



**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM PRODUÇÃO
ANIMAL – UFERSA/UFRN**

**QUANTIFICAÇÃO DO PERCENTUAL DE GLACIAMENTO NO
CAMARÃO BRANCO DO PACÍFICO (*Litopenaeus vannamei*)
CONGELADO – UMA NOVA METODOLOGIA.**

LUCAS DE OLIVEIRA SOARES REBOUÇAS

**MOSSORÓ / RN – BRASIL
Agosto / 2015**

LUCAS DE OLIVEIRA SOARES REBOUÇAS

**QUANTIFICAÇÃO DO PERCENTUAL DE GLACIAMENTO NO
CAMARÃO BRANCO DO PACÍFICO (*Litopenaeus vannamei*)
CONGELADO – UMA NOVA METODOLOGIA.**

Dissertação apresentada à Universidade Federal Rural do Semi-Árido – UFRSA, Campus de Mossoró, como parte das exigências para a obtenção do título de Mestre em Produção Animal.

Orientador: Prof. Dr. Alex Augusto Gonçalves

MOSSORÓ – RN – BRASIL
Agosto / 2015

**Ficha catalográfica preparada pelo setor de classificação e
catalogação da Biblioteca “Orlando Teixeira” da UFERSA**

R292q Rebouças, Lucas de Oliveira Soares.

Quantificação do percentual de glaciamento no camarão branco do pacífico (*Litopenaeus vannamei*) congelado: uma nova metodologia. / Lucas de Oliveira Soares Rebouças. – Mossoró-RN, 2015.

66f. il.

Orientador: Prof. Dr. Alex Augusto Gonçalves

1.Pescado - Qualidade. 2.Camarão branco. 3.Congelamento. 4. Glaciamento. 5. Fraude. I.Título.

CDD: 639.3

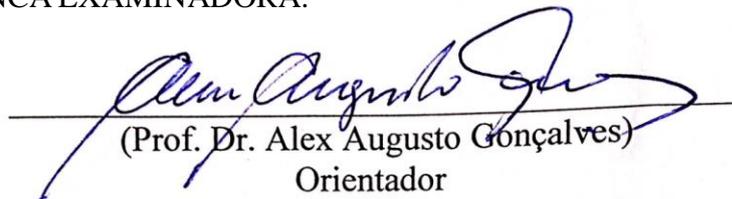
LUCAS DE OLIVEIRA SOARES REBOUÇAS

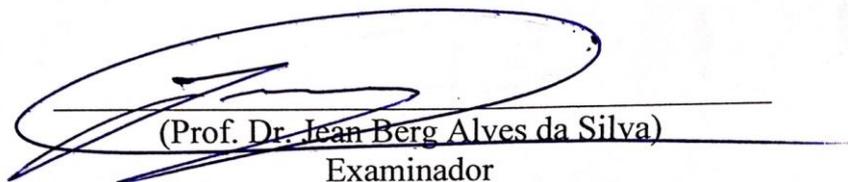
**QUANTIFICAÇÃO DO PERCENTUAL DE GLACIAMENTO NO
CAMARÃO BRANCO DO PACÍFICO (*Litopenaeus vannamei*)
CONGELADO – UMA NOVA METODOLOGIA.**

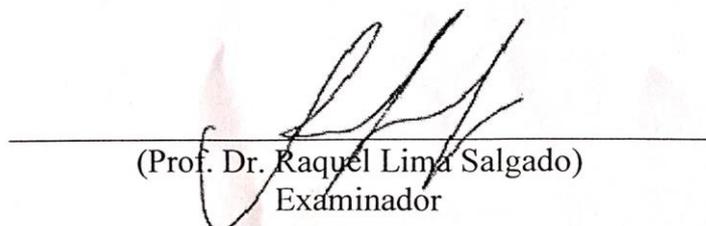
Dissertação apresentada à Universidade Federal Rural do Semi-Árido – UFERSA, Campus de Mossoró, como parte das exigências para a obtenção do título de Mestre em Produção Animal.

APROVADA EM ____/____/____

BANCA EXAMINADORA:


(Prof. Dr. Alex Augusto Gonçalves)
Orientador


(Prof. Dr. Jean Berg Alves da Silva)
Examinador


(Prof. Dr. Raquel Lima Salgado)
Examinador

DADOS CURRICULARES DO AUTOR

Lucas de Oliveira Soares Rebouças – nascido em Mossoró – RN, no dia 14 de março de 1991. Concluiu o Ensino Fundamental em 2004 e o Ensino Médio em 2007 no Colégio Menino Deus. Ingressou, em 2008, no curso de graduação Bacharelado em Engenharia de Pesca na Universidade Federal Rural do Semi-Árido (UFERSA). Logo no segundo semestre iniciou trabalhos na área de Malacologia e Taxonomia de Moluscos, sendo monitor voluntário da disciplina de Malacologia durante dois semestres. Posteriormente iniciou os trabalhos na área da Tecnologia do Pescado, sendo bolsista de Iniciação Científica (PIBIT e PICI) até o final da graduação (2013.2). Durante este período, participou de projetos de levantamento qualitativo da malacofauna da costa oeste potiguar e projetos de desenvolvimentos de novos produtos à base de pescado visando forma de agregar valor. Em 2013 concluiu a graduação e participou da seleção de ingresso no Programa de Pós-Graduação em Produção Animal, sendo aprovado e matriculado no mesmo ano.

DEDICO

A **Deus**, pela força que me faz levantar dia a dia em busca de meus objetivos.

A **minha família**, meu pai Francisco, minha mãe Lúcia, meu irmão Felipe e minha namorada Renata pelo carinho e paciência durante o meu percurso até aqui.

“O sucesso é uma consequência e não um objetivo”.

