\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), foi espalhada sobre o secador utilizando uma espátula de aço inoxidável. O experimento foi realizado com água na temperatura de  $70 \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  por 1 h e espessura de espalhamento da amostra de  $0,37 \pm 0,02\text{ mm}$ .





**Figura 1.** Representação esquemática do processo de secagem por Refractance Window.  
**Fonte:** Adaptada de Costa et al. (2019)

As gelatinas desidratadas em todos os processos térmicos foram trituradas em moinho (Maqtron, B-611, Brasil) para obtenção dos pós, embaladas a vácuo e armazenados a temperatura ambiente ( $25^{\circ}\text{C}\pm 3^{\circ}\text{C}$ ) para posterior realização das análises.

### 2.3. CARACTERIZAÇÃO DAS GELATINAS

#### *Composição centesimal*

A umidade, proteínas totais, lipídios e cinzas foram determinados utilizando metodologia da AOAC (2002) com resultados expressos em base seca.

#### *Atividade de água*

Utilizou higrômetro eletrônico (Aqualab, 3TE, DecagonDevices In., USA).

#### *Força do gel (Bloom)*

Foi determinada de acordo com Choi; Regenstein (2000) e Kittiphattanabawon et al. (2010a), onde a gelatina a 6,67% (m/v) foi misturada com água destilada ( $60^{\circ}\text{C}$ ). E a solução agitada até a solubilização da gelatina, que foi transferida para um molde com 3 cm de diâmetro e 2,5 cm de altura e incubada a  $10^{\circ}\text{C}/17\text{h}$ . A força do gel foi determinada em reômetro (Sun ScientificCo, Reo Thex SD-700, Japão), usando sonda de teflon cilíndrica, com 12,5 mm de diâmetro, velocidade de 1 mm/s e carga de 5g. A força máxima (grama) foi registrada quando o êmbolo penetrou 4 mm nas amostras de gel.

#### *Ponto de fusão*

As soluções de gelatina a 6,67% foram preparadas e aquecidas em banho-maria a  $60^{\circ}\text{C}$  por 15 min, resfriadas em banho de gelo e maturadas a  $10^{\circ}\text{C}$  em refrigerador por  $17\pm 1$  h (Quimis, Q315M, Brasil). Em seguida, foram adicionadas sobre o gel cinco gotas de uma mistura de 75% de clorofórmio (Synth) e 25% do corante azul de metileno (Neon), colocado em banho-maria a  $15^{\circ}\text{C}$ , com elevação da temperatura de  $0,5^{\circ}\text{C}$  a cada 5 min. A

temperatura do banho foi verificada e o ponto de fusão determinado, no momento em que as gotas coradas se moveram para o interior do gel (CHOI; REGENSTEIN, 2000). Esta análise foi realizada em triplicata.

### ***Capacidade de formar espuma***

Determinada conforme descrito por Shahriet al. (2010), com modificação. A solução de gelatina (3% m/v) foi transferida para cilindros de 100 mL e homogeneizada (Ultra Stirrer, ultra 380, USA) a 15000 rpm por 1 min à temperatura ambiente. A capacidade de formar espuma (CFE) foi calculada de acordo com a Equação 1.

$$\text{CFE (\%)} = (V_T - V_0) / V_0 \times 100 \quad (1)$$

Onde  $V_T$ : Volume total após homogeneização;  $V_0$ : Volume inicial antes da homogeneização

### ***Índice de atividade de emulsão***

Foram misturados 20 mL de solução de gelatina a 3% com 20 mL de óleo de soja, homogeneizada em Ultra Stirrer (ultra 380, USA) com velocidade de 20.000 rpm por 1 min. A emulsão (1mL) foi diluída 100 vezes com sulfato dodecil de sódio a 0,1%, em seguida foi misturada por 10 segundos em vortex (Kasvi, K45-2820, Brasil), de acordo com metodologia descrita por Pearce; Kinsella (1978), com modificações. O índice de atividade de emulsão (EAI) foi analisada pela leitura da absorbância logo após a formação da emulsão, em espectrofotômetro (Thermo Fisher Scientific, EVO 60, USA) a 500 nm e calculada de acordo com a Equação 2.

$$\text{EAI (m}^2\text{/g)} = 2T / (0,25 \times \text{massa da proteína (g)}) \quad (2)$$

Onde  $T = 2,303 \times A_{500}$ ;  $A_{500}$  = absorbância a 500 nm

### ***Cor instrumental***

Avaliada em colorímetro (Minolta, CR 310, Japão), no espaço CIE (Comission Internacionale de l'Eclairage) através dos parâmetros:  $L^*$ : luminosidade;  $a^*$ : intensidade da cor vermelha;  $b^*$ : intensidade da cor amarela.

### ***Valor de pH***

Realizado por potenciometria, de acordo com Tkaczewska et al. (2018). A solução de gelatina foi preparada a 6,67% (m/v) em água destilada a 60 °C. Assim que a temperatura

da solução se equilibrou à temperatura ambiente (25 °C), o pH foi medido em pHmetro digital (Bel engineering, PHS3BW, Itália).

### ***Rendimento***

Foi calculado através da relação entre a massa de gelatina seca e a quantidade inicial de matéria-prima, expresso em g de gelatina/100g de pele.

### ***Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier***

As amostras de gelatina seca foram submetidas a espectroscopia no infravermelho com reflectância total atenuada por transformada de Fourier (ATR-FTIR). Os espectros infravermelhos com transformada de Fourier foram registados utilizando um espectrometro (Bruker, Vertex 70v, Alemanha). Os espectros, na faixa de 4000-400cm<sup>-1</sup> com ganho de sinal automático, foram coletados em 32 varreduras com uma resolução de 4cm<sup>-1</sup> e comparados com um espectro de fundo registrado a partir de uma célula limpa e vazia a 25 °C.

### ***Difração de raio X***

As medidas de difração de raio-X (DR-X) foram conduzidas a temperatura ambiente em difratômetro (Bruker, D8 Advance, Alemanha), utilizando radiação K $\alpha$  do cobre (1,5406 Å), tensão de 40kV e corrente 40mA de  $l = 1,7889 \times 10^{-1}$ nm. Os pós de gelatinas foram avaliados em um intervalo de 2 $\theta$  entre 5,0 e 60,0 graus a uma velocidade de 0,02°/s.

### ***Análise térmica***

A perda de massa das gelatinas foi avaliada por termogravimetria (TG) e sua derivada (DTG). O equipamento utilizado para as análises térmicas foi uma termobalança (Shimadzu, DTG 60H, Japão), com as seguintes condições: razão de aquecimento de 10°C/min, faixa de temperatura de 25 a 600 °C, atmosfera de nitrogênio com fluxo de 50 mL/min e, como porta amostra foram utilizados cadinhos de alumínio. Para a aquisição e o tratamento de dados foi utilizado o aplicativo Software TA60 versão 2.2.1 acoplado no próprio equipamento Shimadzu.

### ***Propriedade reológica***

A viscosidade aparente das soluções de gelatina (6,67%, m/v) foi caracterizada utilizando viscosímetro rotacional (HaakeViscotester, VT 550, Alemanha) e spindle de

configuração geométrica cilíndrica coaxial copo SV e rotor SV<sub>1</sub>. Foi programada uma temperatura constante de 28°C e taxa de cisalhamento com variação de 0 a 600s<sup>-1</sup>. Os resultados foram obtidos pelo do software computacional *Measuring and Evaluation Software* do próprio equipamento. Todas as soluções foram mantidas a temperatura ambiente (~25 °C) por 10 min antes da medição.

#### 2.4. ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados de caracterização física, química, tecnológica e funcional das gelatinas foram submetidos à Análise de Variância (Anova) e as diferenças entre as médias foram avaliadas pelo Teste de Tukey utilizando software Statistica® versão 7.0 (STATSOFT Inc., 2004). A Análise de Componentes Principais (ACP), Análise de Agrupamento Hierárquico (HCA) e correlação de Pearson foram realizados foram realizadas pelo programa estatístico *PAST*, versão 2.17 (HAMMER; HARPER; RYAN, 2001). Para o tratamento de dados das análises de TG/DTA, FTIR, DR-X e reologia foi utilizado o programa Origin Pro 8.0 (ORIGINLAB CORPORATION, Microcal, USA).

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 CARACTERIZAÇÃO DAS GELATINAS

A Tabela 1 apresenta a análise de variância (Anova) dos resultados da caracterização das gelatinas desidratadas pelos diferentes métodos de secagem. Este conjunto de dados experimentais foi utilizado para realizar também as análises exploratórias de componentes principais, agrupamentos hierárquicos e correlação de Pearson (Figura 3).

**Tabela 1.** Caracterização física, química, tecnológica, rendimento e funcional das gelatinas desidratadas por diferentes métodos.

Determinações	SL	CAQ	RI	RI-CAQ	RW
Umidade	7,66±0,13 <sup>b</sup>	5,35±0,15 <sup>c</sup>	5,12±0,11 <sup>c</sup>	8,35±0,11 <sup>a</sup>	7,74±0,27 <sup>b</sup>
Lipídios	1,68±0,10 <sup>bc</sup>	2,02±0,01 <sup>a</sup>	1,86±0,18 <sup>ab</sup>	1,72±0,02 <sup>bc</sup>	1,51±0,04 <sup>c</sup>
Proteínas	89,38±0,57 <sup>c</sup>	91,82±0,42 <sup>a</sup>	92,20±0,48 <sup>a</sup>	91,21±0,28 <sup>ab</sup>	90,49±0,58 <sup>bc</sup>
Cinzas	0,94±0,04 <sup>a</sup>	0,53±0,06 <sup>c</sup>	0,73±0,06 <sup>b</sup>	1,05±0,04 <sup>a</sup>	0,99±0,01 <sup>a</sup>
Aa	0,33±0,004 <sup>a</sup>	0,17±0,003 <sup>c</sup>	0,22±0,003 <sup>b</sup>	0,21±0,004 <sup>b</sup>	0,32±0,001 <sup>a</sup>
Força do Gel (g)	313,33±1,15 <sup>c</sup>	507,33±1,51 <sup>a</sup>	311,33±1,52 <sup>c</sup>	298,00±1,00 <sup>d</sup>	376,10±0,96 <sup>b</sup>
Ponto de Fusão (°C)	27,453±0,48 <sup>c</sup>	38,70±0,20 <sup>a</sup>	32,13±0,65 <sup>b</sup>	32,700±0,45 <sup>b</sup>	31,44±0,49 <sup>b</sup>
IAE (m <sup>2</sup> /g)	59,10±0,64 <sup>d</sup>	62,77±0,28 <sup>c</sup>	66,57±0,66 <sup>b</sup>	82,46±0,73 <sup>a</sup>	49,59±0,44 <sup>e</sup>
CFE (%)	70,33±0,76 <sup>a</sup>	61,17±1,25 <sup>c</sup>	67,17±0,28 <sup>b</sup>	66,500±0,50 <sup>b</sup>	63,00±0,50 <sup>c</sup>
Rendimento (%)	23,27±0,96 <sup>ab</sup>	22,93±0,55 <sup>ab</sup>	21,12±1,31 <sup>b</sup>	24,11±0,71 <sup>a</sup>	23,54±0,57 <sup>a</sup>
pH	10,13±0,04 <sup>ab</sup>	10,20±0,05 <sup>a</sup>	10,04±0,01 <sup>bc</sup>	10,01±0,02 <sup>c</sup>	10,02±0,01 <sup>c</sup>
L*	84,28±0,90 <sup>a</sup>	60,58±0,37 <sup>d</sup>	70,04±0,93 <sup>b</sup>	69,21±0,35 <sup>b</sup>	65,42±0,42 <sup>c</sup>
a*	-0,25±0,005 <sup>e</sup>	4,81±0,005 <sup>a</sup>	2,12±0,004 <sup>c</sup>	3,22±0,021 <sup>b</sup>	0,66±0,041 <sup>d</sup>
b*	8,29±0,07 <sup>b</sup>	12,15±0,05 <sup>a</sup>	11,02±0,50 <sup>a</sup>	12,72±0,24 <sup>a</sup>	9,14±0,04 <sup>b</sup>

Letras diferentes na mesma linha indicam diferença estatisticamente significativa ( $p \leq 0,05$ ).

SL: Secagem por liofilização; CAQ: Secagem por convecção de ar quente; RI: Secagem por radiação infravermelha; RI-CAQ: Secagem combinada por infravermelho e convecção de ar quente; RW: Secagem por refractance window. Aa: Atividade de água; CFE: Capacidade de formar espuma; IAE: Índice de atividade de emulsão.

É possível verificar na Tabela 1 que a composição centesimal das gelatinas secas por diferentes métodos apresentaram valores dentro da faixa relatada na literatura (JAKHAR et al., 2012; DÍAZ-CALDERÓN et al., 2017; SILVA; LOURENÇO; PENA, 2017) e o elevado teor proteico indica que são excelentes fontes de proteínas aptas a serem utilizadas em aplicações industriais.

A atividade de água (Aa) das gelatinas secas variou na faixa de 0,17 a 0,33 (Tabela 1), indicado disponibilidade muito pequena de água para que possa ocorrer reações químicas e crescimento microbiano. Segundo Labuza (1980), a estabilidade microbiológica de alimentos ocorre em atividade de água menor que 0,6, logo, pode-se afirmar que as diferentes condições experimentais estudadas conseguiram garantir a estabilidade do produto. No entanto, a gelatina desidratada por CAQ apresentou o menor valor de Aa (0,17±0,003) diferindo ( $p \leq 0,05$ ) das gelatinas secas pelos outros métodos, encontrando-se na região de monocamada que favorece a oxidação lipídica. As gelatinas desidratadas por liofilização (0,33±0,004) e refractance window (0,32±0,001)

apresentaram resultados estatisticamente iguais ( $p \geq 0,05$ ) e demonstraram melhores estabilidades, o que pode garantir a qualidade ao serem armazenadas.

Os resultados de força do gel demonstram que com exceção da amostra RI-CAQ, todas apresentaram força do gel com valores acima de 300 g. Segundo Silva et al. (2017) gelatinas comerciais geralmente tem força de gel entre 90 e 300 g, enquanto os valores mais desejáveis para fins alimentícios é entre 160 e 250 g a fim de proporcionar melhor sensação na boca quando consumida. Entretanto, gelatinas com alta força do gel oferecem vantagens para boa parte das aplicações, como na obtenção de filmes biodegradáveis, permitindo ser usada em menores quantidades uma vez que é possível obter soluções filmogênicas viscosas com baixa concentração de gelatina.

A força do gel é influenciada por diversos fatores como composições e distribuição de aminoácidos, peso molecular, pH, condições de extração (DÍAZ-CALDERÓN et al. 2017), e como constatado pelos resultados obtidos nesse trabalho, condições e métodos de secagem também apresentam grande influência nessa propriedade. A secagem CAQ apresentou o maior valor de força do gel apesar da alta temperatura e do longo tempo de secagem. Hamzeh et al. (2018) ao secarem gelatina de lula (*Loligo formosana*) em spray-dryer observaram maior força do gel na temperatura de secagem mais elevada e atribuíram esse comportamento a agregação de peptídeos induzidas pela alta temperatura.

Nesta mesma linha de raciocínio, outro parâmetro importante que indica a qualidade da gelatina é o ponto de fusão. Foi possível verificar que os métodos de secagem SL e CAQ diferiram ( $p \leq 0,05$ ) dos demais processos (Tabela 1). A diferença entre os valores de ponto de fusão depende do conteúdo de iminoácidos e da distribuição do peso molecular. Quanto maior esses conteúdos na gelatina maior será a propensão para a formação de hélices mais compactadas, resultando em maiores temperaturas de fusão (CAO et al., 2017; Mirzapour-Kouhdasht et al., 2019). Os resultados encontrados nesta pesquisa foram superiores ao encontrado por Kumar et al. (2017) para gelatina de pele de corvina (*Johnius sp*) de 23,8 °C.

Foi possível verificar que os métodos de secagem aplicados nas gelatinas influenciaram diretamente na propriedade funcional índice de atividade de emulsão (Tabela 1), haja vista que, a RI-CAQ apresentou maior IAE, seguido por RI, CAQ, SL e RW ( $p \leq 0,05$ ), respectivamente. A presença de peptídeos de cadeia longa e curta influenciou nesse parâmetro, pois de acordo com Kanwate et al. (2020), essas biomoléculas formam uma emulsão em um grau mais alto com formação de um filme

mais espesso e mais forte em torno das gotículas de óleo resultando na estabilização da emulsão por um período maior, desta forma é possível constatar que o método de secagem combinada RI-CAQ, foi o que apresentou melhor estabilidade emulsificante (82,46m<sup>2</sup>/g).