Gustave Flaubert

AGRADECIMENTOS

Muito obrigado Professor Doutor Alex Augusto Gonçalves, pelos ensinamentos ao longo da graduação e da pós-graduação e pela possibilidade de ser meu orientador no desenvolvimento desta pesquisa. Se evolui durante esses anos você foi responsável por grande parte disto.

À minha família eu dedico essa conquista, obrigado pai, mãe e Felipe pelo apoio que me deram em todos os momentos que eu precisei. Amo vocês.

Meus tios e primos João Neto, Fernanda, Ester e João vocês são minha segunda família.

À minha namorada pelo apoio durante toda a graduação e também na pós-graduação, compartilhando todos os momentos vividos, pela ajuda e sugestões que deu no trabalho e por saber que a qualquer hora eu possa contar com você. Te amo.

Aos meus amigos do LAPESC, Barbara Vasconcelos, Tanyla Cybelly, Lyzandra Lemos e Thyciana Vasconcelos, pela ajuda que me deram no experimento, pelo convívio, vocês transformaram o Laboratório em um ambiente mais divertido. Em especial a Andressa Medeiros pela disponibilidade de sempre, em me ajudar em todas as etapas do meu experimento e pela amizade concedida.

A todos que fazem parte da UFERSA, pela minha formação acadêmica e profissional. Ao Programa de Pós-Graduação em Produção Animal, incluindo todos os professores, funcionários, colegas de turma pela parceria durante todo o curso de Mestrado.

Ao técnico do LAPESC Odonil, pela ajuda, pela descontração, pela amizade que me foi concedida.

A CAPES pela bolsa concedida durante 18 meses da minha pós-graduação.

Obrigado DEUS, pela sabedoria concedida, trilhando meu caminho, muito obrigado Senhor.

QUANTIFICAÇÃO DO PERCENTUAL DE GLACIAMENTO NO CAMARÃO BRANCO DO PACÍFICO (*Litopenaeus vannamei*) CONGELADO – UMA NOVA METODOLOGIA.

REBOUÇAS, Lucas de Oliveira Soares. **Quantificação do percentual de glaciamento no camarão branco do pacífico (*Litopenaeus vannamei*) congelado – uma nova metodologia.** 2015. 66f. Dissertação (Mestrado em Produção Animal) – Universidade Federal Rural do Semi-Árido (UFERSA), Mossoró-RN, 2015.

RESUMO: Devido à alta perecibilidade do pescado, uma das principais preocupações da indústria é aperfeiçoar as tecnologias de conservação, alcançando um produto final de boa qualidade. Dentre os vários métodos utilizados se destaca o glaciamento após o congelamento, que proporciona maior estabilidade e vida de prateleira ao produto. Em contrapartida alguns abusos têm sido relatados no tocante ao excesso de água nos produtos glaciados, caracterizando-se como fraude econômica. Nesse contexto, o objetivo do presente estudo foi avaliar a eficiência dos métodos oficiais para quantificação do percentual de glaciamento em amostras de camarão branco do pacífico (*Litopenaeus vannamei*) congelado, com base nos resultados obtidos sugerir uma nova metodologia simples e mais eficiente. Amostras de camarão descascado foram submetidas a processo de glaciamento (15%, 30%, 40%, 50%, e 60%). O percentual de glaciamento foi quantificado com base nas metodologias do INMETRO, MAPA, CODEX, AOAC/NIST e através da proposta sugerida no trabalho. As metodologias oficiais foram ineficientes na quantificação do percentual de glaciamento, principalmente no que tange às amostras contendo altos percentuais de glaciamento. Os resultados da metodologia proposta se aproximaram mais aos valores do percentual de glaciamento das amostras de camarão congelado, confirmando que a metodologia pode ser uma alternativa a ser utilizada pelos órgãos fiscalizadores, após estudo colaborativo de validação da metodologia.

Palavras-chave: pescado, qualidade, congelamento, glaciamento, fraude

MEASUREMENT OF GLAZING PERCENTAGE IN FROZEN PACIFIC WHITE SHRIMP (*Litopenaeus vannamei*) - A NEW METHODOLOGY.

REBOUÇAS, Lucas de Oliveira Soares. **Measurement of glazing percentage in frozen pacific white shrimp (*Litopenaeus vannamei*) - a new methododology.** 2015. 66f. Dissertation (MSc in Animal Production) – University Federal Rural of Semi-Arid (UFERSA), Mossoró-RN, 2015.

ABSTRACT: Due to the high perishability of seafood, one of the main industry concerns is to improve conservation technologies, reaching a final product of good quality. Among the various methods used, it highlights the glazing process after freezing, which provides greater stability and shelf life for the product. On the other hand, some abuses have been reported regarding the water excess in glazed products, characterized as economic fraud. In this context, the aim of this study was to evaluate the effectiveness of official methods to quantify the glazing percentage in frozen white Pacific shrimp (*Litopenaeus vannamei*) samples, with different glazing percentages. Based on the obtained results a suggestion of a new simpler and more efficient methodology is a goal. Samples of peeled shrimp were subjected to glazing process (15%, 30%, 40%, 50% and 60%). The glazing percentage was quantified based on methodologies of INMETRO, MAPA, CODEX, AOAC/NIST and through the proposal suggested in this work. The official methods were inefficient in quantifying the glazing percentage, especially with regard to samples containing high glazing percentages. The methodology proposed results were closer to the values of the glazing percentage of frozen shrimp samples, confirming that the methodology can be an alternative to be used by the inspectors, after collaborative study validation of the methodology.