As propriedades de formação de espuma são influenciadas por fatores semelhantes à propriedade emulsificante (BOSTAR; HOSSEINI, 2021). Conforme mostrado na Tabela 1, a capacidade de formação de espuma da gelatina liofilizada foi notavelmente maior do que as demais secas por outros métodos de secagem ( $p \leq 0,05$ ). Os resultados revelaram que a maior capacidade de espuma, expressa como a razão entre o volume da espuma e o volume do líquido, foi maior na gelatina produzida a uma temperatura mais baixa. Comportamento semelhante ao observado por Kwak et al. (2008) sobre as propriedades funcionais da gelatina de cartilagem de tubarão (*Isurus oxyrinchus*) usando diferentes métodos de secagem (liofilizado, secagem a ar quente e secagem por spray), os quais relataram que a temperatura mais baixa utilizando liofilizador exibiu um maior capacidade de espuma em comparação com os outros. A gelatina obtida pelo método de convecção por ar quente apresentou menor resultado (61,17%). Uma possível razão para uma CFE muito baixo poderia ser sua estrutura rígida que impede a adsorção da proteína na interface ar-água (HUANG et al., 2019). Esta rigidez tem relação com o resultado encontrado para a força do gel, onde a amostra desidratada por CAQ foi a que obteve maior força do gel.

O rendimento da extração das gelatinas de pele de pescada amarela (*Cynoscion acoupa*) são mostrados na Tabela 1. Os resultados indicam que a temperatura e o tempo de secagem dos métodos utilizados para secar as amostras não afetou diretamente este parâmetro, haja vista que o método de extração foi o mesmo, por tanto a diferença nos valores encontrados estão relacionados ao teor de água presente em cada gelatina, influenciando na massa final do produto. Os rendimentos encontrados neste estudo foi de 21,12 – 24,11% (com base no peso seco) superiores aos encontrados por Sousa et al. (2017) de 12,51 % para gelatina de pele de peixe (*Thunnus albacares*) e próximo ao encontrados por Li et. (2019) para gelatina de peixe (*Cynoglossus semilaevis Gunther*) de 24,2%.

De acordo com Renuka et al. (2019), o rendimento da matéria-prima é um parâmetro crucial para a seleção do método de extração adequado na produção de gelatina. A variação do rendimento da gelatina é influenciada principalmente pelas condições de extração, duração do tratamento, temperatura e pré-tratamentos ácido/alcalino aplicados nas peles do peixe. Como demonstrado nesta pesquisa, os

resultados foram esperados, já que o método de extração foi o mesmo para todas as gelatinas analisadas.

O pH das gelatinas (Tabela 1), também é influenciado pelas condições de extração, principalmente o uso de ácidos e bases no processo, portanto, os pHs encontrados neste estudo não foram afetados pelos diferentes métodos de secagem aplicados, pois a média dos valores encontrados foi de 10, devido ao tratamento químico com hidróxido de sódio empregado na etapa de pré-tratamento das peles durante a extração. Gelatina alcalina é classificada como gelatinas do tipo B. Segundo Food Ingredients Brasil (2020), existem dois tipos principais de gelatinas referidos como tipo A (ácido) e tipo B (alcalino). Esta categorização refere-se ao pré-tratamento da matéria prima, com ácido ou álcali, nesta pesquisa foi utilizado o processo de extração considerado misto, pois usou-se tanto hidróxido de sódio quanto o ácido acético, entretanto resultou em gelatinas básicas. Costa et al. (2017), utilizaram o mesmo método com as mesmas condições de processo e encontraram resultado próximo aos deste estudo (9,06).

Os parâmetros de cor dos pós de gelatina desidratadas por diferentes métodos (Tabela 1), mostraram que a gelatina liofilizada apresentou maior valor de L\* quando comparado as demais gelatinas, demonstrando ser mais clara, enquanto que, a secagem CAQ ( $p \leq 0,05$ ), apresentou gelatina mais escura. A alteração desses valores pode ser devido a reação de Maillard durante o tratamento térmico a quente, pois a temperatura é considerada o principal fator que afeta essa reação (KCHAOU et al., 2019). Apesar da gelatina de peixe possuir baixo percentual de carboidratos para favorecer esse tipo de reação, temperaturas de secagem elevadas podem favorecer a oxidação lipídica e liberar compostos contendo grupo carbonilo e assim interagir com o grupo amino produzindo uma gama complexa de compostos que influenciam na cor das gelatinas (BATISTA et al., 2020). Isso confirma ainda o aumento dos valores do parâmetro b\* que indicam tendência a cor amarela, o que pode estar relacionado com a geração de grupos amino livres nas gelatinas. No mesmo contexto, esses grupos amino livres podem ser incluídos na reação de escurecimento não enzimático conforme descrito por Sinthusamran et al. (2014). As observações visuais das gelatinas são mostradas na Figura 2.





**Figura 2.** Cor das gelatinas nos diferentes métodos de secagem.

SL: Secagem por liofilização; CAQ: Secagem por convecção de ar quente; RI: Secagem por radiação infravermelha; RI-CAQ: Secagem combinada por infravermelho e convecção de ar quente; RW: Secagem por refractance window.

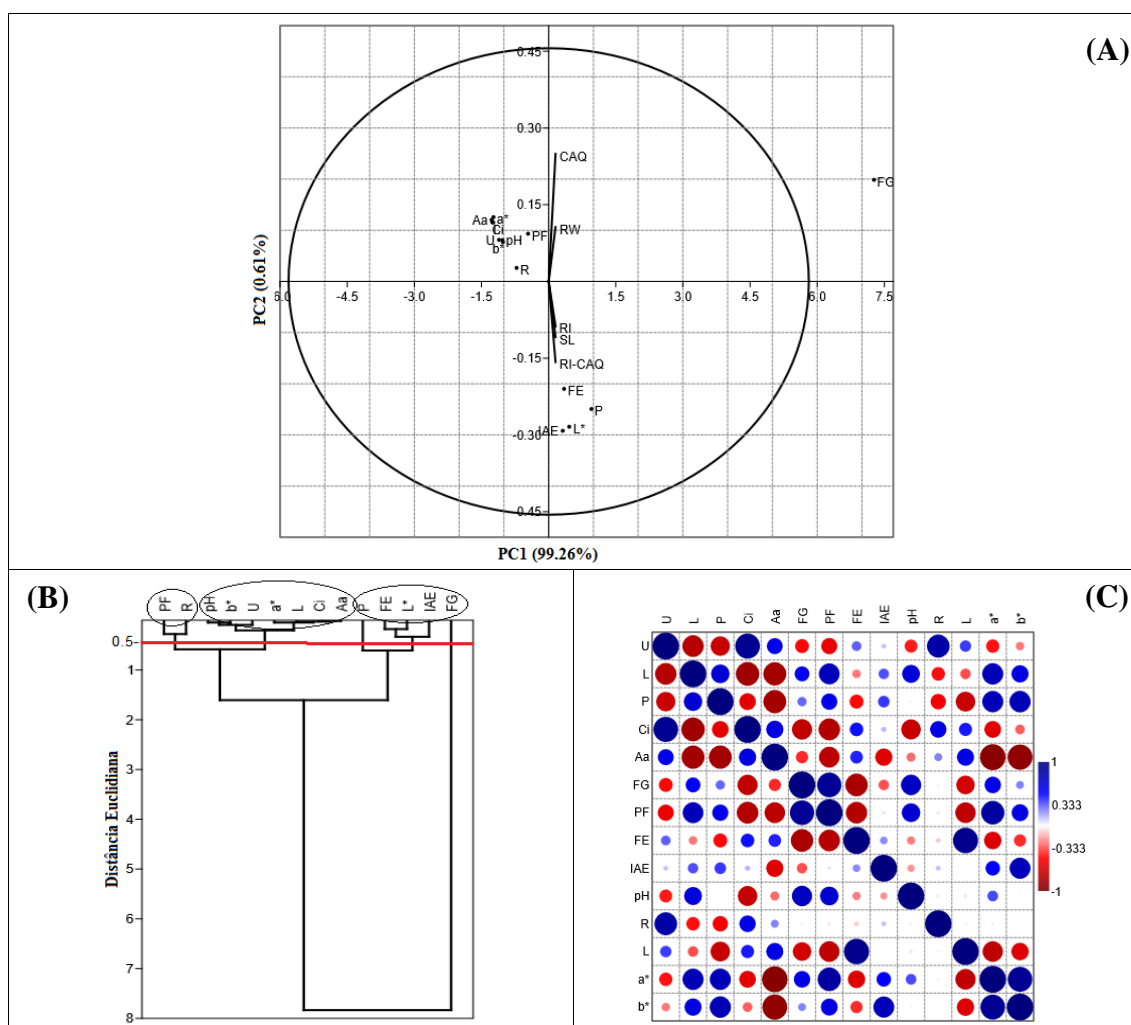
A cor é um atributo positivo das gelatinas que pode determinar a sua aplicação, apesar de que esse parâmetro não influencia nas propriedades funcionais das mesmas, no entanto, gelatina de cor clara é preferida para ser incorporada ao sistema alimentar sem alterar a cor do produto final, a citar a gelatina obtida por liofilização, onde apresentou-se com mais luminosidade.

De modo geral, a partir dos resultados encontrados no presente trabalho (Tabela 1), pode-se afirmar que os métodos de secagem (liofilização, convecção de ar quente, radiação infravermelha, método combinado e refractance window) das gelatinas de pele de pescada amarela tiveram influência nas propriedades físico-químicas e funcionais nas gelatinas obtidas. A secagem por liofilização e refractance window apresentaram propriedades físicas, tecnológicas e funcionais adequadas para aplicação em alimentos, pois apresentaram excelente estabilidade microbiológica. A secagem RW pode ser um método alternativo economicamente viável para ser utilizado em gelatina de peles de peixe, uma vez que, apresentou características satisfatórias, além do tempo do processo (1 h) que deve ser levado em consideração.

A secagem por convecção de ar quente apresentou influência nas propriedades químicas, físicas e tecnológicas, com destaque para a força do gel (507,33 g), podendo ser indicada para produção de embalagens biodegradáveis, com melhores propriedades mecânicas. A gelatina com essas características também apresenta potencial para desenvolver produtos comerciais de alto valor em áreas ainda pouco exploradas, como utilização do biomaterial para o desenvolvimento de molde de impressão 3D, conforme descrito por Díaz-Calderón et al. (2017). As gelatinas desidratadas pelos métodos que utilizou radiação infravermelha também apresentaram boas propriedades, porém a quantidade de produto final seco é limitada pelo dimensionamento do equipamento.

### 3.2. APLICAÇÃO DAS COMPONENTES PRINCIPAIS (PCA), ANÁLISE DE AGRUPAMENTO HIERÁRQUICO (HCA) E CORRELAÇÃO PARA AVALIAR OS PARÂMETROS DA GELATINA

A Figura 3, mostra a Análise de Componentes Principais (PCA) de todos os parâmetros físico, químico, tecnológico, rendimento e funcional das gelatinas desidratadas por diferentes métodos de secagem. Esta análise visa resumir em poucas e importantes dimensões a maior parte da variabilidade da matriz para a obtenção de relações entre os dados obtidos, extraindo desta maneira a informação das propriedades mais relevantes nos processos de secagem da gelatina de peixe.



**Figura 3.** (A) Análise de Componentes Principais na projeção dos parâmetros físico-químicos tecnológicos e funcionais das gelatinas. (B) Dendrograma de similaridade (considerando o valor até 0,5 como significativo). (C) Correlograma de estimativa dos coeficientes de correlação de Pearson

O gráfico que compara o Componente Principal 1 (CP1) versus o Componente Principal 2 (CP2) definidos como os maiores autovalores (Figura 3A), representa a variância total na caracterização das propriedades das gelatinas. Desta forma, estes componentes (CP1 e CP2) explicaram uma variação acumulada de 99,87% nos diferentes métodos de secagem. E de acordo com Rencher (2003), pelo menos 70% da variação deve ser explicadas pelo primeiro e segundo componentes principais, o que está em conformidade com o resultado encontrado nesta pesquisa. O CP1 foi explicado principalmente pelas propriedades força do gel (FG), luminosidade (L), atividade de água (Aa) e índice de atividade emulsificante (IAE), sendo estas responsáveis pela maior parte da variação, uma vez que, esses parâmetros também são considerados importantes para aplicação e prolongamento da vida comercial da gelatina ou do produto elaborado.

A Figura 1A, mostra também, que parâmetros que se encontram em quadrantes contrários tendem a ter correlações negativas, comportamento observado em relação à U, L, Ci, Aa, PF, pH, R, a\* e b\* versus FG, FE, IAE, P e L\*

A análise de componentes principais utiliza a distância euclidiana definida como análise hierárquica para representar a aglomeração feita em uma escala de 0 a 9, definindo semelhanças entre as gelatinas obtidas por diferentes métodos que podem ser observadas na base do diagrama, conforme o dendrograma (Figura 3B). Assim, este gráfico pode confirmar que existem três grupos que apresentam as maiores semelhanças entre as gelatinas desidratadas, O grupo I (PF e R), grupo II (pH, b\*, U, a\*, L, Ci e Aa) e grupo III (P, FE, L\*, IAE e FG).

Segundo a correlação de Pearson os parâmetros físico-químicos de umidade e cinzas apresentaram alta correlação positiva (0,93) entre si, representados pelo círculo azul no marcador 1 (Figura 3C). Estes parâmetros podem ser considerados importantes para a gelatina, pois, segundo a metodologia padrão para o teste de gelatina comestível e o regulamento da inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal (GME, 2005; BRASIL, 2018), a umidade e as cinzas devem ser inferiores a 15% e a 2%, respectivamente. De acordo com os resultados encontrados nesta pesquisa os produtos obtidos pelos diferentes métodos de secagem encontram-se dentro dos limites estabelecidos para a gelatina comestível.

Os parâmetros ponto de fusão e força do gel apresentaram excelente correlação (0,91) entre si. A força do gel é uma das propriedades funcionais mais importantes da gelatina, e a gelatina de peixe segundo Isenan; Ross-Murphy (2000) e Karim; Bhat (2009) tem, tipicamente, menor força de gel do que a gelatina de mamíferos (0 a 200 g). No

entanto, os produtos finais obtidos nos diferentes processos de secagem demonstram resultados satisfatórios com valores de força bloom entre 298 a 507 g, demonstrando que estes resultados não limitam o uso dessas gelatinas em aplicações alimentares ou na elaboração de filmes biodegradáveis.

### 3.2. ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER, DIFRAÇÃO DE RAIO X E ANÁLISE TERMOGRAVRIMÉTRICA

Todas as amostras de gelatinas desidratadas por diferentes métodos exibiram espectros similares com as bandas esperadas para amostras proteicas, onde as principais variações foram observadas nas amplitudes das bandas. Para melhorar a visualização e identificar as principais diferenças entre as bandas, os espectros foram ampliados na região  $4000-2500\text{ cm}^{-1}$  e  $2000 - 500\text{ cm}^{-1}$  e uma sobreposição foi aplicada (Figura 4).

A banda da amida A decorrente do alongamento de N—H acoplado a ligação de hidrogênio apareceu em torno de  $3278\text{ cm}^{-1}$ . Foi possível observar as menores amplitudes dessa banda para as amostras RI e RI-CAQ sugerindo que nesses métodos de secagem houve uma maior degradação da gelatina, essa degradação contribuiu para a exposição de grupos amino que podem interagir com outros grupos reativos e resultar em uma maior reticulação diminuindo a intensidade da banda (TAN et al., 2019). Comportamento similar foi observado na amida B (alongamento assimétrico de C-H e  $\text{NH}_3^+$ ) na região  $2922\text{ cm}^{-1}$ . Esse resultado possivelmente esteja relacionado com a alta temperatura combinado com um longo tempo de secagem utilizado nesses dois métodos. Sae-Leaw; Benjakul; O'Brien (2016) também observaram que alta temperatura de secagem induziu a reticulação de componentes da gelatina. Hamzeh et al. (2018) relatam o mesmo comportamento em secagem de gelatina por spray dryer em temperaturas mais altas que levaram à formação de agregados.

Menores amplitudes também foram observadas para as amostras RI e RI-CAQ nas bandas de amidas I (estiramento C=O), amida II (dobragem N—H) e amida III (alongamento C—N e vibração de flexão N—H) identificadas em comprimentos de onda em torno de  $1632\text{ cm}^{-1}$ ,  $1529\text{ cm}^{-1}$  e  $1238\text{ cm}^{-1}$  respectivamente. Segundo Sae-Leaw; Benjakul; O'Brien (2016), amplitudes maiores de bandas de amida I e amida II indica mais grupos C=O e N—H livres, enquanto menores amplitudes sugerem maior agregação e reticulação através desses grupos funcionais. A banda da amida I, também está relacionada com a estrutura secundária das proteínas (SOW; YANG, 2015).

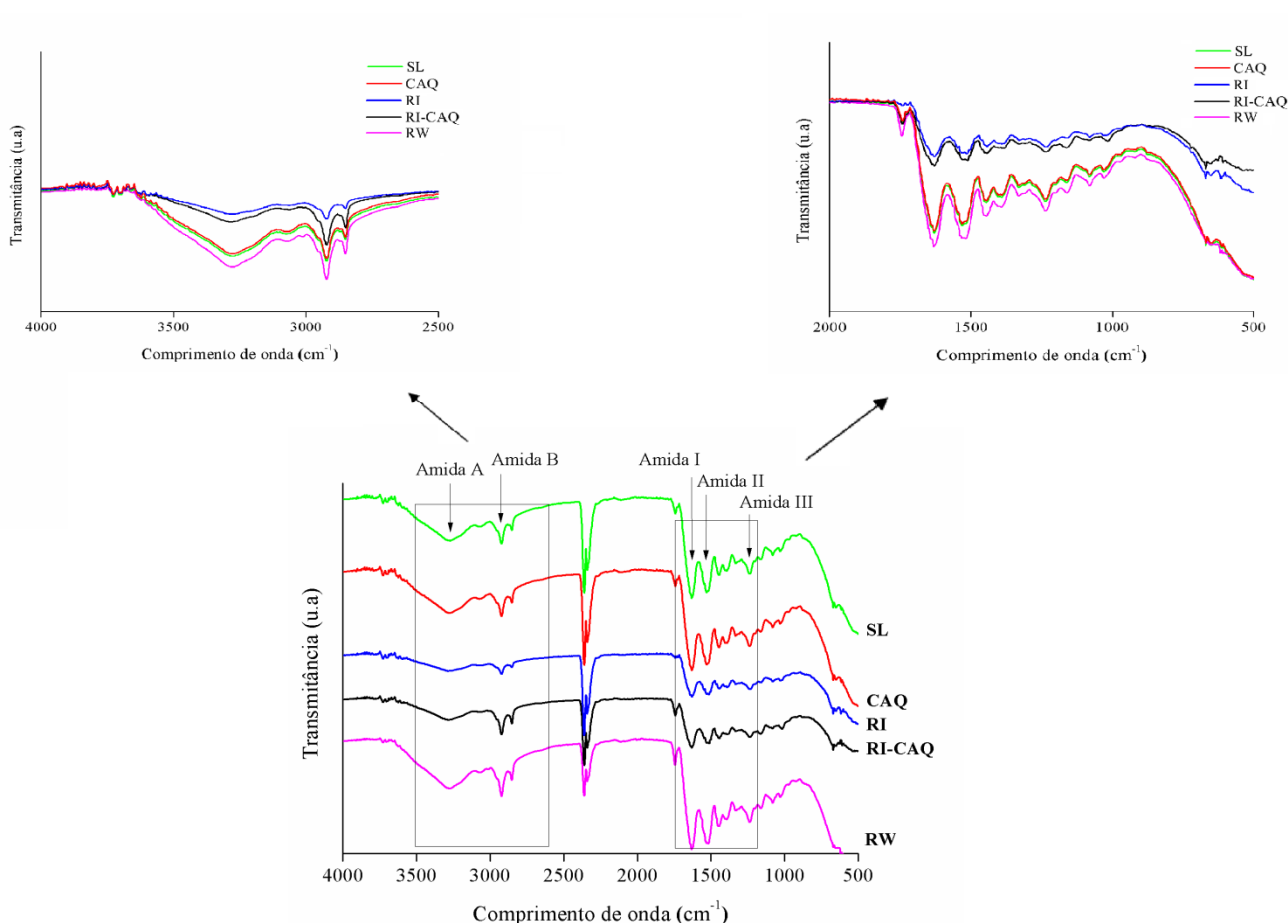
Menor intensidade da banda da amida III nas condições de secagem RI e RI-CAQ indicam perda do estado da tripla hélice atribuída à redução das interações intermoleculares entre as cadeias de gelatina. A diminuição dessas interações torna a estrutura da proteína mais suscetível a interações eletrostáticas como bobina aleatória (LIU et al., 2017; OLIVEIRA et al., 2019; SALEM et al., 2020). Hamzeh et al. (2018) igualmente relataram que em temperaturas mais altas de secagem de gelatina de lula, a amplitude da amida III foi mais baixa, estando associado a uma desordem de uma estrutura  $\alpha$ -hélice formando uma bobina aleatória. Sinthusamran et al. (2018) e Tan et al., (2019) relataram menor amplitude da banda de amida III e associaram a mudanças na estrutura da proteína quando usado temperaturas maiores de extração levando à perda da tripla hélice conforme a temperatura de extração aumentou. Portanto, as menores amplitudes observadas nas condições de secagem RI e RI-CAQ ocorreram uma maior desnaturação da gelatina, com mudanças na estrutura secundária e perda da tripla hélice.

Na análise de difração de DRX foi possível reafirmar a perda da tripla hélice (Figura 5). Nos difratogramas de DRX observa-se que todas as amostras apresentam um pico largo na região em torno de  $20^\circ$  ( $2\theta$ ) (SL: 18.21, CAQ: 20.46, RI: 20.29, RI-CAQ: 20.01, RW: 19.74) que está relacionado a cadeia de hélice única esquerda. A amostra SL também apresentou um pico na região de  $7.04^\circ$  ( $2\theta$ ) que representa a estrutura de tripla hélice (DAI et al., 2020). A ausência do pico da tripla hélice na gelatina desidratada pelos outros métodos de secagem sugere que os métodos que utilizam temperaturas elevadas reduzem a capacidade da gelatina de se agrupar em hélices triplas possivelmente quebrando ligações de hidrogênio que são responsáveis por manter essa estrutura (CAI et al., 2017; DAI et al., 2020).

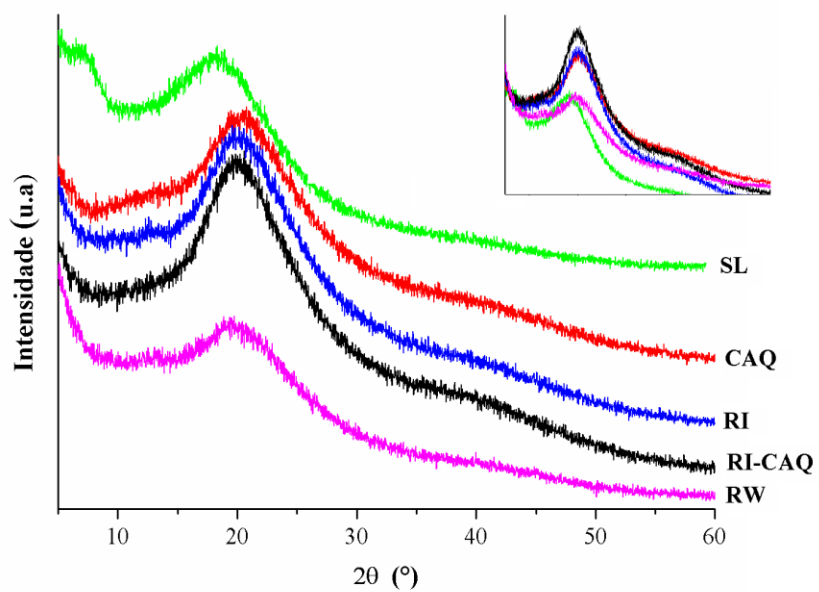
Com a análise termogravimétrica foi possível reafirmar a possibilidade de maior reticulação das gelatinas RI e RI-CAQ sugeridas no comportamento das amidas A e B nos espectros de FTIR (Figura 6). Todas as amostras apresentaram comportamento semelhante com ocorrência dos eventos térmicos com temperaturas e perdas de massa próximos, exibindo dois eventos principais. O primeiro estágio foi observado em uma faixa de temperatura ( $Tp1$ ) de  $44,59^\circ\text{C}$  a  $51,54^\circ\text{C}$  com perdas de massas ( $\Delta P1$ ) variando de 3,84% a 9,31% e está relacionado à perda de água adsorvida e ligada das amostras. O segundo estágio ocorreu na faixa de temperatura ( $Tp2$ ) de  $198,37^\circ\text{C}$  a  $205,84^\circ\text{C}$  e perda de massa ( $\Delta P2$ ) de 55,06% e 65,23% que podem ser atribuídos à perda dos constituintes da gelatina, principalmente à decomposição térmica da proteína (SANKAR et al., 2008; CALDATO et al., 2019). No segundo estágio as amostras RI e RI-CAQ apresentaram

menores valores de massa residual (R) e conseqüentemente maiores perdas de peso, refletindo numa maior degradação.

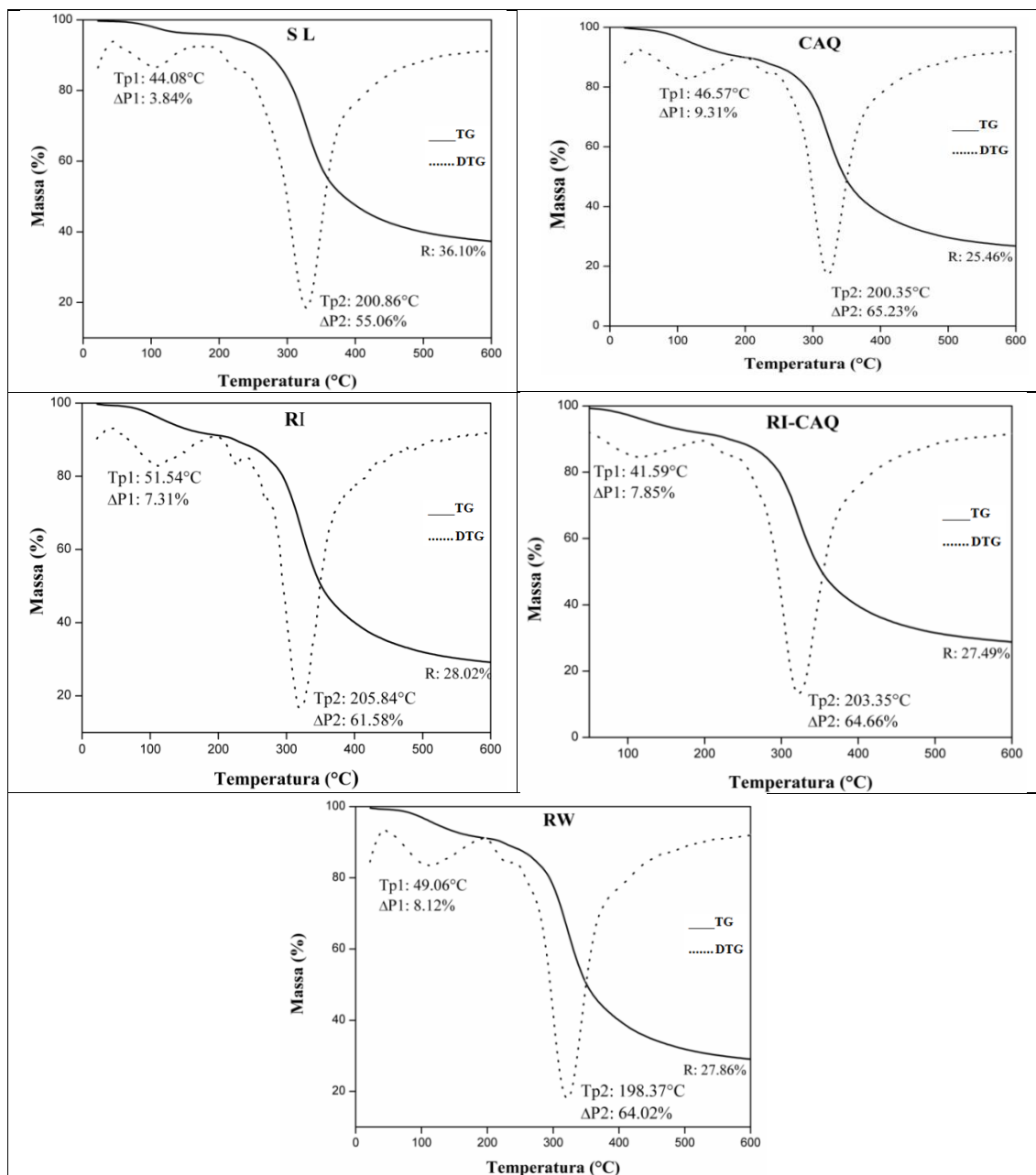
Os dados obtidos pela análise de TG indicam que independente do processo de secagem, as gelatinas podem ser utilizadas como matriz polimérica para diferentes formulações a serem processadas na temperatura de aproximadamente 200 °C, tanto para fins alimentícios ou como para elaboração de embalagens biodegradáveis.



**Figura 4.** Espectros de absorção na região do infravermelho das gelatinas desidratadas por diferentes métodos de secagem. SL: Secagem por liofilização; CAQ: Secagem por convecção de ar quente; RI: Secagem por radiação infravermelha; RI-CAQ: Secagem combinada por infravermelho e convecção de ar quente; RI: Secagem por refractance window.



**Figura 5** - Difratoograma dos experimentos de secagem. SL: Secagem por liofilização; CAQ: Secagem por convecção de ar quente; RI: Secagem por radiação infravermelha; RI-CAQ: Secagem combinada com infravermelho e convecção de ar quente; RI: Secagem por refractance window.

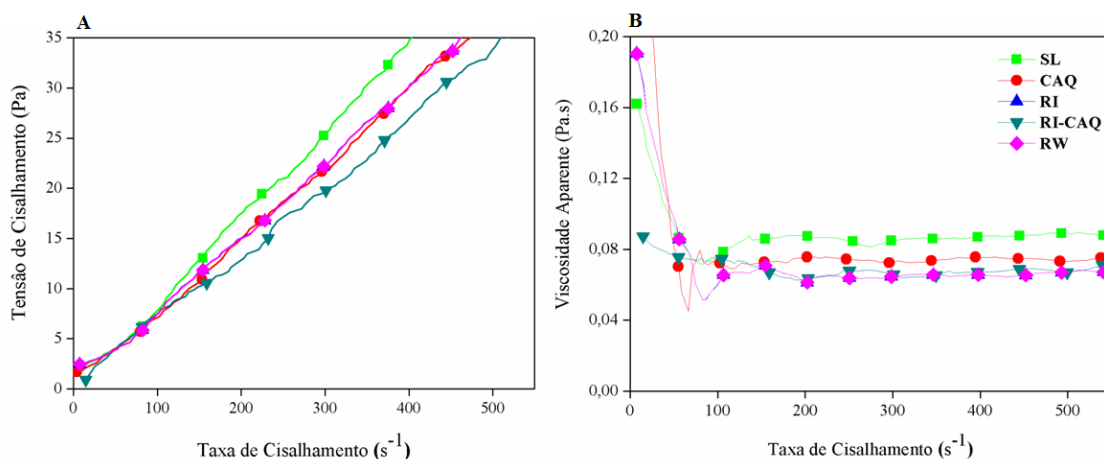


**Figura 6.** Curvas termogravimétricas (TG e DTG) dos experimentos de secagem das gelatinas. SL: Secagem por liofilização; CAQ: Secagem por convecção de ar quente; RI: Secagem por radiação infravermelha; RI-CAQ: Secagem combinada por infravermelho e convecção de ar quente; RW: Secagem por refractance window. Tp: Temperatura de degradação térmica; ΔP: Perda de peso R: Resíduo

### 3.3. COMPORTAMENTO REOLÓGICO DAS SOLUÇÕES DE GELATINAS

As curvas de fluxo das gelatinas em dispersão aquosa desidratadas por diferentes processos de secagem são apresentadas na Figura 7.





**Figura 7.** (A): Curvas de tensão de cisalhamento *versus* taxa de cisalhamento. B: Curvas de viscosidade aparente *versus* taxa de cisalhamento. SL: Secagem por liofilização; CAQ: Secagem por convecção de ar quente; RI: Secagem por radiação infravermelha; RI-CAQ: Secagem combinada por infravermelho e convecção de ar quente; RI: Secagem por refractance window.

Um comportamento linear pode ser observado na curva que correlaciona tensão de cisalhamento e a taxa de cisalhamento (Figura 7A) indicando que as soluções de gelatinas apresentaram um comportamento newtoniano com características de fluido do tipo plástico de Bingham. Esse comportamento é confirmado na Figura 7B que correlaciona viscosidade aparente com taxa de cisalhamento onde à medida que a taxa de cisalhamento aumenta a viscosidade se mantém constante. Jorge et al. (2014), trabalharam a propriedade reológica em dispersões a base de gelatina comercial e encontraram comportamento semelhante de fluido newtoniano.