Key-words: seafood, quality, freezing, glazing, fraud

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- ABCC** – Associação Brasileira dos Criadores de Camarão
- AOAC** - The Association of Official Analytical Chemists
- FAO/UN** – Food and Agriculture Organization of United Nations
- INMETRO** – Instituto Nacional de Metrologia e Qualidade Industrial
- LAPESC** – Laboratório de Tecnologia e Controle de Qualidade do Pescado
- MAPA** – Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento
- NIST** - National Institute of Standards and Technology
- PB** - Peso Bruto
- PE** - Peso da Embalagem
- PEF** - Peso Efetivo
- Pg** - Peso de Gelo
- PGAR** - Quantidade Relativa de Gelo na Amostra
- pH** – Potencial de hidrogênio
- PPD** - Peso do Produto Desglaciado
- PPDM** - Peso Médio Absoluto do Produto Desglaciado
- PPg** - Peso do Produto Glaciado
- PPgM** - Peso Médio Absoluto do Produto Glaciado
- t** – Tonelada
- UFERSA** – Universidade Federal Rural do Semi-Árido

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Metodologias avaliadas e percentual de glaciamento.	31
Tabela 2 - Procedimentos realizados para atingir os percentuais de glaciamento.	32
Tabela 3 – Análise comparativa entre as metodologias nacionais e internacionais utilizadas na quantificação do percentual de glaciamento praticado em camarão.....	34
Tabela 4 - Propostas sugeridas para determinação do percentual de glaciamento.....	38

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - <i>Litopenaeus vannamei</i>	19
Figura 2 - Produção de camarão no Brasil 1998-2010.....	20
Figura 3 - Produção da carcinicultura marinha por unidade de federação.....	21
Figura 4 - Camada de Glaciamento em filé de peixe e em camarão.	26
Figura 5 - Percentual de Glaciamento vs Tempo de Imersão.....	26
Figura 6 - Fluxograma das etapas desenvolvidas no projeto.	31
Figura 7 - A) Ultrafreezer com temperatura ajustada para -30°C; B) Camarões dispostos individualmente em bandeja para congelamento; C) Pesagem do camarão congelado em amostras de 100g; D) Imersão do camarão congelado em água gelada (0±1°C); E) Amostra de camarão glaciado embalada a vácuo.....	33
Figura 8 - (A) Termostato utilizado para manutenção da temperatura; (B) Temperatura do banho no momento da análise (20°C±1°C); (C) Camarão acomodado na peneira submergido para remoção do glaciamento.	35
Figura 9 - (A) Peneira de malha 2,4mm com ângulo de inclinação entre 15° e 17°; (B) Camarões desglaciados dispostos sobre a peneira para escoamento da água; (C) Pesagem do camarão desglaciado.....	36
Figura 10 - (A) Peneira e borrifador manual utilizados para a análise do % glazing; (B) Aplicação de spray de água fria nos camarões para o desglaciamento.....	37
Figura 11 - (A) Recipiente de 30 litros com renovação constante de água de 25 litros por segundo; (B) Camarões imersos em água com temperatura ambiente..	38
Figura 12 - % glaciamento vs tempo de imersão.....	40
Figura 13 - Acurácia da metodologia do INMETRO sobre os percentuais de glaciamento do camarão.	41
Figura 14 - Acurácia da metodologia do MAPA sobre os percentuais de glaciamento do camarão.	43
Figura 15 - Acurácia da metodologia do AOAC/NIST sobre os percentuais de glaciamento do camarão.	44
Figura 16 - Acurácia da metodologia do CODEX sobre os percentuais de glaciamento do camarão.	45
Figura 17 - Acurácia da metodologia PROPOSTA 1 sobre os percentuais de glaciamento do camarão.	46

Figura 18 - Acurácia da metodologia PROPOSTA 2 sobre os percentuais de glaciamento do camarão.	47
Figura 19 - Regressões lineares entre o % glazing das amostras e o % quantificado em cada método e suas respectivas equações com valor do R ²	48
Figura 20 - Comparação da acurácia das metodologias em camarão com 15% de glaciamento.	49
Figura 21 - Comparação da acurácia das metodologias em camarão com 30% de glaciamento	50
Figura 22 - Comparação da acurácia das metodologias em camarão com 40% de glaciamento.	50
Figura 23 - Comparação da acurácia das metodologias em camarão com 50% de glaciamento.	51
Figura 24 - Comparação da acurácia das metodologias em camarão com 60% de glaciamento.	52
Figura 25 - Comparação das metodologias utilizadas na quantificação de glaciamento em camarão.	53

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	17
2. REFERENCIAL TEÓRICO	19
2.1 CARCINICULTURA NO MUNDO E NO BRASIL	19
2.2 A DETERIORAÇÃO DO PESCADO	21
2.3 MÉTODOS DE CONSERVAÇÃO DO PESCADO PELO FRIO.....	22
2.3.1 Congelamento	23
2.3.2 Glaciamento	25
2.4 FRAUDES NO PESCADO	27
2.5 QUANTIFICAÇÃO DO PERCENTUAL DE GLACIAMENTO	28
3. OBJETIVOS	30
3.1 OBJETIVO GERAL	30
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	30
4. MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL.....	31
4.2 MATÉRIA-PRIMA	32
4.3 PROCESSO DE GLACIAMENTO.....	32
4.4 ANÁLISES DO PERCENTUAL DE GLACIAMENTO	34
4.4.1 INMETRO.....	34
4.4.2 MAPA	36
4.4.3 AOAC/NIST.....	36
4.4.4 CODEX.....	37
4.4.5 Metodologias Propostas	38
4.5 ANÁLISES ESTATÍSTICAS	39
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	40
5.1 PROCESSO DE GLACIAMENTO.....	40
5.2 ANÁLISE DO PERCENTUAL DE GLACIAMENTO	41

5.2.1 INMETRO.....	41
5.2.2 MAPA	42
5.2.3 AOAC/NIST.....	43
5.2.4 CODEX.....	44
5.2.5 Metodologias propostas	46
5.3 COMPARAÇÃO DAS METODOLOGIAS	48
6. CONCLUSÕES	54
7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	55
8. ANEXOS	60

1. INTRODUÇÃO

O pescado é uma das principais fontes de proteína na alimentação humana, sendo reconhecido como um alimento de alto valor nutricional. Todavia, é também um dos alimentos mais suscetíveis à deterioração devido à alta atividade de água, teor de gorduras insaturadas facilmente oxidáveis e, principalmente, um pH próximo à neutralidade (GONÇALVES, 2011).

Dentre as espécies de pescado, o camarão é bastante apreciado pelos consumidores devido as suas características sensoriais. Em função de alguns aspectos de sua composição, como elevada umidade (entre 70% a 85%), é altamente perecível tendo uma vida de prateleira curta. Sendo necessário uso de diversas tecnologias de conservação (TSIRONI et al., 2009).

O melhoramento das tecnologias de conservação de alimentos perecíveis vem sendo uma das principais preocupações na indústria de pescado, que buscam um produto final com boa qualidade. Entre os processos utilizados, os mais importantes são os que se baseiam na ação de baixas temperaturas, como por exemplo o congelamento, preservando as características físico-químicas, sensoriais e microbiológicas (GONÇALVES & GINDRI JUNIOR, 2009).

Estes métodos de preservação que utilizam baixas temperaturas são eficientes, porém, deve ser enfatizado que estes métodos não melhoram a qualidade do produto. A qualidade final do pescado depende do estado em que o mesmo se encontra no momento do congelamento, armazenamento e distribuição. Produtos congelados podem ter vida de prateleira superior a um ano, se manuseados de forma adequada (GONÇALVES & GINDRI JUNIOR, 2009; MANSO et al. 2013; MAIA & PEREIRA, 2011).

No entanto, mesmo congelado, o camarão continua sendo um produto sensível, através de processos de perda de qualidade durante o armazenamento, como a perda de peso por desidratação (perda de água por sublimação). Com a finalidade de reduzir estes problemas as indústrias de processamento utilizam diversos procedimentos tecnológicos, dentre eles, o glaciamento ou “*glazing*”, um método amplamente difundido e consiste em envolver o pescado com uma fina camada de gelo, protegendo o produto da ação do oxigênio e evaporação da umidade (GONÇALVES, 2005; VANHAECKE et al., 2010).

Portanto, o glaciamento é um processo tecnológico necessário para assegurar a perda de umidade por sublimação durante o armazenamento, se tornando um importante fator econômico e de qualidade da indústria de pescado. A quantidade de gelo que será adicionada ao produto dependerá de diversos fatores, como tamanho, formato e espessura do produto, temperatura do

produto, temperatura da água de glaciamento, e o tempo de glaciamento (GONÇALVES, 2005; GONÇALVES & GINDRI JUNIOR, 2009; TSIRONI et al., 2009; VANHAECKE et al., 2010; MANSO et al., 2013).

O Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA) através de Ofício Circular GA/DIPOA n°26/2010 (BRASIL, 2010a) estabelece o limite máximo para glaciamento de pescado congelado em 20%, porém alguns abusos têm sido relatados, chegando a atingir 45% (JACOBSEN & FOSSAN, 2001). Isto reflete um cenário novo e atual de fraude econômica, onde a indústria adiciona mais água que o necessário, sem declará-la, o que beneficia a empresa em detrimento do consumidor (TAVARES et al., 2006).

As metodologias existentes que quantificam o percentual glaciamento no pescado não descrevem os procedimentos em detalhes, podendo induzir ao erro na quantificação, muitas vezes evitáveis. Alguns autores vêm relatando algumas dificuldades e pontos críticos encontrados na aplicação das metodologias para a quantificação do percentual de glaciamento (DOBSON et al., 1998; JACOBSEN & FOSSAN, 2001).

Diante do exposto, estudos sobre a padronização dos métodos existentes e sua validação, serão de extrema importância para que possam servir efetivamente como ferramenta para os órgãos responsáveis por inspecionar os produtos.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 CARCINICULTURA NO MUNDO E NO BRASIL

O cultivo do camarão, também conhecido como carcinicultura, teve origem no sudeste asiático no século XV, porém somente a partir de 1930, com os domínios das técnicas de criação essa atividade passou a ter cunho produtivo de caráter comercial (QUEIROZ et al., 2013). No Brasil, a carcinicultura teve início na década de 1970, e a produção teve aumento significativo devido ao crescimento econômico, populacional e da demanda do consumidor por um alimento mais nutritivo e saudável (SEBRAE, 2008).

O camarão pertencente a ordem Decápode, pode ser marinho ou de água doce e obtido através da pesca extrativa (captura) ou de cultivo (carcinicultura). As primeiras experiências de cultivo foram com a espécie *Peneaus japonicus*, porém a falta de adaptação da espécie as condições climáticas brasileiras resultaram em um baixo desempenho zootécnico e conseqüentemente o abandono da atividade (ARAÚJO, 2003). Na década de 90 houveram cultivos testes com uma espécie de camarão exótico, o *Litopenaeus vannamei* (Figura 1), com o domínio do ciclo de vida, larvicultura e manejo reprodutivos desta espécie, a atividade observou um aumento significativo na produção (QUEIROZ et al., 2013).



Figura 1 - *Litopenaeus vannamei*. Fonte: Arquivo pessoal.

O *L. vannamei*, é conhecido popularmente como camarão branco do pacífico ou camarão cinza, essa é uma espécie bastante rústica, que apresenta fácil adaptabilidade as condições de cultivo, possui uma taxa de crescimento elevada e tolera uma ampla faixa de salinidade (COSTA & SAMPAIO, 2004).