A viscosidade das gelatinas é um importante parâmetro para determinação de seu valor comercial. Sob aspecto de funcionalidade, é a segunda mais importante propriedade física. Gelatinas com baixa viscosidade resultam em géis frágeis, enquanto aquelas de alta viscosidade produzem géis consistentes e extensíveis (ALFARO; SILVA, 2010). Foi observado que as gelatinas apresentaram viscosidade aparente de 0,086, 0,077, 0,066, 0,064, 0,066 Pas medidas na taxa de cisalhamento de 500 s<sup>-1</sup> para SL, CAQ, RI, RI-CAQ e RW respectivamente. Segundo Kusumaningrum; Pranoto; Hadiwiyoto, (2018) o grau de viscosidade de gelatinas está relacionado principalmente ao peso molecular das moléculas de gelatina que quanto mais alto maior será a viscosidade. E quanto mais longa for a cadeia de aminoácidos, maior será o peso molecular e maior será a viscosidade. Levando em consideração que no processo de desnaturação de proteínas ocorre o desenrolamento e a quebra de cadeias de aminoácidos que altera o peso molecular, os resultados de viscosidade sugerem que a secagem por liofilização e secagem convectiva

foram as que melhor preservaram a estrutura da proteína mantendo auto peso molecular e gerando maiores valores de viscosidade.

De acordo com todos os resultados apresentados foi possível verificar que a secagem por liofilização ainda é o método de secagem que proporciona melhor preservação e propriedades da gelatina, apesar de ser uma técnica dispendiosa. Competitivamente, a secagem convectiva também apresentou bons resultados além de favorecer uma maior eficiência energética atingindo rapidamente altas taxas de aquecimento, promovendo redução do tempo de secagem, comparada a liofilização. A secagem por refractance window demonstrou ser uma técnica de grande potencial para aplicação em gelatina, além de apresentar a vantagem de necessitar de curto tempo de secagem.

E quando comparado com o processo de secagem combinada (RI – CAQ), o que o torna impraticável é o dimensionamento do equipamento, no caso o infravermelho. Mesmo que, o processo por convecção de ar quente use aproximadamente o dobro do tempo para secar o produto final, o mesmo ainda é viável tecnicamente e eficiente para a remoção de água mantendo os atributos de qualidade da gelatina, além de também alcançar um maior volume de amostras, pois na estufa é possível adicionar um número considerável de bandejas com gelatinas a serem desidratadas quando comparada ao infravermelho que suporta apenas um prato de alumínio, de cada vez, tornando o processo de certa forma oneroso.

#### **4. CONCLUSÃO**

Ao comparar os efeitos dos diferentes métodos de secagem da gelatina de pele de peixe os resultados indicaram que os mesmos influenciaram nas propriedades físicas, químicas, tecnológicas, funcionais, térmicas, estruturais e reológica das gelatinas secas.

Os métodos de secagem radiação infravermelha e combinado com convecção de ar quente, provocaram maior degradação das moléculas proteicas, com mudanças na estrutura secundária e perda da tripla hélice. Por outro lado, a secagem por convecção de ar quente, utilizando a estufa apresentou bons resultados tecnológicos podendo ser aplicados na elaboração de embalagens biodegradáveis, além do que, esse método favorece maior a eficiência energética por atingir rapidamente o aquecimento e reduz o tempo de secagem. A liofilização foi o método de secagem que proporcionou melhor qualidade das propriedades da gelatina, indicando seu uso para aplicações alimentares,

apesar de ser uma técnica dispendiosa. A secagem refractance window indicou que pode ser um método alternativo economicamente viável para a secagem de gelatina.

A análise de componentes principais definiu a força do gel, luminosidade, atividade de água e índice de atividade de emulsão, como sendo os parâmetros responsáveis pela maior parte da variação dos dados. De fato, esses parâmetros são considerados importantes para aplicação e prolongamento da vida comercial da gelatina ou até mesmo do produto elaborado com este biomaterial.

### **Agradecimentos**

Ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico), processo 469101/2014-8, a CAPES (Comissão de Aperfeiçoamento de Pessoal do Nível Superior) e a Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação (PROPESP-UFPA). Os autores agradecem também à FINEP e às redes BIONAMA e LABNANO-AMAZON/UFPA pelo apoio no presente trabalho.

### **Apêndice B: Material Suplementar**

## REFERÊNCIAS

ARAÚJO, C. S.; PINO-HERNÁNDEZ, E.; BATISTA, J. T. S.; PEIXOTO JOELE, M. R. S.; REGO, J. A. R.; LOURENÇO, L. F. H. Optimization of fish gelatin drying processes and characterization of its properties. **Scientific Reports**. v. 11, p. 06 - 55, 2021.

ASSOCIATION OF ANALYTICAL COMMUNITIES (AOAC). **Official Methods of Analysis**, 17<sup>a</sup> ed. 2002.

BARBOSA, J.; BORGES, S.; AMORIM, M.; PEREIRA, M. J.; OLIVEIRA, A.; PINTADO, M. E.; TEIXEIRA, P. Comparison of spray drying, freeze drying and convective hot air drying for the production of a probiotic orange powder. **Journal of Functional Foods**. v. 17, p. 340 - 351, 2015.

BATISTA, J. T. S.; ARAUJO, C. S. M.; FREITAS, M. M. S.; NASCIMENTO, G. S.; VIEIRA, L. L.; LOURENÇO, L. F. H. Technological Properties of Biodegradable Films Produced with Myofibrillar Proteins Extracted from Gilded cat-fish (*Brachyplatystoma rousseauxii*) Carcasses and Parings. **Journal of Aquatic Food Product Technology**. v. 29, p. 238-252, 2020.

BENJAKUL, S.; KITTIPHATTANABAWON, P.; REGENSTEIN, J.M. FISHGELATIN B.K. SIMPSON, G. PALIYATH, L.M.L. NOLLET, S. BENJAKUL, TOLDRÁ, F. (Eds.), **Food Biochemistry and Food Processing** (second ed.), John Wiley & Sons, Inc., Iowa, p. 388 - 405, 2012.

BOSTAR, M.; HOSSEINI, E. Improving the functional properties of fish gelatin by conjugation with the water-soluble fraction of bitter almond gum. **Food Science and Biotechnology**. v. 30, p. 55–63. 2021.

BOX, G.E.P.; WETZ, J. **Criteria for judging adequacy of estimation by an approximate response function**. University of Wisconsin Technical Report, n. 9, 1973.

BRASIL, 2018. Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA). Artigo 433 do Decreto 30.691/52. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Disponível em: <<http://www.agricultura.gov.br/assuntos/sustentabilidade/bem-estar->

animal/arquivos/arquivos-legislacao/decreto-30691-de-1952.pdf/view.> Acesso em 20 Setembro de 2018.

CAO, T. H.; NGUYEN, T. T. O.; NGUYEN, T. M. H.; LE, N. T.; RAZUMOVSKAYA, R. G. Characteristics and Physicochemical Properties of Gelatin Extracted from Scales of Seabass (*Lates calcarifer*) and Grey Mullet (*Mugil cephalus*) in Vietnam. **Journal of Aquatic Food Product Technology**. v. 26, p. 1293–1302, 2017.

CHI, C. F.; WANG, B.; LI, Z. R.; LUO, H. Y.; DING, G. F. Characterization of Acid soluble Collagens from the Cartilages of Scalloped Hammerhead (*Sphyrna lewini*), Red Stingray (*Dasyatis kajei*), and Skate (*Raja porosa*). **Food Science and Biotechnology**. v. 22, p. 909-916, 2013.

CHOI, S.S.; REGENSTEIN, J.M. Physicochemical and Sensory Characteristics of Fish Gelatin. **Journal of Food Science**. v. 65, p. 194 - 199, 2000.

COSTA, R.D.S; RODRIGUES, A.M.C; LAURINDO, J.B.; SILVA, L.H.M.; Development of dehydrated products from peach palm-tucupi blends with edible film characteristics using refractive window. **Journal of Food Science and Technology**. v. 56, p. 560-570, 2019.

DEGHANNYA, J.; HOSSEINLAR, S.; HESHMATI, M. K. Multi-stage continuous and intermittent microwave drying of quince fruit coupled with osmotic dehydration and low temperature hot air drying. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**. v. 45. p. 132 - 151, 2018.

DEHNAD, D.; JAFARI, S.M.; AFRASIABI, M. Influence of drying on functional properties of food biopolymers: from traditional to novel dehydration techniques. **Trends in Food Science & Technology**. v. 57, p. 116-131, 2016.

DÍAZ-CALDERÓN, P.; FLORES, E.; GONZÁLEZ-MUÑOZ, A.; PEPCZYNSKA, M.; QUERO, F.; ENRIONE, J. Influence of extraction variables on the structure and physical properties of salmon gelatin. **Food Hydrocolloids**, v. 71, p. 118-128, 2017.

DING, C.; KHIR, R.; PAN, Z.; ZHANG, J.; TU, K.; EL-MASHAD. Effect of infrared and conventional drying methods on physicochemical characteristics of stored white rice. **Cereal Chemistry Journal**. v. 92, p. 441-448, 2015.

FENG, X.; DAI, H.; MA, L.; FU, Y.; YU, Y.; ZHU, H.; WANG, H.; SUN, Y.; TAN, H.; ZHANG, Y. Effect of drying methods on the solubility and amphiphilicity of room temperature soluble gelatin extracted by microwave-rapid freezing-thawing coupling, **Food Chemistry**, v. 351, p. 129-226, 2021.

GME, 2005. Standard Methods For The Testing of Edible Gelatine. In Gelatine monograph, p. 104. Gelatin Manufacturers of Europe, 2005.

HAMMER, O.; HARPER, D.A.T.; RYAN, P.D. **PAST: Paleontological statistics software package for education and data analysis**. Paleontologia Eletrônica, v. 4, n. 1, p. 9, 2001.

JEEVITHAN, E.; BAO, B.; BU, Y.; ZHOU, Y.; ZHAO, Q.; WU, W. TYPE II Collagen and Gelatin from Silver tip Shark (*Carcharhinus Albimarginatus*) Cartilage: Isolation, Purification, Physicochemical and Antioxidant Properties. **Marine Drugs**, v.12, p. 3852-3873, 2014.

JOHNSTON-BANKS FA. GELATIN. IN: HARRIS P. organizador. Foodgels. London: **Applied Science**. p. 233-89, 1990.

JORGE, M.F.C.; FLAKER, C.H.C.; NASSAR, S.F.; MORAES, I.C.F.; BITTANTE, A.M.Q.B.; SOBRAL, P.J.A. Viscoelastic and rheological properties of nanocomposite-forming solutions based on gelatin and montmorillonite. **Journal of Food Engineering**, v. 120, p. 81-87, 2014.

KANWATE, B.W.; KUDRE, T.G. Effect of various acids on physico chemical and functional characteristics of gelatina from swim bladder of rohu (*Labeo rohita*). **Journal of Food Science and Technology**. v. 54, p. 2540 - 2550, 2017.

KANWATE, B. W.; BALLARI, R. V.; KUDRE, T. G. Influence of spray-drying, freeze-drying and vacuum-drying on physicochemical and functional properties of gelatin from Labeo rohita swim bladder. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 121, p. 135-141, 2019.

KARIM, A. A.; BHAT, R. Fishgelatin: properties, challenges, and prospects as an alternative to mammalian gelatins. **Food Hydrocolloids**. v. 23, p. 563 - 576, 2009.

Kchaoua, H.; NASREDDINE, B.; MOURAD, J.; Moncef, N.; Frédéric, D. Influence of Maillard reaction and temperature on functional, structure and bioactive properties of fish gelatin films. **Food Hydrocolloids**. v. 97, p. 105196, 2019.

KITTIPHATTANABAWON, P.; BENJAKUL, S.; VISESSANGUAN, W.; KISHIMURA, H.; SHAHIDI, F. Isolation and characterisation of collagen from the skin of brown banded bamboo shark (*Chiloscyllium punctatum*). **Food Chemistry**. v. 119, p. 1519-1526, 2010b.

KITTIPHATTANABAWON, P.; BENJAKUL, S.; VISESSANGUAN, W.; SHAHIDI, F. Comparative study on characteristics of gelatin from the skins of brown banded bamboo shark and black tipshark as affected by extraction conditions. **Food Hydrocolloids**. v. 24, p. 164 - 171, 2010a.

KWAK, K. S.; CHO, S.; JI, C.; LEE, Y.; KIM, S. Changes in functional properties of shark (*Isurus oxyrinchus*) cartilage gelatin produced by different drying methods. **International Journal of Food Science**. V. 44, p. 1365–2621, 2008.

LI, Y.; TANG, C.; HE, Q.; LI, X.; ZHANG, A. Extraction Optimization and Characterization of Gelatin from Half-Smooth Tongue Sole (*Cynoglossus semilaevis* Gunther) Skin **Journal of Aquatic Food Product Technology**, v. 28, p. 637-648. 2019.

LUO, Y.A.; LIU, Q.; LIU, J. LIU, X.; ZHAO, S.; HU, Q.; SONG, W.; LIU, B.; LIU, J.; DING, C. Effect of starch multi-scale structure alteration on japonica rice flour functionality under infrared radiation drying and storage. **LWT**. v. 142, p. 111-126. 2021.

MAD-ALI, S.; BENJAKUL, S.; PRODPRAN, T.; MAQSOOD, S. Interfacial properties of gelatin from goat skin as influenced by drying methods. **LWT - Food Science and Technology**. v. 73, p. 102 - 107, 2016.

MIRZAPOUR-KOUHDASHT, A.; SABZIPOUR, F.; TAGHIZADEH, M. S.; Marzieh Moosavi-Nasab, M. Physicochemical, rheological, and molecular characterization of colloidal gelatin produced from Common carp by-products using microwave and ultrasound-assisted extraction. **Journal of Texture Studies**. v. 50, p. 416-425, 2019.

NGUYEN, P.T.; BHANDARI, B.; PRAKASH S. Tribological method to measure lubricating properties of dairy products. **Journal of Food Engineering**, v. 168 p. 27-34, 2016.

ONWUDE, D.; NORHASHILA, H. C.; KHALINA, A.; RIMFIEL, J.; GUANGNAN, C. The effectiveness of combined infrared and hot-air drying strategies for sweet potato. **Journal of Food Engineering**. v. 241, p. 75 - 87, 2019.

PAVIA, D.L.; LAMPMAN, G.M.; KRIZ, G.S.; VYVYAN, J. R. **Introdução à Espectroscopia**. Learning, C., Ed.; 4<sup>a</sup>.; São Paulo, 2010.

PEARCE, K. N.; KINSELLA, J. E. Emulsifying properties of proteins: evaluation of a turbidimetric technique. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. v. 26, p. 716 - 723, 1978.

PENG, J.; YIN, X.; JIAO, S.; WEI, K.; TU, K.; PAN, L. Air jet impingement and hot air-assisted radio frequency hybrid drying of apple slice. **LWT**. v. 116, p. 108-117. 2019.

PISANO, R.; BARRESI, A. A.; FISSORE, D. Innovation in monitoring food freeze drying. **Drying Technology**. v. 29, p. 1920 - 1931, 2011.

RENUKA, V.; RAVISHANKAR, C. N. R.; ZYNUDHEEN, A. A.; JAGANATH, B.; JOSEPH, T. C. Characterization of gelatin obtained from unicorn leatherjacket (*Aluterus monoceros*) and reef cod (*Epinephelus diacanthus*) skins, **LWT**. V. 116, p. 108- 126 2019.

SAE-LEAW, T.; BENJAKUL, S.; O'BRIEN, N.M. Effect of pretreatments and drying methods on the properties and fish yodour/flavor of gelatin from seabass (*Lates calcarifer*) skin. **Drying Technology**. v. 34, p. 53 - 65, 2016.

SHAHIRI, T.H.; MAGHSOUDLOU, Y.; MOTAMEDZADEGAN, A.; MAHOONAK, A.R.S. Optimization of physico-chemical properties of gelatin extracted from fish skin of rainbow trout (*Onchorhynchus mykiss*). **Bioresource Technology**. v. 101, p. 6207- 6214, 2010.

SILVA, E.V.C.; LOURENÇO, L.F.H.; PENA, R.S. Optimization and characterization of gelatin from kumakuma (*Brachyplatystoma filamentosum*) skin. **CyTA – Journal of Food**. v. 15, p. 361 - 368, 2017.

SILVA, N. S., PINO HERNÁNDEZ, E. J. G., ARAÚJO, C. S., PEIXOTO JOELE, M. R. S.; LOURENÇO, L. F. H. Development and optimization of biodegradable fish gelatin composite film added with buriti oil. **Cyta – Journal of Food**, v. 16, p. 340 - 349, 2018.



SINTHUSAMRAN, S; BENJAKUL, S; KISHIMURA, H. Characteristics and gel properties of gelatin from skin of seabass (*Lates calcarifer*) as influenced by extraction conditions. **Food Chemistry**. v. 152, p. 276 - 284, 2014.

SINTHUSAMRAN, S; BENJAKUL, S; KISHIMURA, H. Molecular characteristics and properties of gelatin from skin of sea bass with different sizes. **International Journal of Biological Macromolecules**. v. 73, p. 146-153, 2015.

SINTHUSAMRAN, S.; BENJAKUL, S.; HEMAR, Y.; KISHIMURA, H. Characteristics and Properties of Gelatin from Seabass (*Lates calcarifer*) Swim Bladder: Impact of Extraction Temperatures. **Waste and Biomass Valorization**. v. 9, p. 315-325, 2018.

SOUSA, S. C.; VÁZQUEZ, J. A.; PÉREZ-MARTÍN, R. I.; CARVALHO, A. P.; GOMES, A. M. Valorization of By-Products from Commercial Fish Species: Extraction and Chemical Properties of Skin Gelatins. **Molecules**. v. 22, p. 1-12. 2017.

STAROSZCZYK, H.; WOLSKA, J. SZTUKA, K.; STANGRET, J. Molecular and structural characteristics of cod gelatin films modified with EDC and TGase. **Food Chemistry**, v. 130, p. 335-343, 2012.

Statsoft. **Statistica for Windows**, versão 7.0. (Software estatístico), 2004.

TABARESTANI, H. S.; MAGHSOUDLOU, Y.; MOTAMEDZADEGAN, A.; SADEGHI MAHOONAK, A. R. Optimization of physico-chemical properties of gelatin extracted from fish skin of rainbow trout (*Onchorhynchus mykiss*). **Bioresource Technology**. v. 101, p. 6207–6214. 2010.

TAN, C. C.; KARIM, A. A.; UTHUMPORN, U.; FARID, C. G. Effect of Extraction Temperature on the Physicochemical Properties of Gelatine from the Skin of Black Tilapia (*Oreochromis mossambicus*). **Journal of Physical Science**. 30, 1-21, 2019.

TKACZEWSKA, J.; MORAWSKA, M.; KULAWIK, P. Characterization of carp (*Cyprinus carpio*) skin gelatin extracted using different pretreatments method. **Food Hydrocolloids**. v. 81, p. 169-179, 2018.

ZHANG, K.; LI, Y.; REN, Y. Research on the phosphorylation of soy protein isolate with sodium tripolyphosphate. **Journal of Food Engineering**. v. 79, p. 1233-1237, 2007.

# CAPITULO IV

---

**Bala de goma comestível desenvolvida com gelatina extraída de peles de peixe e adicionada de componentes amazônicos**

---

## **Bala de goma comestível desenvolvida com gelatina extraída de peles de peixe e adicionada de componentes amazônicos**

### **Resumo**

O desenvolvimento de balas de goma pode ser uma boa alternativa para as indústrias de confeitos, uma vez que é um doce popular com muita diversidade e consumido por pessoas de todas as idades. Esses produtos podem também utilizar a gelatina extraída de peles de peixe nas suas formulações, ampliando ainda mais o consumo. O objetivo deste estudo foi o desenvolvimento de bala de goma de gelatina extraída de subprodutos de peixe, adicionada de amido de mandioca e cupuaçú em pó. Foi realizado o delineamento simplex centróide com três variáveis independentes (gelatina de peixe, amido de mandioca e cupuaçú em pó). Verificou-se que a gelatina de peixe e amido de mandioca apresentaram maior influência ( $p \leq 0,05$ ) nas respostas de textura, dureza e adesividade. A função desejabilidade definiu que as melhores condições para elaboração da bala de goma são 25% de gelatina de peixe, 15% de amido de mandioca e 7% de cupuaçu em pó. O estudo sugere que existe grande potencial na utilização gelatina de peixe, amido de mandioca e cupuaçú na preparação de bala de goma de confeitaria fornecendo melhores propriedades de textura.

**Palavras-chave:** Gelatina de peixe, Planejamento de mistura, Balas de goma, *Theobroma grandiflorum*

## 1. INTRODUÇÃO

Os confeitos gelificados são um segmento significativo e crescente da indústria de produtos açucarados, sendo eles apresentados ao consumidor em uma grande variedade de formas. Produtos de confeitaria em gel incluem pastilhas, balas de gomas ou jujubas e os populares produtos “gummy”. Sua textura, brilho e cor dependem da boa qualidade e dos tipos de matérias-primas utilizadas, das variáveis de formulação e de processamento (BILOTT, 2007; AVELAR et al., 2016).

O setor de confeitaria tem se destacado na indústria de alimentos e segundo dados da Associação Brasileira das Indústrias de Chocolates, Cacau, Amendoim, Balas e Derivados, o Brasil ocupa lugar de destaque no mercado mundial de produtos de *confectionery*. O país se posiciona como um dos maiores produtores de balas e gomas de mascar, com produção em 2019 de 257 mil toneladas com consumo médio nacional de 1,4 kg por habitante/ano e com exportação para 149 países, sendo os Estados Unidos o principal destino (ABICAB, 2021).

A demanda por alimentos funcionais que beneficiem o corpo e contribuam para uma vida saudável vem aumentando devido à busca dos consumidores por melhoria da qualidade de vida (BOLUDA; CAPILLA, 2017). Esses fatores influenciam o mercado de confeitaria, que tem aprimorado seus produtos com a incorporação de ingredientes e tecnologias que atendem às necessidades dos consumidores mais exigentes (LI; SRIGLEY, 2017).

Nesse contexto, os ingredientes utilizados na preparação de balas alimentícias são de grande importância. Como exemplo, utilizar cupuaçú (*Theobroma grandiflorum*) como um ingrediente para conferir sabor, cor e compostos bioativos aos doces, que podem torná-los produtos funcionais, além de mascarar quaisquer propriedades sensoriais indesejáveis associadas à gelatina de peixe (MCKERRACHER et al., 2016; SILVA et al., 2020). O cupuaçú é um dos frutos mais importantes da região amazônica e caracteriza-se por apresentar uma polpa ácida, de sabor agradável, aroma intenso característico e contém a vitamina C que eleva sua atratividade (NASCIMENTO et al., 2019).

A gelatina é um importante componente na elaboração de balas de gomas por ser um alimento natural e que pode desempenhar um papel muito importante na alimentação. A gelatina permite a criação de novos e inovadores produtos funcionais, que seguem a tendência apontada pelo consumidor por alimento que proporciona maior bem-estar. Os alimentos que contêm gelatina oferecem um benefício adicional à saúde, uma vez que,

constitui em ótima fonte de proteínas, com os aminoácidos glicina e prolina em elevada concentração exercendo efeito benéfico nos ossos e articulações. Os alimentos que contêm gelatina oferecem, portanto, novas possibilidades para uma alimentação saudável (FIB, 2021).

Então, com o intuito de agregar valor ao tratamento de resíduos do processamento do pescado, a gelatina extraída de pele de pescada amarela (*Cynoscion acoupa*) é excelente alternativa para ser utilizada na elaboração de produtos alimentícios, uma vez que, certos segmentos da população humana não consomem gelatina de mamíferos por motivos religiosos, podendo ampliar a utilização dessa importante biomassa (DAMODARAN; WANG, 2017).

A gelatina de peixe é considerada um polímero biodegradável com natureza protéica que se obtém pela alteração térmica ou degradação química e física do colágeno (MOHAJER et al., 2017). É bastante atrativa para aplicação em diversas áreas da indústria alimentícia, devido as propriedades multifuncionais. No segmento de confeitos e doces é usada devido às suas propriedades de formação de gel, estabilização de espuma, textura, agente emulsificante e ligante. Na fabricação de alguns doces, a gelatina é extremamente importante para a definição da textura desejada, conferindo uma ótima sensação sensorial (SILVA, 2016; HUANG et al., 2017).

Balas de goma incorporadas de polpa, suco e extrato de frutas já foram estudadas, bem como a utilização de gelatina bovina comercial, goma arábica, ágar, pectina e amidos especiais. No entanto, ainda não foram encontradas informações a respeito do uso da gelatina de peixe combinada com cupuaçú na elaboração desses confeitos e tampouco utilizando o planejamento de mistura para estabelecer as proporções desses componentes.

Portanto, o presente trabalho teve como objetivo desenvolver bala de goma com gelatina extraída de subprodutos de peixe e cupuaçú em pó, empregando metodologia de planejamento experimental de mistura.

## **2. MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1. OBTENÇÃO DAS PELES DE PEIXE, CUPUAÇÚ E OUTROS INGREDIENTES**

Foram utilizadas peles de pescada amarela (*Cynoscion acoupa*), coletadas em indústria de pesca, localizada no município de Vigia-PA e transportadas em caixas

isotérmicas para o Laboratório de Produtos de Origem Animal (LAPOA) na Universidade Federal do Pará (UFPA). No laboratório, foram removidas as escamas das peles, acondicionadas em embalagens de policloreto de vinil, seladas à vácuo e congeladas a -22 °C, até a etapa de extração.

A polpa do cupuaçú (*Theobroma grandiflorum Schum*) foi adquirida em comércio local de Belém-Pa, foi transportada até o Laboratório (LAPOA/UFPA), posteriormente, descongelada sob refrigeração ( $\approx 4^{\circ}\text{C}$ ) e em seguida distribuída em bandejas de aço inoxidável, congelada em ultrafreezer (Coldlab, CL200-80, Brasil), a  $-80 \pm 3^{\circ}\text{C}$  por 24 horas e desidratada em liofilizador (Liotop, L101, Brasil) a  $-60^{\circ}\text{C}$ , pressão de 130  $\mu\text{mHg}$  por 48 horas. A polpa desidratada foi embalada a vácuo em sacos plásticos de polietileno para posterior elaboração das balas.

Para o preparo das balas de gelatina, utilizou-se também o amido de mandioca (*Manihot esculenta C.*) da marca Ouro Branco produzido em Santa Isabel (Brasil), xilitol (Tovani Benzaquen, São Paulo, Brasil), ácido cítrico (Synth, São Paulo, Brasil) e água mineral (Nossa água, Benevides, Brasil), todos adquiridos no comércio local.

## 2.1. EXTRAÇÃO DA GELATINA

A metodologia utilizada para obtenção da gelatina foi descrita por Silva; Lourenço; Pena (2017) e adaptada por Araújo et al (2021). Após lavagem em água corrente, as peles do peixe (4x4cm) foram imersas, inicialmente em solução de cloreto de sódio (NaCl) 0,6M, em seguida em hidróxido de sódio (NaOH) 0,3M, ambas por 15 minutos, e finalmente em solução de ácido acético ( $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ ) 0,02M na proporção 1/5 (m/v), por 60 minutos. Todas as etapas ocorreram sob agitação (85 rpm à  $25^{\circ}\text{C}$ ) em incubadora shaker (Lucadema, Luca 223, Brasil) e lavagem das peles em água (3 repetições). Posteriormente, foram adicionadas em água destilada e colocadas em banho-maria a  $60^{\circ}\text{C}$  por 6 horas. Após o aquecimento, o material foi submetido à filtração em tecido faillet e a gelatina obtida foi liofilizada a  $-60^{\circ}\text{C}$  por 48h (Liotop, L101, Brasil).

## 2.3. DESENVOLVIMENTO DA BALA DE GOMA

Para o processo de elaboração das balas de goma foi utilizada as metodologias propostas por Marfil et al. (2012) e Fontoura et al. (2013). Inicialmente o xilitol (2%) e o ácido cítrico (1%) foram completamente dissolvidos em água utilizando béquer de vidro. Em seguida adicionou-se a gelatina desidratada de peixe e aplicou-se o tratamento térmico

a 70 °C por 15 minutos em banho-maria (Tecnal, TE-057, Brasil). Após completa solubilização da gelatina, adicionou-se o amido de mandioca (70°C/15min) e o cupuaçu em pó. A mistura final foi homogeneizada e colocada em moldes com formato quadrado, medindo 2 x 1.5 cm (7 mL) e mantidos sob refrigeração a 25°C por 24 horas em estufa incubadora-DBO (Quimis, Q315M, Brasil). Após a secagem, as balas foram desenhadas e dispostas em sacos de polietileno. Todos os materiais foram pesados em balança analítica (Marconi, JK 200, Brasil).

### 2.3.1. Delineamento experimental de mistura

Foram elaboradas diferentes formulações para a produção das balas de gomas, variando as concentrações de gelatina de peixe, amido de mandioca e cupuaçu em pó. As concentrações dos componentes foram restringidas nas formulações experimentais (Tabela 1), dentro de faixas estabelecidas em testes preliminares.

O planejamento de mistura utilizado neste estudo foi o Simplex Centroide, constituído de 10 ensaios experimentais com três componentes (mistura ternária) e restrições nos limites inferiores e superiores. As concentrações reais de cada componente da mistura foram calculadas através da equação 1 em função de seus pseudocomponentes. E a Tabela 2 apresenta o planejamento experimental de mistura para elaboração da bala de goma.

$$X_i = \frac{c_i - a_i}{1 - \sum_{i=1}^q a_i} \quad \text{Equação 1}$$

No qual,

$$0 \leq a_i \leq c_i;$$

$$\sum_{i=1}^q a_i < 1, \text{ ou seja, a soma de todos estes componentes deve ser menor que 1;}$$

$$i = 1, 2, 3, \dots, q;$$

$x_i$  = teor do componente, em termos de pseudocomponente;

$c_i$  = proporção real do componente;

$a_i$  = limite mínimo da concentração do componente.

**Tabela 1.** Proporções mínimas e máximas estabelecidas para a produção de balas de goma

<b>Componentes</b>	<b>Concentração inferior (%) m/m</b>	<b>Concentração superior (%) m/m</b>
Gelatina de peixe – GP	10	25
Amido de mandioca – AM	7	22
Cupuaçú em pó – CP	15	30

**Tabela 2.** Planejamento experimental de misturas em valores reais e de pseudocomponentes para a elaboração da bala de goma.

<b>ENSAIOS</b>	<b>COMPONENTES REAIS</b>			<b>PSEUDOCOMPONENTES</b>		
	<b>GP</b>	<b>AM</b>	<b>CP</b>	<b>GP(X1)</b>	<b>AM (X2)</b>	<b>CP (X3)</b>
1	1	0	0	0,25	0,15	0,07
2	0	1	0	0,10	0,30	0,07
3	0	0	1	0,10	0,15	0,22
4	0,5	0,5	0	0,18	0,23	0,07
5	0,5	0	0,5	0,18	0,15	0,15
6	0	0,5	0,5	0,10	0,23	0,15
7	0,33	0,33	0,33	0,15	0,20	0,12
8	0,66	0,16	0,16	0,20	0,18	0,10
9	0,16	0,66	0,16	0,13	0,25	0,10
10	0,16	0,16	0,66	0,13	0,18	0,17

Gelatina de peixe (GP), amido de mandioca (AM) e cupuaçú em pó (CP)

Nas dez formulações experimentais da bala de goma, os ingredientes GP, AM e CP totalizaram 47 %, variando em função do planejamento experimental de misturas, enquanto a água (50 %) e o restante dos materiais secos, ácido cítrico (1 %) e xilitol (2%) permaneceram constante para todas as formulações.

A representação gráfica do sistema de misturas de cada variável resposta foi construída, utilizando diagramas triangulares. Após a execução do experimento e a coleta de dados foi realizado o ajuste de uma equação polinomial para cada resposta, estimando-se os respectivos coeficientes, através dos modelos canônicos de Scheffé.

A região estudada correspondeu aos limites inferiores e superiores das concentrações reais, implicando na análise de dez diferentes composições no triângulo de pseudocomponentes.



As balas de goma obtidas pelos ensaios propostos pelo planejamento de mistura foram submetidas a avaliação, onde a melhor formulação foi a que apresentou os melhores parâmetros de textura instrumental, maior dureza e menor adesividade. A condição ótima da obtenção da bala de goma foi determinada através do perfil de desejabilidade, onde foram atribuídos valores de desejabilidade entre 0 e 1, onde 0 representa um valor completamente indesejado e 1, o valor mais desejável.

### **2.3.2. Caracterização das balas de gelatina**

#### **Textura Instrumental**

Os parâmetros texturais registrados durante a análise foram: dureza (força na compressão máxima durante a primeira mordida), conhecida também pelos termos firmeza e maciez; adesividade (força negativa abaixo da linha de força nula, representa o trabalho, provocado por uma força elástica, necessária para desprender o alimento, separando-o das placas de compressão). Termos populares para descrever esse parâmetro são: grudento e pegajoso. Para a determinação desses parâmetros foi utilizado Analisador de Textura (Stable Micro Systems - TA.XT Plus), seguindo metodologia de Fadini et al. (2003) e Marfil et al. (2012), nas seguintes condições de análise: temperatura ambiente (23° C); medida de força em compressão; velocidade de pré-teste: 2 mm/s, velocidade de teste: 1 mm/s, velocidade de pós-teste: 5 mm/s; Distância de compressão: 2 mm e probe cilíndrico de acrílico ¼". Foram utilizados oito corpos de provas para a realização da análise.