De 1999 a 2003, a carcinicultura brasileira cresceu em ritmo acelerado, apresentando taxas superiores a 60% ao ano. Em 2003, a produção atingiu a marca de 58.455 toneladas de camarão marinho. No ano de 2004, a Associação Brasileira dos Criadores de Camarão (ABCC) previu a continuidade do crescimento da carcinicultura, prevendo 30.000 há de áreas de cultivos até o ano de 2007. No entanto, com a criação da Lei *Antidumping*, a baixa do valor do dólar e a propagação de doenças como a causada pelo vírus da Mionecrose Infecciosa (IMNV) a atividade começou a cair em declínio acentuado (Figura 2). No estado do Ceará, um dos maiores produtores, a queda nas exportações chegou a atingir 65%. Em 2010 diante das dificuldades, o setor declarou que praticamente toda produção seria destinada ao mercado interno, ocasionando um aumento na procura do produto internamente (ROCHA et al., 2013; ROCHA, 2013; QUEIROZ et al., 2013).

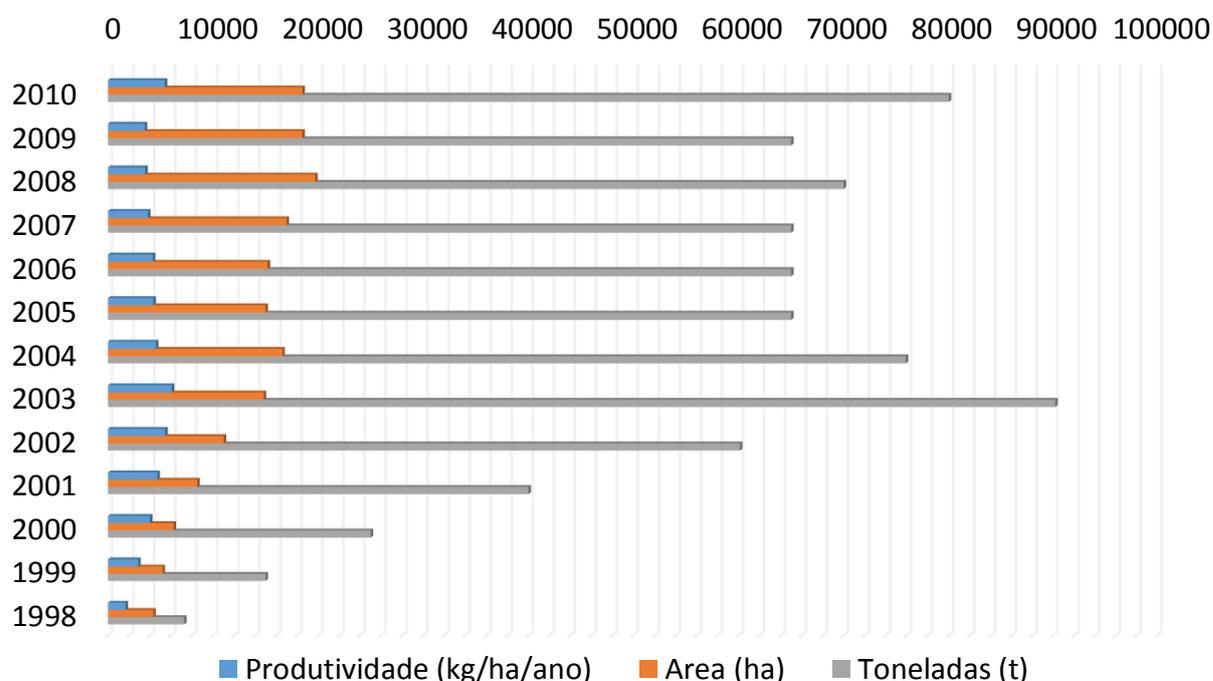


Figura 2 - Produção de camarão no Brasil 1998-2010. Adaptado de Queiroz et al. (2013).

A carcinicultura marinha no Brasil apresenta uma grande importância, ela foi responsável por 78% da aquicultura marinha no ano de 2011 (BRASIL, 2012). Indiscutivelmente, o Nordeste ainda é o maior polo produtor de camarões do Brasil, chegando a ser responsável por 99,3% da produção total (Figura 3). Dentre os estados desta região, o Rio Grande do Norte e o Ceará se destacam e, entre os anos de 2008 e 2010, ambos contribuíram para que o camarão representasse naquele período cerca de 80% do total produzido na aquicultura marinha em todo o país (ROCHA, et al., 2013).