### **2.4. ANÁLISE ESTATÍSTICA**

Para a determinação das variáveis do processo de obtenção de balas de goma utilizou o programa Statistica® versão 7.0 (STATSOFT Inc., 2004). A otimização do processo foi determinada através de planejamento de mistura utilizando a metodologia de superfície de resposta e a função desejabilidade. Os dados de caracterização foram submetidos à Análise de Variância (Anova) e as diferenças entre as médias foram avaliadas pelo Teste de Tukey.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 2.1. DELINEAMENTO EXPERIMENTAL DO PLANEJAMENTO DE MISTURA

Os valores médios e os desvios-padrão dos parâmetros dureza e adesividade para cada experimento das formulações preparadas com as composições da mistura em função dos pseudocomponentes são apresentados Tabela 3.

**Tabela 3.** Resultados experimentais para otimização do processo de obtenção de balas de gelatina

Proporções dos componentes na mistura				Respostas	
ENSAIOS	GP	AM	CP	Dureza (N)	Adesividade (N)
1	1	0	0	17,91±0,89 <sup>a</sup>	2,86±0,06 <sup>ef</sup>
2	0	1	0	4,05±0,36 <sup>f</sup>	2,80±0,07 <sup>ef</sup>
3	0	0	1	8,68±0,93 <sup>cd</sup>	4,16±0,02 <sup>a</sup>
4	0,5	0,5	0	9,86±0,78 <sup>c</sup>	3,25±0,07 <sup>cd</sup>
5	0,5	0	0,5	12,33±0,92 <sup>b</sup>	3,61±0,25 <sup>b</sup>
6	0	0,5	0,5	4,99±0,62 <sup>ef</sup>	2,65±0,17 <sup>f</sup>
7	0,33	0,33	0,33	9,55±1,05 <sup>cd</sup>	3,32±0,06 <sup>bcd</sup>
8	0,66	0,16	0,16	13,80±1,22 <sup>b</sup>	3,43±0,16 <sup>bc</sup>
9	0,16	0,66	0,16	3,84±0,43 <sup>f</sup>	3,05±0,04 <sup>de</sup>
10	0,16	0,16	0,66	6,81±0,81 <sup>de</sup>	3,34±0,13 <sup>bcd</sup>

Os resultados são média ± desvio padrão. Letras diferentes na mesma coluna indicam diferença estatisticamente significativa ( $p \leq 0,05$ ). GP: Gelatina de peixe; AM: Amido de mandioca; CP: Cupuaçu em pó

A estimativa das respostas dureza e adesividade foram obtidas de um modelo quadrático ajustado pelos dados experimentais e seus respectivos erros padrão, conforme mostra as equações na Tabela 4 para predizer a relação da resposta com os três componentes estudados no delineamento experimental.

**Tabela 4.** Modelos de regressão ajustados, coeficientes de regressão ( $R^2$ ) para dureza e adesividade das balas experimentais a base de gelatina de peixe, amido de mandioca e cupuaçu em pó, em função das variáveis GP (x), AM (y) e CP (z).

Modelo	Valor p	$R^2$
$D = + 18,25x + 8,39y + 3,60z$	0,005	0,964
$A = + 2,88x + 4,09y + 2,81z + 2,12xz - 3,07yz$	0,007	0,953

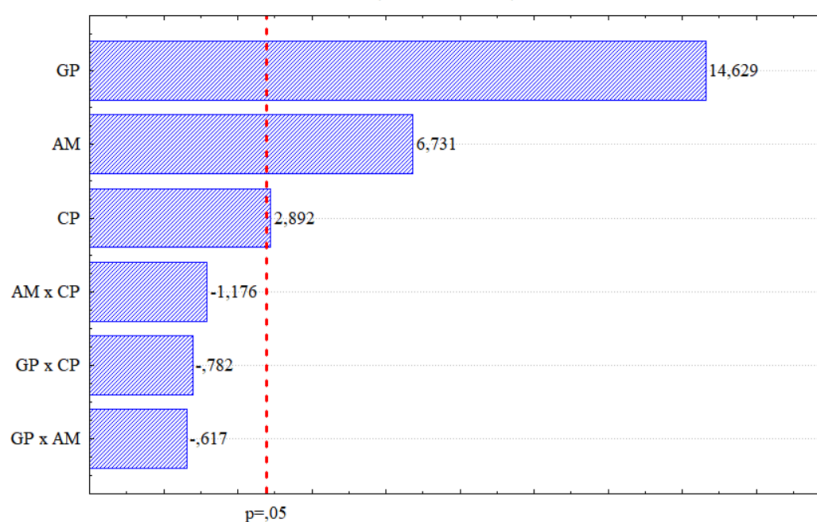
D: Dureza; A: Adesividade

Foi verificado que o modelo de regressão adequado para esta pesquisa é o quadrático, pois foi o que melhor apresentou coeficiente de múltipla determinação,  $R^2$ , para ajustar as respostas (D) e (A), e ainda sendo significativo ao nível de 95% de confiança, apresentando um coeficiente de regressão igual a 0,96 para a variável dureza e de 0,95 para adesividade. Foi também verificado efeito de interação de alguns componentes neste estudo.

Os teores de gelatina de peixe (GP) e amido de mandioca (AM), influenciaram de forma significativa no parâmetro dureza, enquanto para a resposta adesividade, o fator cupuaçu em pó (CP) também interferiu e o houve efeito significativo da interação entre os fatores. Demonstrando que a concentração desses componentes interfere diretamente nas respostas estudadas.

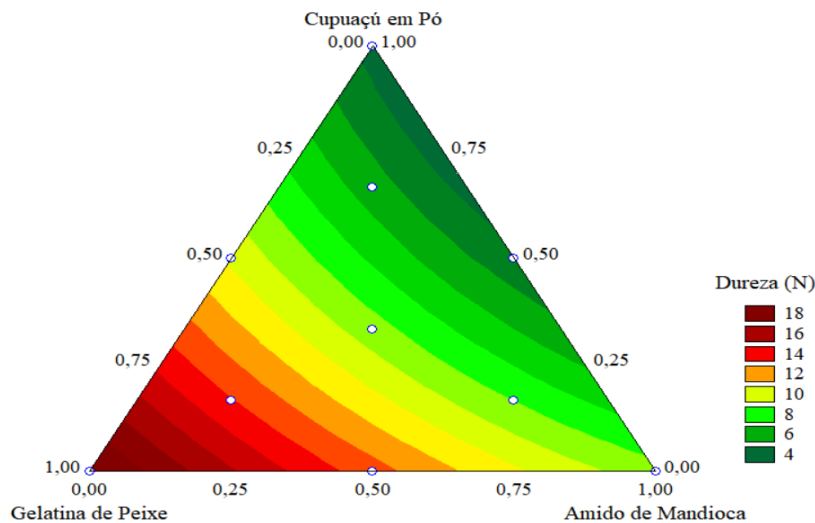
Nas Figuras 1 e 3 são apresentadas a ordem dos efeitos das variáveis independentes, através dos diagramas de Pareto sobre as variáveis dependentes.

As amostras de balas de goma apresentaram diferença no parâmetro dureza para a maioria das formulações ( $p \leq 0,05$ ), conforme Tabela 3 e de acordo com a Figura 1 é possível verificar que a concentração de gelatina foi o fator que mais influenciou, seguido de amido de mandioca e cupuaçu em pó.



**Figura 1.** Diagrama de Pareto para dureza  
GP: Gelatina de peixe; AM: Amido de mandioca; CP: Cupuaçu em pó

Nas Figuras 2 e 4 são mostradas as curvas de contorno geradas através dos modelos propostos. As regiões que foram estudadas correspondem aos limites inferiores e superiores das concentrações reais, implicando em diferentes composições no triângulo de pseudocomponentes.



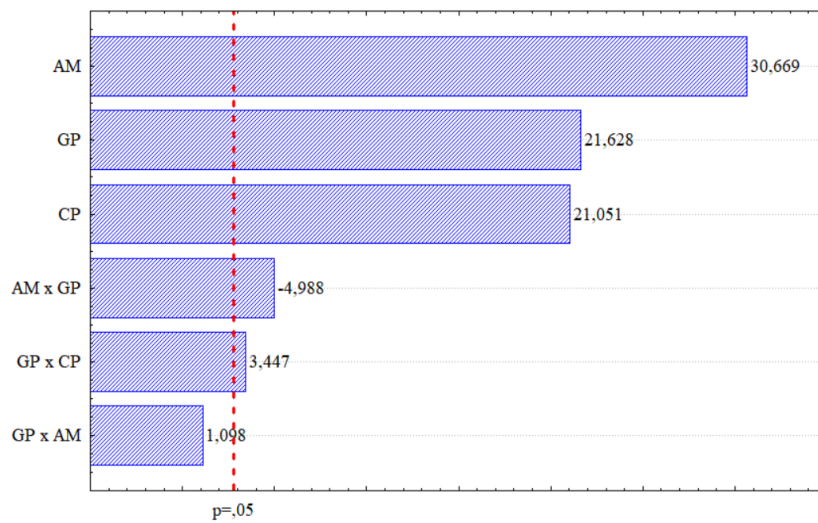
**Figura 2.** Curvas de contorno obtidas pelo modelo experimental em termos de pseudocomponentes da resposta dureza.

Os maiores valores de dureza foram encontrados para as composições localizadas próximo aos vértices (Figura 2), onde encontram-se os ensaios experimentais com maior concentração de gelatina de peixe e menores de amido de mandioca e cupuaçu em pó. Resultados confirmados também na Tabela 3.

A textura instrumental é utilizada em confeitarias para avaliar as características da firmeza do produto para que, por exemplo, balas de goma possam ser manipuladas sem risco de deformação ou quebra (DELGADO; BAÑÓN, 2015). E de acordo com os resultados encontrados, é possível verificar que as formulações apresentaram bons resultados de firmeza, na faixa de 3,84 a 17,91 N, onde os maiores valores se encontram na região de maior concentração de gelatina. É importante salientar que a textura da bala não deve ser tão baixa, a ponto de perder sua estrutura e tampouco ser de elevada dureza, pois dessa forma o produto apresentará rigidez, tornando-o inviável para consumo.

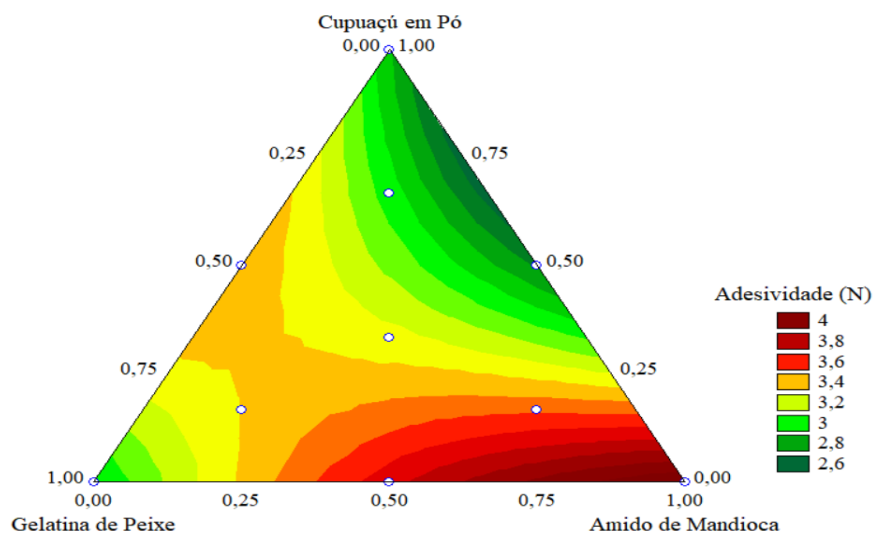
Segundo Marfil et al. (2012), bala de goma de gelatina bovina comercial apresentou resultado 35,06 N e os autores confirmaram que a gelatina desempenhou um papel importante em todos os parâmetros texturais estudados, incluindo a dureza. Hani et al. (2015) encontraram valores de dureza na faixa de 12,69 a 19,93 N para bala de goma adicionada de gelatina de peixe, pectina e polpa de pitaya, enquanto que Cai et al. (2017), obtiveram 2,3 N para bala de gelatina adicionada de adoçante. É possível notar que os resultados encontrados neste estudo ficaram dentro da faixa investigada pela literatura. É importante que a bala de goma apresente textura macia e resulte em uma estrutura

autossustentável - ou seja, uma rede de proteínas forte o suficiente para ser capaz de suportar seu próprio peso e manter sua forma sem fluir quando removida do molde.



**Figura 3.** Diagrama de Pareto para Adesividade  
 GP: Gelatina de peixe; AM: Amido de mandioca; CP: Cupuaçu em pó

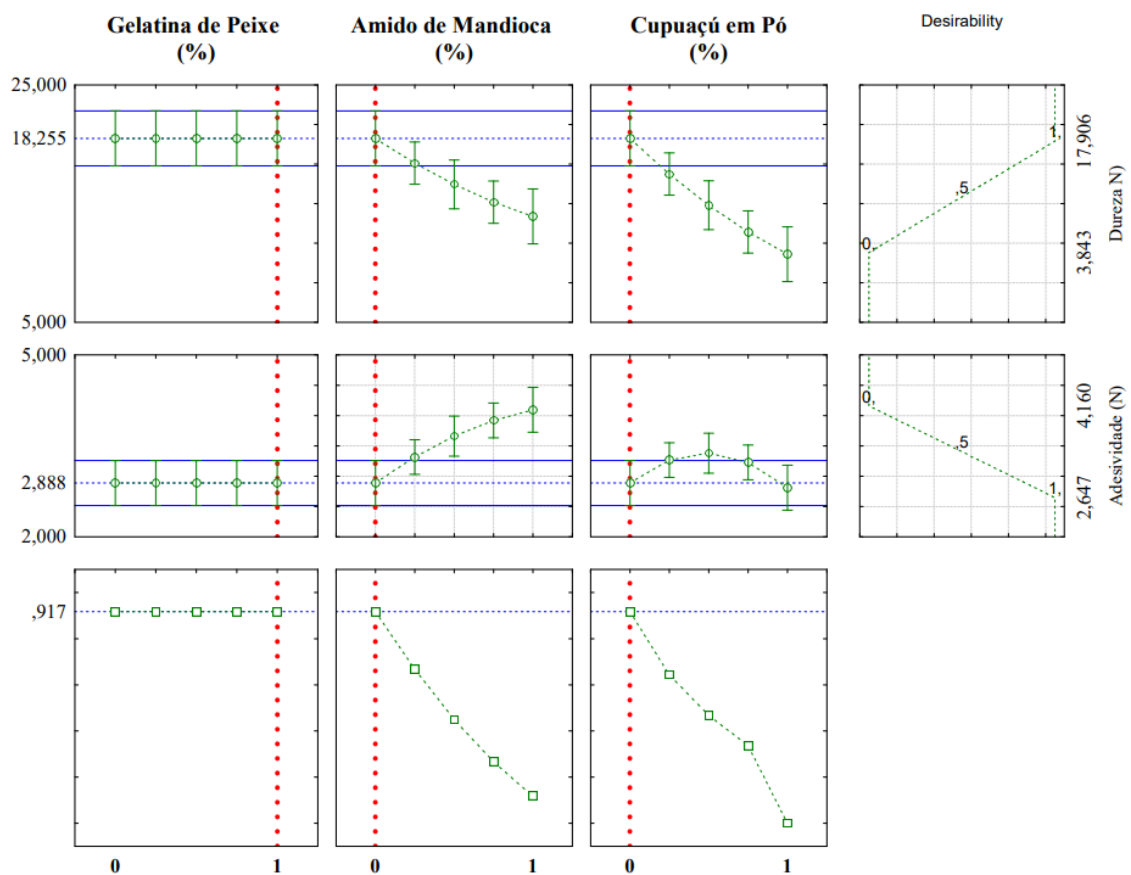
O diagrama de Pareto realizado para o parâmetro adesividade (Figura 3), mostrou que apenas a interação gelatina de peixe com amido de mandioca não apresentou efeito significativo e as demais variáveis foram significativas ( $p \leq 0,05$ ).



**Figura 4.** Curvas de contorno obtidas pelo modelo experimental em termos de pseudocomponentes da resposta adesividade.

A adesividade é um parâmetro textural indesejável em balas de goma, por tanto, quanto menor o resultado melhor será a característica do produto, desta forma é possível observar na Figura 4, que os melhores resultados encontram em regiões distintas do gráfico (região de coloração verde). Num primeiro momento com máxima concentração de gelatina e mínimo de amido de mandioca e cupuaçu em pó. Porém devido, ter apresentado a interação significativa de amido x cupuaçu (Figura 2), é possível observar outra região com condições de concentração intermediarias adequadas para obtenção de balas de gomas.

Na Figura 5 é apresentado o diagrama de desejabilidade, utilizando os modelos de dureza e adesividade para elaboração de balas de gomas.



**Figura 5.** Perfis de desejabilidade para as concentrações de gelatina de peixe, amido de mandioca e cupuaçu em pó na obtenção de bala de goma

Os perfis de desejabilidades individuais e globais nas condições estabelecidas para esta análise são demonstrados na Figura 5, onde a desejabilidade global máxima atingida foi igual a 0,917. Este valor pode variar de 0 a 1. Quanto mais próximo da unidade for este valor, melhor para a otimização simultânea. Esse valor indica que os ótimos

individuais correspondentes a cada resposta estão próximos entre si e que pode haver uma condição experimental que os satisfaçam simultaneamente. Desta forma, as melhores condições para elaboração da bala de goma são 25% (nível 1) de gelatina de peixe; 15% (nível 0) de amido de mandioca e 7 % (nível 0) de cupuaçu em pó. Usando-se essas condições, bons parâmetros texturais podem ser obtidos usando-se as concentrações otimizadas.

#### **4. CONCLUSÃO**

O delineamento experimental de mistura, mostrou que a gelatina de peixe e amido de mandioca apresentaram maiores influências significativas ( $p \leq 0,05$ ) nas respostas texturais, dureza e adesividade. A função desejabilidade definiu as melhores condições para elaboração da bala de goma em 25% de gelatina de peixe, 15% de amido de mandioca e 7 % de cupuaçu em pó. O estudo sugere que existe um grande potencial na utilização gelatina de peixe, amido de mandioca e cupuaçu na preparação de goma de confeitaria para fornecer melhores propriedades tecnológicas e funcionais.

#### **CONTINUAÇÃO DA PESQUISA**

Este manuscrito encontra-se em construção e que, portanto, algumas análises serão necessárias para a finalização do mesmo.

Afim de encontrar as melhores condições de concentrações de gelatina de peixe, amido de mandioca e cupuaçu em pó no processo de obtenção de bala de goma, é necessário também avaliar os parâmetros sensoriais: aparência, sabor e mastigação, além dos parâmetros instrumentais, dureza e adesividade, avaliados anteriormente.

Após definir a melhor formulação de bala de goma, a mesma será elaborada e caracterizada quanto as análises a seguir.

##### **- Análises microbiológicas:**

Será conforme legislação vigente, segundo a Resolução RDC nº 12, de 2 de janeiro de 2001, item 19, letra a (balas, pastilhas, drageados, caramelos, confeitos e similares) sendo analisados coliformes a 45°C, *estafilococos* e *salmonela*.

##### **- Análises físico-químicas:**

A determinação da umidade será realizada pelo método de secagem em estufa a 105 °C até peso constante; o resíduo mineral fixo será determinado por incineração em forno de mufla a 550 °C; os lipídios serão quantificados por extração com éter etílico através do uso do extrator Soxhlet; as proteínas serão determinadas pelo método de Kjeldahl e os carboidratos serão determinados por diferença (AOAC, 2002). Cor Instrumental: será utilizado calorímetro (marca Minolta, modelo CR 310, Japan), através dos parâmetros L\*, a\*, b\*. A atividade de água será determinada em higrômetro eletrônico Aqualab, 3TE - Decagon Devices Inc.USA. Todas as análises serão executadas em triplicata. A temperatura de transição vítrea será determinada usando calorimetria exploratória diferencial em equipamento DSC-60 plus Shimadzu, de acordo com Roos et al. (1996) e as análises morfológicas serão realizadas em microscópio eletrônico de varredura modelo LEO-1430, USA.

#### **- Análise sensorial**

##### *Aspectos éticos:*

Este estudo foi submetido à aprovação pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal do Pará antes da realização do teste de análise sensorial. O estudo foi aprovado por estar adequado ética e metodologicamente, conforme os preceitos da Resolução 466/12 do Conselho Nacional de Saúde. O número do parecer favorável é 4.480.222 e o processo encontra-se no Apêndice C.

##### *Ensaio sensorial:*

A análise sensorial das balas produzidas será realizada no Laboratório de Análise Sensorial da Universidade Federal do Pará. A avaliação sensorial será realizada por um público constituído de estudantes, professores e funcionários não treinados, com idade entre 18 e 60 anos, de ambos os sexos, com participação voluntária. As condições ambientais do laboratório serão devidamente controladas, a luz, a temperatura, a ausência de sons e ruídos e a ausência de odores, serão observadas para evitar interferências nas avaliações. As amostras serão disponibilizadas aos provadores em pratos de plástico descartável com volume de 50 ml, codificadas com três dígitos e aleatorizadas. Será utilizado Teste de Aceitação com escala hedônica de 9 pontos (DUTCOSKY, 2007). O julgador deve avaliar os atributos sensoriais: aparência, sabor e mastigação.



### **- Acompanhamento da vida comercial das balas**

Para a determinação da vida útil, as balas de goma serão monitoradas a cada 7 dias após estocagem em estufa incubadora a 30°C por um período médio de 60 dias, por meio das análises descritas abaixo:

#### **- Textura:**

Será determinada através do parâmetro dureza, sendo realizada em Analisador de Textura (Stable Micro Systems - TA.XT Plus), segundo Fadini et al. (2003) e Marfil et al. (2012), nas seguintes condições de análise: temperatura ambiente; medida de força em compressão; velocidade de pré-teste: 2 mm/s, velocidade de teste: 1 mm/s, velocidade de pós-teste: 5 mm/s; Distância de compressão: 2 mm e probe cilíndrico de acrílico ¼". Serão utilizados oito corpos de provas para a realização da análise.

#### **- Atividade de água:**

Será determinada em higrômetro eletrônico Aqualab, 3TE - Decagon Devices Inc.USA.

#### **- Acidez:**

Será calculada através do volume gasto de solução de hidróxido de sódio 0,1N através da metodologia estabelecida AOAC (2000).

#### **- Sólidos Solúveis:**

Amostras de 5 g serão diluídas em 150 ml de água destilada com auxílio de agitador magnético. A leitura será feita em graus brix por refratômetro óptico RL-2, marca Quimis; com metodologia estabelecida pela AOAC (2000).

#### **- Análise Microbiológica:**

Serão analisados coliformes a 45°C e estafilococos coagulase positiva (BRASIL, 2001).

## REFERÊNCIAS

ABICAB, 2021. Associação Brasileira da Indústria de Chocolates, Cacau, Amendoim, Balas e Derivados. Pesquisas e Estatísticas 2020. <http://www.abicab.org.br/paginas/balas/balas-e-gomas/> Acessado em 10 de Setembro de 2021.

AVELAR, M. H. M.; RODRIGUES, C. G.; ARRUDA, A. C.; SILVA, E. C.; CARLOS, L. A. Desenvolvimento de balas de goma elaboradas com frutas do Cerrado. **Magistra, Cruz das Almas**. v. 28, p.21-28. 2016.

BARROS-NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. “Como Fazer Experimentos. Pesquisa e Desenvolvimento na Ciência e na Indústria,” Editora Unicamp, p. 401, 2003.

BILOTTI, J. Back to Basics-Technology & Manufacture of Jelly Confections: Finishing of Jelly Confections. *Manufacturing Confectioner*. p. 86, 2007.

BOLUDA, I. K.; CAPILLA, I. V. Consumer attitudes in the election of functional foods La actitud del consumidor en la elección de alimentos funcionales. **Spanish Journal of Marketing**, v. 21, p. 65-79, 2017.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução n 12, de 02 de janeiro de 2001. [https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2001/res0012\\_02\\_01\\_2001.html](https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2001/res0012_02_01_2001.html) Acessado em 10 de Setembro de 2021.

DAMODARAN, S.; WANG, S.Y. Ice crystal growth inhibition by peptides from fish gelatin hydrolysate. **Food Hydrocolloids**. v. 70, p. 46-56, 2017.

DELGADO, P.; BAÑÓN, S. Determining the minimum drying time of gummy confections based on their mechanical properties. **CyTA - Journal of Food**. ISSN: 1947-6337 (Print) 1947-6345 (Online). v. 13, p. 329-335, 2015.

FADINI, A. L.; FACCHINI, F.; QUEIROZ, M. B.; ANJOS, V. D. A.; YOTSUYANAGI, K. Influência de diferentes ingredientes na textura de balas moles produzidas com e sem goma gelana. **Boletim CEPPA**. v. 21, 2003.

FIB, 2021. Food Ingredients Brasil A gelatina e seus benefícios para a saúde humana. Revista N° 18. <https://revista->

fi.com.br/upload\_arquivos/201606/2016060938829001467203691.pdf Acessado em 10 de Setembro de 2021.

FONTOURA, L. M.; CORREA, A. F.; VICENTE, J.; MELEIRO, C. H. A.; FARALOSSO, F. B. Formulação de balas enriquecidas com ferro, cálcio, beta-caroteno, licopeno e vitamina C. **Acta Tecnológica**. v. 8, p.36-43, 2013.

HANI, N. M.; ROMLI, S. R.; AHMAD, M. Influences of red pitaya fruit puree and gelling agents on the physico-mechanical properties and quality changes of gummy confections. **International Journal of Food Science and Technology**. v. 50, p. 331-339, 2015.

HUANG, T.; TU, Z.; SHANGGUAN, X.; WANG, H.; SHA, X.; BANSAL, N. Rheological behavior, emulsifying properties and structural characterization of phosphorylated fish gelatina. **Food Chemistry**. v. 246, p. 428-436, 2018.

LI, Z.; SRIGLEY, C.T. A novel method for the quantification of long-chain omega-3 polyunsaturated fatty acids (PUFA) in gummy dietary supplements. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 56, p. 1-10, 2017.

MARFIL, P. H. M.; ANHÊ, A. C. B. M.; TELIS, V. R. N. Texture and Microstructure of Gelatin/Corn Starch-Based Gummy Confections. **Food Biophysics**. 7, 236–243, 2012.

MCKERRACHER, L.; COLLARD, M.; HENRICH, J. Food aversions and cravings during pregnancy on yasawa island, Fiji. **Human Nature**. v. 27, p. 1-20, 2016.

MOHAJER, S.; REZAEI, M.; HOSSEINI, S. F. Physico-chemical and microstructural properties of fish gelatin/agar bio-based blend films. **Carbohydrate Polymers**. v. 157, p. 784-793. 2017.

NASCIMENTO, J. F.; JÚNIOR, A. C. S. S.; TOSTES, E. S. L.; SILVA, A. S. S. Avaliação físico-química de polpas de cupuaçu, *Theobroma grandiflorum* Schum, industriais e artesanais. **Publicações em Medicina Veterinária e Zootecnia**. v. 13, p. 1-6, 2019.

OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS (AOAC). Association of Analytical Communities 17a ed. 2002.

ROOS, Y. H.; KAREL, M. KOKINI, J. L. Glass transitions in low moisture and frozen foods: effects on shelf life and quality. *Food Technology*. v. 5, p. 95-108, 1996

SILVA, E.V.C.; LOURENÇO, L.F.H.; PENA, R.S. Optimization and characterization of gelatin from kumakuma (*Brachyplatystoma filamentosum*) skin. **CyTA - Journal of Food**. p. 1947-6345, 2017.

SILVA, I. S.; SARMENTO, L. R.; BOEIRA, L. S. Optimization of camu-camu pulp concentration added in gummy candies. **Brazilian Journal of Development**. v. 6, p. 21771-21790, 2020.

STATSOFT. Statistica for Windows, versão 7.0. (Software estatístico), 2004.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

1. As melhores condições de secagem estabelecidas pela função de desejabilidade para a convecção de ar quente foram 59,14° C por 12,35 h. Para a secagem combinada, a região otimizada foi temperatura infravermelha de 70° C e tempo da estufa 3,51h e temperatura de 70° C.

2. Os métodos de secagem radiação infravermelha e combinado com convecção de ar quente, provocaram maior degradação das moléculas proteicas, com mudanças na estrutura secundária e perda da tripla hélice. Em contrapartida, a liofilização foi o método de secagem que proporcionou melhor qualidade das propriedades da gelatina, apesar de ser uma técnica dispendiosa. Competitivamente, a secagem por ar quente isolado também apresentou bons resultados, além de favorecer maior eficiência energética por atingir rapidamente o aquecimento e reduzir o tempo de secagem. A secagem refractance window indicou que pode ser um método alternativo economicamente viável para a secagem de gelatina.

3. O delineamento experimental de mistura, mostrou que a gelatina de peixe e amido de mandioca apresentaram maiores influências significativas ( $p \leq 0,05$ ) nas respostas texturais, dureza e adesividade. A função desejabilidade definiu as melhores condições para elaboração da bala de goma em 25% de gelatina de peixe, 15% de amido de mandioca e 7 % de cupuaçu em pó.

**Apêndice A:** Material Suplementar referente ao capítulo 2, Artigo 1

**Tabela A.1** Resultados experimentais de otimização de secagem convectiva 2<sup>2</sup>

<i>Independent variables</i>			<i>Dependent variables</i>		
<b>Assays</b>	<b>Time (h)</b>	<b>Temperature (°C)</b>	<b>Gel strength (g)</b>	<b>Moisture (%)</b>	<b>Water activity</b>
<b>1</b>	-1 (12)	-1 (35)	247.0	10.45	0.376
<b>2</b>	1 (16)	-1 (35)	203.0	10.33	0.370
<b>3</b>	-1 (12)	1 (55)	461.6	6.74	0.168
<b>4</b>	1 (16)	1 (55)	299.7	6.55	0.165
<b>5</b>	0 (14)	-1.41(30.8)	219.2	10.85	0.375
<b>6</b>	0 (14)	1.41(59.1)	490.0	5.94	0.130
<b>7</b>	-1.41(11.2)	0 (45)	360.2	10.09	0.343
<b>8</b>	1.41(16.8)	0 (45)	213.0	9.34	0.345
<b>9</b>	0 (14)	0 (45)	350.6	8.96	0.276
<b>10</b>	0 (14)	0 (45)	346.5	9.39	0.289
<b>11</b>	0 (14)	0 (45)	340.3	9.15	0.297

**Tabela A.2** Planejamento fatorial fracionário (2<sup>4-1</sup>) com valores codificados e reais do método combinado

<b>Assays</b>	<b>X<sub>1</sub> (h)</b>	<b>X<sub>2</sub> (°C)</b>	<b>X<sub>3</sub> °C</b>	<b>X<sub>4</sub> (h)</b>	<b>Gel strength (g)</b>	<b>Moisture (%)</b>	<b>Water activity</b>
<b>1</b>	-1 (2)	-1 (60)	-1 (60)	-1 (2)	452.3	10.25	0.313
<b>2</b>	1 (4)	-1 (60)	1 (80)	-1 (2)	310.2	8.52	0.253
<b>3</b>	1 (4)	-1 (60)	-1 (60)	1 (4)	422.6	8.94	0.304
<b>4</b>	-1 (2)	-1 (60)	1 (80)	1 (4)	399.4	8.85	0.278
<b>5</b>	1 (4)	1 (80)	-1 (60)	-1 (2)	183.0	4.75	0.273
<b>6</b>	-1 (2)	1 (80)	1 (80)	-1 (2)	209.0	6.69	0.252
<b>7</b>	-1 (2)	1 (80)	-1 (60)	1 (4)	200.0	5.71	0.303
<b>8</b>	1 (4)	1 (80)	1 (80)	1 (4)	179.2	4.43	0.245
<b>9</b>	0 (3)	0 (70)	0 (70)	0 (3)	280.0	6.82	0.273
<b>10</b>	0 (3)	0 (70)	0 (70)	0 (3)	277.0	6.53	0.266
<b>11</b>	0 (3)	0 (70)	0 (70)	0 (3)	272.0	6.21	0.278

X<sub>1</sub>= Oven time (h); X<sub>2</sub>= Oven temperature (°C); X<sub>3</sub>= Infrared temperature (°C); X<sub>4</sub>= Infrared time (h)