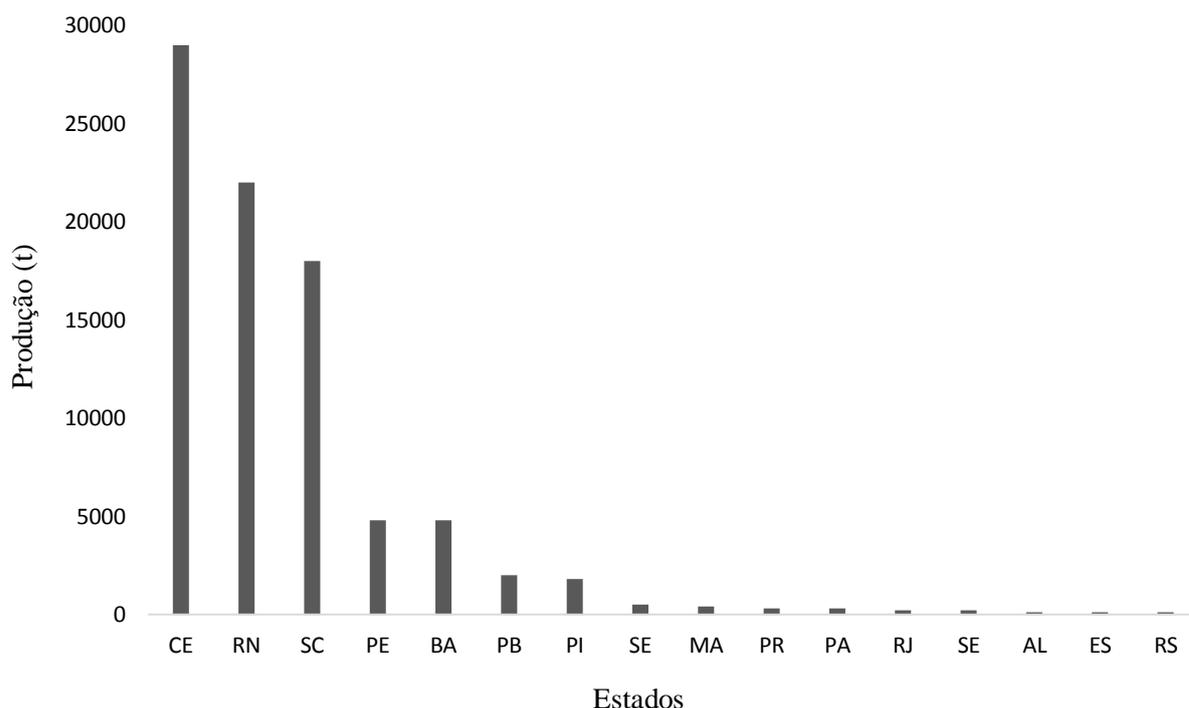


Figura 3 - Produção da carcinicultura marinha por unidade de federação. Adaptado de Brasil (2011).

Com o crescimento da população, a busca por proteína de qualidade e a demasiada exploração dos estoques naturais, a atividade da carcinicultura têm seus números cada vez mais elevados. Porém, a facilidade de deterioração do pescado, ainda é um entrave para as indústrias de processamento (QUEIROZ et al., 2013; TAVARES & GONÇALVES, 2011; VANHAECKE et al., 2010).

2.2 A DETERIORAÇÃO DO PESCADO

Dentre os produtos de origem animal, o pescado é o mais susceptível ao processo de deterioração. Isso se deve à associação de fatores intrínsecos (elevada atividade de água dos tecidos, o teor elevado de nutrientes que podem facilmente ser utilizados pelos micro-organismos, a rápida ação destrutiva das enzimas naturais presentes nos tecidos, a alta taxa de atividade metabólica da microbiota, a grande quantidade de lipídeos insaturados e pH próximos à neutralidade), e fatores extrínsecos (métodos de captura, de abate e armazenamento). (TAVARES & GONÇALVES, 2011).

A maneira como o pescado é manipulado desde a captura até chegar ao consumidor ou a indústria transformadora é fundamental na velocidade das alterações, enzimáticas, oxidativas e

microbiológicas. A rapidez com que se desenvolvem cada uma dessas alterações depende de como foram aplicados os princípios básicos da conservação, assim como a espécie e os métodos de captura (SOARES & GONÇALVES, 2012; LIN & LIN, 2005).

A deterioração do pescado se processa de acordo com as sucessões das etapas de *rigor mortis*, autólise e deterioração microbiana, sendo que a autólise acontece pela ação das enzimas endógenas, enquanto que a deterioração propriamente dita é resultante da ação de bactérias (OCAÑO-HIGUEIRA et al., 2009). Na medida em que essas etapas avançam vão se formando compostos indesejáveis para qualidade do pescado e conseqüentemente acontece a diminuição da vida de prateleira. Essa perda na qualidade deve-se a degradação do Trifosfato de Adenosina (ATP) e proteínas, queda do pH, oxidação lipídica, produção de composto nitrogenados voláteis e trimetilamina (TAVARES & GONÇALVES, 2011).

Diante disto o imediato resfriamento, a manutenção da cadeia do frio e do grau de limpeza em todas as etapas do processamento é de fundamental importância na qualidade final do pescado (LI et al., 2011).

2.3 MÉTODOS DE CONSERVAÇÃO DO PESCADO PELO FRIO

Devido à alta perecibilidade do pescado, métodos alternativos de conservação são muito importantes. Encontram-se assim pescado salgados, defumados, congelados e enlatados. O tipo de conservação utilizada irá definir o tempo de vida-de-prateleira ou de conservação do produto. Entretanto, essa conservação deve ser tal que o alimento conserve ao máximo suas qualidades sensoriais e nutritivas, como também sua segurança de consumo (GONÇALVES, 2011).

O problema da conservação de alimentos é um fator que remonta aos tempos pré-históricos. No dos produtos pesqueiros, cuja perecibilidade se apresenta como um processo natural e que tem início tão logo o peixe é capturado e morto, o problema assume proporções que exigem uma pronta intervenção do homem. Mesmo sem um completo domínio das causas da decomposição, desde cedo o homem aprendeu a utilizar o frio natural como um elemento capaz de preservar e conservar os alimentos (MAIA & PEREIRA, 2011).

2.3.1 Congelamento

Pela sua vida de prateleira curta, o pescado fresco, tradicionalmente, sempre foi mais consumido nas proximidades dos centros produtores, sendo comercializado localmente, principalmente para consumo imediato. Para sanar este problema, foram aperfeiçoadas as tecnologias que buscam o aumento da vida de prateleira, dentre estas, o congelamento (VANHAECKE et al., 2010).

O Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade para Camarão Congelado (BRASIL, 2010c), sob o artigo 3 e parágrafo 1º, define camarão congelado como: “*Produto cru ou cozido, obtido de matéria-prima fresca ou congelada tendo sido submetido ao congelamento na sua preparação final*”. No mesmo artigo no 2º parágrafo é dado o conceito de congelamento como sendo um processo realizado em equipamento que propicie a passagem da zona de temperatura máxima de formação de cristais de gelo de $-0,5^{\circ}\text{C}$ (cinco décimos de grau Celsius negativos) a -5°C (cinco graus Celsius negativos) em tempo inferior a 2 (duas) horas. Ainda diz que o processo de congelamento não é considerado completo enquanto o produto não alcançar uma temperatura de -18°C (dezoito graus Celsius negativos), ou inferior, no seu centro térmico, após estabilizada a temperatura (BRASIL, 2010c).

Durante o congelamento, o calor de um alimento é removido, para diminuir sua temperatura, até o ponto de congelamento. Esse calor, conhecido como carga calorífica do alimento, é determinante para a escolha correta de um equipamento de refrigeração e congelamento. O ponto de congelamento de alimentos é mais baixo que a água pura, variando entre 0°C e -4°C . No caso do pescado, por exemplo, o conteúdo de água varia de 65% a 81% e seu ponto de congelamento é $-0,5^{\circ}\text{C}$ (GONÇALVES, 2011).

A velocidade do congelamento exerce influência direta sobre a qualidade final do produto. Industrialmente o tempo ideal para o congelamento rápido é no máximo duas horas, nesta faixa de temperatura, forma-se o maior número de cristais de gelo, assim, passando-se rapidamente esta fase, evita-se danos físicos às células pela formação de grandes cristais de gelo, o que acarretaria na perda de qualidade (GONÇALES, 2011). Também deve ser evitado oscilações na temperatura durante o processo de congelamento, uma vez que estas podem causar recristalizações, as quais geram danos as células (GRUDA & POSTOLSKI, 1998). O pescado congelado lentamente não se distingue visualmente do pescado congelado rapidamente. No descongelamento, entretanto, há uma perda de fluído intracelular (ou fluído de exsudação), que pode representar até 10 % do pescado congelado. No congelamento lento, ou doméstico, a

grosso modo, há formação de grandes cristais de gelo que rompem a estrutura celular, afetando a textura final do produto após seu descongelamento (MAIA & PEREIRA, 2011).

O congelamento é um dos métodos mais eficientes disponível para conservação por longo período e, se manejado de forma correta, retém o *flavor*, a cor e o valor nutritivo do alimento. No pescado, em especial no camarão, o problema está na deterioração oxidativa, desidratação, enrijecimento e a exsudação (*drip loss*). Ainda é aconselhável realizar o congelamento no pré-rigor ou após o *rigor mortis*, para evitar problemas de enrijecimento de carne (DELGADO & SUN, 2001; HOSSAIN et al., 2004; GONÇALVES, 2005).

Dentre os problemas mais comuns encontram-se os danos à superfície, que podem resultar em queimadura pelo frio e perda de peso, perda de qualidade por oxidação ou rancificação, perda de coloração, entre outros (VANHAECKE et al., 2010).

Os danos à superfície estão associados à dessecação nas camadas externas do pescado. Quando a pressão parcial de vapor na superfície do alimento é mais alta do que o ar da câmara de congelamento, há favorecimento da sublimação da umidade do alimento, isso ocorre principalmente quando há forte circulação de ar na câmara e baixa umidade. Assim os tecidos superficiais ficam dessecados, porosos e há alteração da coloração devido à oxidação. Esse fenômeno é conhecido como *freeze-burn*, conferindo um odor estranho ao produto, além de tornar a carne dura quando é descongelada (OGAWA & MAIA, 1999; MAIA & PEREIRA, 2011).

A oxidação rápida dos lipídeos no pescado é outro problema frequentemente encontrado, ocorrendo devido à abundância de ácidos graxos poli-insaturados presentes em sua carne. No pescado com conteúdo de gordura superior a 2-3%, os produtos resultantes da oxidação (aldeídos e cetonas) reduzem sensivelmente as qualidades sensoriais. Pescado com baixo conteúdo lipídico, normalmente não rancifica, porém há processos relacionados à oxidação que provocam sabores anormais, denominados *cold store flavor* (sabor de armazenamento a frio) que lembram aroma de pescado seco (ORDONEZ PEREDA et al., 2005).

Para minimizar estes problemas e prolongar a capacidade de conservação do pescado congelado, é bastante utilizada na indústria de pescado, a cobertura de toda a superfície do produto com uma fina camada de gelo. Este processo, realizado após o congelamento é denominado de glaciamento ou *glazing* (JACOBSEN & FOSSAN, 2001; ORDONEZ PEREDA et al., 2005; GONÇALVES & GINDRI JUNIOR, 2009; VANHAECKE et al., 2010).

2.3.2 Glaciamento

Quando os alimentos congelados são estocados sem nenhuma proteção (embalagens), pode acontecer perda de peso devido à sublimação do gelo superficial, acarretando assim problemas decorrentes da dessecação como desnaturação das proteínas, porosidade, perda de textura, perda de peso, palatabilidade e aparência (JACOBSEN & FOSSAN, 2001; GONÇALVES, 2005).

Glazing ou glaciamento consiste em uma cobertura do produto com uma fina camada de gelo que evita o contato direto da matéria-prima com o ar. Esta espécie de “barreira” protetora representa uma proteção efetiva e econômica durante o processo de congelamento e armazenamento dos produtos pesqueiros (GONÇALVES, 2011; LIN & LIN, 2005).

O procedimento de glaciamento é simples, de baixo custo, assegura certa proteção ao produto após a revenda e ainda melhora sua aparência, sendo assim aceito mundialmente pelos produtores como necessário para a manutenção de qualidade do pescado congelado (JACOBSEN & FOSSAN, 2001; GONÇALVES & GINDRI JUNIOR, 2009).

Existem duas técnicas de glaciamento, uma é a partir de um sistema de nebulização, na qual gotículas de água são pulverizadas sobre o peixe, criando-se uma camada de gelo extra que servirá de proteção para o produto. Outra técnica utilizada para o glaciamento é através da imersão do produto já congelado em água refrigerada (0-1°C) para que se forme uma película protetora de gelo aderida à superfície do pescado (Figura 4) (VANHAECKE et. al, 2010). Para ambos os métodos, a água utilizada deve ser potável, sendo permitido o uso de água do mar, desde que com os mesmos padrões microbiológicos exigidos para água potável de consumo humano (SEAFISH, 2008).