**Tabela A.3** Resultados experimentais de otimização da secagem do método combinado

2<sup>3</sup>

<b>Assays</b>	<b>X<sub>1</sub> (h)</b>	<b>X<sub>2</sub> (°C)</b>	<b>X<sub>3</sub> °C</b>	<b>Gel strength (g)</b>	<b>Moisture (%)</b>	<b>Water activity</b>
<b>1</b>	-1 (2)	-1 (60)	-1 (60)	430.3	10.15	0.379
<b>2</b>	-1 (2)	-1 (60)	1 (80)	390.8	9.14	0.327
<b>3</b>	-1 (2)	1 (80)	-1 (60)	291.5	9.45	0.285
<b>4</b>	-1 (2)	1 (80)	1 (80)	215.3	8.56	0.260
<b>5</b>	1 (4)	-1 (60)	-1 (60)	400.0	8.92	0.383
<b>6</b>	1 (4)	-1 (60)	1 (80)	330.2	7.79	0.374
<b>7</b>	1 (4)	1 (80)	-1 (60)	190.8	8.23	0.217
<b>8</b>	1 (4)	1 (80)	1 (80)	170.6	6.64	0.236
<b>9</b>	-1.68 (1.3)	0 (70)	0 (70)	315.4	1.85	0.210
<b>10</b>	1.68 (4.7)	0 (70)	0 (70)	239.5	7.49	0.152
<b>11</b>	0 (3)	-1.68 (53.2)	0 (70)	380.3	8.95	0.493
<b>12</b>	0 (3)	1.68 (86.8)	0 (70)	160.5	6.46	0.294
<b>13</b>	0 (3)	0 (70)	-1.68 (53.2)	379.0	11.36	0.384
<b>14</b>	0 (3)	0 (70)	1.68 (86.8)	325.2	8.83	0.371
<b>15</b>	0 (3)	0 (70)	0 (70)	349.8	9.55	0.213
<b>16</b>	0 (3)	0 (70)	0 (70)	340.5	9.49	0.231
<b>17</b>	0 (3)	0 (70)	0 (70)	339.6	10.16	0.224

X<sub>1</sub>= Oven time (h); X<sub>2</sub>= Oven temperature (°C); X<sub>3</sub>= Infrared temperature (°C)

**Apêndice B:** Material Suplementar referente ao capítulo 3, Artigo 2

**Tabela B1.** Coeficientes de correlação de *Pearson* para as propriedades físicas, tecnológicas e funcionais das gelatinas desidratadas por diferentes métodos de secagem

	<b>U</b>	<b>L</b>	<b>P</b>	<b>Ci</b>	<b>Aa</b>	<b>FG</b>	<b>PF</b>	<b>FE</b>	<b>IAE</b>	<b>pH</b>	<b>R</b>	<b>L</b>	<b>a*</b>	<b>b*</b>	<b>C</b>	<b>H°</b>	<b>ΔE</b>
<b>U</b>		0,110	0,181	0,024	0,319	0,406	0,308	0,605	0,852	0,449	0,073	0,524	0,430	0,666	0,197	0,109	0,404
<b>L</b>	-0,793		0,211	0,053	0,065	0,363	0,133	0,664	0,568	0,237	0,423	0,565	0,121	0,266	0,250	0,607	0,614
<b>P</b>	-0,708	0,675		0,285	0,066	0,626	0,304	0,404	0,514	0,961	0,340	0,170	0,121	0,117	0,001	0,286	0,096
<b>Ci</b>	0,926	-0,874	-0,599		0,260	0,152	0,104	0,422	0,824	0,168	0,294	0,442	0,283	0,606	0,353	0,231	0,453
<b>Aa</b>	0,567	-0,855	-0,854	0,625		0,481	0,137	0,460	0,262	0,636	0,694	0,268	0,009	0,021	0,094	0,725	0,317
<b>FG</b>	-0,487	0,526	0,299	-0,74	-0,42		0,033	0,079	0,568	0,151	0,970	0,213	0,294	0,696	0,793	0,445	0,375
<b>PF</b>	-0,577	0,763	0,581	-0,80	-0,75	0,909		0,111	0,930	0,210	0,932	0,142	0,056	0,278	0,432	0,528	0,281
<b>FE</b>	0,316	-0,267	-0,489	0,472	0,439	-0,83	-0,79		0,707	0,679	0,860	0,016	0,253	0,485	0,543	0,359	0,074
<b>IAE</b>	0,117	0,346	0,392	0,139	-0,62	-0,34	0,055	0,232		0,731	0,845	0,980	0,377	0,128	0,465	0,408	0,980
<b>pH</b>	-0,448	0,648	-0,031	-0,72	-0,29	0,742	0,677	-0,25	-0,21		0,946	0,922	0,556	0,973	0,844	0,897	0,856
<b>R</b>	0,843	-0,471	-0,547	0,591	0,243	0,024	-0,05	-0,11	0,12	-0,04		0,969	0,947	0,990	0,278	0,160	0,676
<b>L</b>	0,384	-0,349	-0,720	0,455	0,617	-0,67	-0,75	0,943	-0,01	-0,06	0,024		0,146	0,255	0,258	0,327	0,012
<b>a*</b>	-0,465	0,778	0,778	-0,60	-0,96	0,591	0,868	-0,63	0,513	0,356	-0,04	-0,74		0,027	0,186	0,751	0,246



<b>b*</b>	-0,265	0,619	0,783	-0,31	-0,93	0,241	0,606	-0,41	0,769	0,021	0,008	-0,63	0,921		0,144	0,982	0,320
<b>C</b>	-0,691	0,635	0,989	-0,53	-0,81	0,163	0,463	-0,36	0,434	-0,12	-0,60	-0,62	0,702	0,751		0,309	0,143
<b>H°</b>	0,794	-0,314	-0,599	0,654	0,218	-0,45	-0,38	0,529	0,484	-0,08	0,732	0,559	-0,19	-0,01	-0,57		0,174
<b>ΔE</b>	-0,488	0,308	0,810	-0,44	-0,56	0,514	0,604	-0,84	-0,01	-0,11	-0,25	-0,95	0,63	0,566	0,751	-0,71	

## Apêndice C: Parecer sensorial pelo Comitê de Ética em Pesquisa

UFPA - INSTITUTO DE  
CIÊNCIAS DA SAÚDE  
DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ



### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** Desenvolvimento de balas de goma a partir de gelatina extraída de peles de peixe

**Pesquisador:** CLEIDIANE DA SILVA

**ARAÚJO Área Temática:**

**Versão:** 1

**CAAE:** 40962320.5.0000.0018

**Instituição Proponente:**Instituto de Tecnologia

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

#### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 4.480.222

#### Apresentação do Projeto:

Projeto de pesquisa de doutorado intitulado "Desenvolvimento de balas de goma a partir de gelatina extraída de peles de peixe". A análise sensorial das balas produzidas será realizada no Laboratório de Análise Sensorial da Universidade Federal do Pará. Esta análise será realizada com um público constituído de estudantes, professores e funcionários não treinados, com idade entre 18 e 60 anos, de ambos os sexos, e participação voluntária em função de consumirem produtos a base de pescado. As condições ambientais do laboratório serão devidamente controladas, a luz, a temperatura, a ausência de sons e ruídos e a ausência de odores, serão observadas para evitar interferências nas avaliações. As amostras serão disponibilizadas aos provadores em pratos de plástico descartável com volume de 50 ml, codificadas com três dígitos

e aleatorizadas. Será utilizado Teste de Aceitação com escala hedônica de 9 pontos. O julgador deve avaliar os atributos sensoriais: aparência, sabor e mastigação.

### **Objetivo da Pesquisa:**

Objetivos:

Geral: Avaliar o potencial de utilização da gelatina extraída de pele de peixe na obtenção de balas de goma comestível.

Objetivos Específicos:

Página 01 de

Extrair gelatina de pele de pescada amarela (*Cynoscion acoupa*); Otimizar o processo de secagem da gelatina; Desenvolver bala de goma, utilizando planejamento de mistura e caracterizar balas de gelatina.

### **Avaliação dos Riscos e Benefícios:**

Riscos:

Segundo as pesquisadoras a bala de goma que será elaborada possui contraindicação para pessoas que não apreciam produtos derivados de pescado, pois serão utilizadas proteínas extraídas de peixe na formulação. O consumidor pode não gostar dos atributos sensoriais sabor, textura e aroma do produto e/ou sentir-se constrangido em preencher o questionário e/ou sentir algum desconforto ao provar a amostra, o que constitui um risco, mesmo que mínimo.

Benefícios:

As pesquisadoras informam que as balas de goma que serão desenvolvidas a partir do projeto apresenta vários benefícios como ser um produto novo elaborado a partir de gelatina de peles de peixe; apresentar características funcionais; oferecer ao consumidor vantagens como textura agradável, fácil corte, gel claro, transparente e com resistência a variação de temperatura quando adicionada em formulações alimentícias e excelente sabor de cupuaçu, que por sua vez, também tem vários benefícios de sua utilização (vitamina C). Outro benefício do produto desenvolvido é que não haverá adição de açúcar refinado (sacarose), este será substituído por xilitol, considerado adoçante natural com poucas calorias. O produto referência também poderá ser consumido por pessoas que por razões socioculturais e religiosas não consomem produtos a base de gelatina de mamíferos. Além de que a utilização da gelatina de peixe no processo de obtenção desse produto diferenciado é uma alternativa de aproveitamento de resíduos possibilitando a agregação de valor à matéria-prima e também é uma forma de contribuir para a redução dos impactos ambientais quando estes resíduos são descartados inadequadamente.

**Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:**

Serão desenvolvidas balas de goma utilizando gelatina de peixe saborizada com cupuaçu, através de planejamento experimental de mistura. As balas serão caracterizadas quanto às propriedades físico-químicas (umidade, resíduo mineral fixo, lipídios, proteínas, carboidratos, cor Instrumental, atividade de água, temperatura de transição vítrea e análises morfológicas) microbiológicas (coliformes a 45°C, Estafilococos e Salmonela) e sensoriais (aparência, sabor e mastigação). Os

Página 02 de

dados serão tratados através do programa Statistica. Espera-se encontrar resultados satisfatórios para promover o aproveitamento de resíduos da indústria da pesca e agregar valor a produto aceito sensorialmente pelos consumidores, além de ser nutritivo. Os dados serão tratados através do programa Statistica. Os pesquisadores informam que esperam encontrar resultados satisfatórios e que possam promover o aproveitamento de resíduos da indústria da pesca e agregar valor a produto nutricionalmente aceito sensorialmente pelos consumidores.

**Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:**

As pesquisadoras apresentaram todos os termos de caráter obrigatórios conforme recomendada pelas normas da Resolução nº 466/12 e suas complementares.

**Recomendações:**

As pesquisadores deverão desenvolver o projeto conforme delineado; Elaborar e apresentar os relatórios (parcial e final) até 60 dias após o seu término (como notificação); Apresentar dados solicitados pelo CEP e/ou pela CONEP a qualquer momento; Manter os dados da pesquisa em arquivo, físico ou digital, sob sua guarda responsabilidade, por um período de 5 (cinco) anos após o término da pesquisa; Justificar fundamentadamente, perante o CEP, qualquer modificação (emenda) ou interrupção do projeto e identificar nas informações básicas tais mudanças.

**Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:**

Diante do exposto somos pela aprovação do protocolo. Este é nosso parecer, SMJ.

Devendo a pesquisadora responsável atender as recomendações constantes neste parecer.

**Considerações Finais a critério do CEP:**

**Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:**

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_P ROJETO_1658804.pdf	11/12/2020 00:27:01		Aceito

Outros	Termodeorientacao_2.pdf	11/12/2020 00:26:35	CLEIDIANE DA SILVA ARAUJO	Aceito
Outros	Carta.pdf	02/12/2020 12:10:03	CLEIDIANE DA SILVA ARAUJO	Aceito
Outros	onusfinanceiro.pdf	02/12/2020 12:09:40	CLEIDIANE DA SILVA ARAUJO	Aceito
Folha de Rosto	FolhadeRosto.pdf	27/11/2020 23:13:37	CLEIDIANE DA SILVA ARAUJO	Aceito

Página 03 de

TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	TCLE_Analise_Sensorial2.pdf	27/11/2020 23:12:56	CLEIDIANE DA SILVA ARAUJO	Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	Termodeconsentimentodainstituicao.pdf	10/11/2020 14:47:08	CLEIDIANE DA SILVA ARAUJO	Aceito
Cronograma	Cronograma.docx	04/11/2020 16:53:03	CLEIDIANE DA SILVA ARAUJO	Aceito
Solicitação Assinada pelo Pesquisador Responsável	Termodecompromissodopesquisador.pdf	04/11/2020 16:52:37	CLEIDIANE DA SILVA ARAUJO	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	PROJETO_Desenvolvimentodebalas.docx	04/11/2020 16:48:22	CLEIDIANE DA SILVA ARAUJO	Aceito

**Situação do Parecer:**

Aprovado

**Necessita Apreciação da CONEP:**

Não

BELEM, 21 de Dezembro de 2020

**Assinado por:**  
**Wallace Raimundo Araujo dos Santos**  
**(Coordenador(a))**



OPEN

# Optimization of fish gelatin drying processes and characterization of its properties

Cleidiane da Silva Araújo<sup>1</sup>, Enrique Pino-Hernández<sup>2,5,6</sup>, Jáira Thayse Souza Batista<sup>1</sup>, Maria Regina Sarkis Peixoto Joele<sup>3</sup>, José de Arimateia Rodrigues do Rego<sup>4</sup> & Lúcia de Fátima Henriques Lourenço<sup>1</sup>

Fish skin is a raw material used for gelatin production. It can satisfy consumers with specific socio-cultural and religious needs. Different technologies have been studied for drying gelatin. Therefore, it is relevant to understand the influence of drying conditions on the final product. This study aims to optimize drying methods such as convection hot air alone and combined with infrared radiation to obtain gelatin from acoupa weakfish skin by using composite central rotational designs 2<sup>2</sup> and 2<sup>3</sup> and response surface methodology. The gelatin obtained from the optimized conditions were characterized based on their physical, chemical, technological, and functional properties. The desirability function results show the convection hot air as the most effective method when conducted at 59.14 °C for 12.35 h. Infrared radiation at 70 °C for 2.0 h and convective drying at 70 °C for 3.5 h were the best condition of the combined process. The gelatins obtained had gel strength of 298.00 and 507.33 g and emulsion activity index of 82.46 and 62.77 m<sup>2</sup>/g in the combined and convective methods, respectively, and protein content above 90%. These results indicate that the processes studied can be used to produce gelatin with suitable technological and functional properties for several applications.

The acoupa weakfish (*Cynoscion acoupa*) is a widely commercialized fish in Brazil, being the fourth most caught species in the last 10 years<sup>1</sup>. However, its processing generates a large amount of waste, such as head, tail, scales, fins, swimming bladder, cartilage, guts, and skin<sup>2,3</sup>. These residues are usually discarded directly into the environment causing contamination problems, despite these residues contain proteins and are rich in essential amino acids<sup>4</sup>. Specifically, the acoupa weakfish skin removed during processing is rich in protein and collagen, which can be used for gelatin extraction, while adding value and reducing the environmental pollution.

Gelatin is a very versatile product with a wide range of industrial applications. It has been widely applied in the food, pharmaceutical, biomedical, cosmetic, and photographic industries<sup>5</sup>. Gelatin is used as raw material in confectionery, meaty products, dairy products, beverages, desserts, biodegradable packaging material, and microencapsulation, besides the production of bioactive peptides<sup>6</sup>. Most commercial gelatins are produced from bovine and porcine skins, however, there is a growing demand on finding alternatives sources due to socio-cultural, religious, and health restrictions of a group of consumers<sup>7</sup>.

In what concerns to gelatin production by using fish skin wastes, this is a promising alternative thanks to its multifunctional properties (foaming, emulsifier, gelling, etc.) when compared to mammalian gelatin<sup>8</sup>. The type of raw material, the pre-treatment, the extraction conditions, and drying methods used, impact on the yield, physical-chemical, functional and technological properties<sup>9</sup>.

After the gelatin extraction, the drying process is fundamental to obtain gelatin with suitable properties. Functional properties are relatively dependent on the spatial structure of protein molecules being their association status is influenced by the drying process, which leads to physicochemical transformations of their proteins because of the heat and mass transfer<sup>10,11</sup>.

The few studies that previously reported the effects of drying methods on gelatin's properties, used vacuum<sup>11</sup>, freeze-drying<sup>12</sup>, and spray drier<sup>13</sup>. These methods are considered costly processes due to their high energy

<sup>1</sup>Graduate Program in Food Science and Technology, Federal University of Pará, Belém, Pará, Brazil. <sup>2</sup>Centre of Biological Engineering, University of Minho, Campus de Gualtar, Braga, Portugal. <sup>3</sup>Federal Institute of Education, Science and Technology of Pará, Campus de Castanhal, Castanhal, Pará, Brazil. <sup>4</sup>Department of Natural Sciences, State University of Pará, Belém, Pará, Brazil. <sup>5</sup>INYCIA Research Group, Sefitrones, 130015 Cartagena, Bolívar, Colombia. <sup>6</sup>email: enriquepinoherandez@gmail.com