O método de glaciamento por imersão possui a vantagem de ser simples e oferecer baixo custo, no entanto, pode acarretar uma cobertura de gelo desuniforme, a qual compromete o objetivo de proteção. Contudo, para o método de aspersão, embora possua maior custo, é um processo que oferece maior controle de espessura e distribuição do gelo (BOLSSON, 2012).

A aplicação do *glazing* pode ser de difícil controle, e se for administrado de forma descontrolada, a espessura não será uniforme e a proteção oferecida poderá ser comprometida. (GONÇALVES, 2011). Os principais fatores que influenciam o processo são: tempo de glaciamento, temperatura do produto, temperatura da água, o tamanho e a forma do produto. Quanto menor o tamanho do produto, maior a quantidade e gelo incorporado, e quanto mais

longo de tempo de imersão também (GONÇALVES & GINDRI JUNIOR, 2009; JACOBSEN & FOSSAN, 2001; VANHAECKE et al., 2010).



Figura 4 - Camada de Glaciamento em filé de peixe e em camarão (Cortesia de Gonçalves, A.A.).

Para aumentar a proteção oferecida pelo processo de glaciamento, também podem ser adicionados diversos aditivos à solução onde o pescado será imerso como sais, ácidos, espessantes, antioxidantes (LIN & LIN, 2005; GONÇALVES et. al, 2008).

Gonçalves & Gindri Júnior (2009), em estudos sobre a relação da quantidade de glaciamento com o tempo de estocagem do camarão sete barbas (*Xiphopenaeus kroyeri*), observaram que quanto menor a temperatura do produto no momento do glaciamento maior a incorporação de água (na forma de gelo) sobre o mesmo, da mesma forma com o tempo de imersão, foi observada uma maior incorporação quando o produto ficou imerso por 20s (Figura 5).

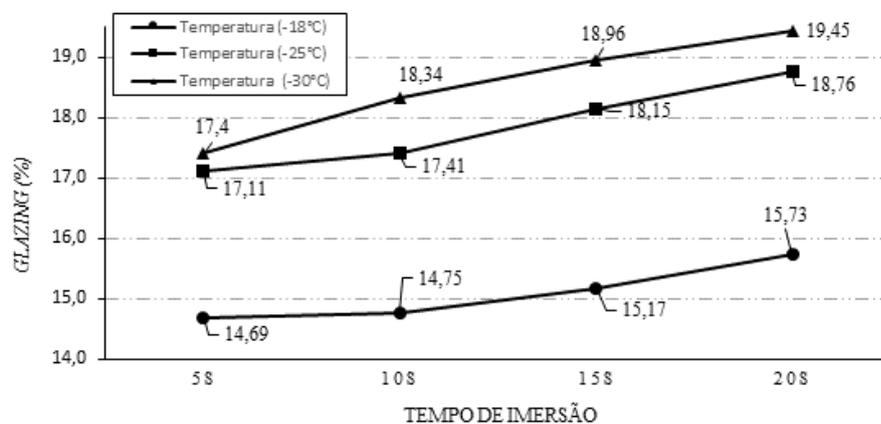


Figura 5 - Percentual de Glaciamento vs Tempo de Imersão. Adaptado de Gonçalves & Gindri Júnior (2009).

O percentual de glaciamento considerado adequado é de 8 a 12% do peso bruto (g) do produto, porém, já existem relatos com valores mais elevados, chegando a 45% (JACOBSEN & FOSSAN, 2001; VANHAECKE et al., 2010).

2.4 FRAUDES NO PESCADO

Segundo Riedel (1992), fraude é tudo aquilo que se desvia das características normais, incluindo peso e preço de determinado alimento. No entanto, o termo “características normais” é um tanto vago e discutível do ponto de vista comercial e industrial. Muitos produtos já entraram no dia-a-dia com características de cor, sabor e textura diferente daquela que se deveria esperar de um produto isento de qualquer artifício técnico. Dessa forma, considera-se fraude os artifícios usados sem o consentimento oficial, resultado da desnaturação de um produto, visando lucro ilícito e que não fazem parte de uma prática universalmente aceita.

As fraudes de alimentos e de produtos alimentícios, praticadas em várias modalidades, desde a mais grosseira por sua imediata percepção, à mais difícil de ser identificada, se enquadram por suas particularidades, em diferentes tipos: a) Fraudes por alteração, onde ocorre modificações em seus caracteres organolépticos, estado sanitário e as vezes nutritivo; b) Fraudes por adulteração, onde o alimento é privado de forma parcial ou total de seus elementos úteis ou característicos, substituídos por produtos inertes, que tenha sido adicionados de aditivos não autorizados ou submetidos a tratamento de qualquer natureza, para dissimular ou ocultar alterações; c) Fraudes por falsificação, é o que tenha a aparência e caracteres gerais de um produto legítimo, protegido ou não por marca registrada e se denomina como este, sem sê-lo; d) Fraudes por sofisticação, é uma variante da falsificação onde ocorre maior dose de argúcia e de audácia (EVANGELISTA, 2005).

Quase todos os alimentos possuem uma Norma Técnica Especial para Alimentos (NTA), onde constam as especificações padrão que devem ser seguidas e respeitadas. Sendo assim, qualquer alimento que apresente características fora das especificações legais é considerado fraudado (KOLICHESKI, 1994).

A fraude mais comum relacionada ao pescado é a incorporação excessiva de gelo em produtos congelados. Com o intuito de lucrar de forma ilícita, muitos fabricantes aumentam o peso do pescado incorporando água ao produto, com quantidades superiores ao limite traçado pela legislação. A fraude no processo de congelamento faz com que haja uma perda líquida no

descongelamento maior que a esperada (INSTITUTO BRASILEIRO DE DEFESA DO CONSUMIDOR, 2005; RIBEIRO & MARCELO, 2013).

As normas do *Codex Alimentarius* no que se diz respeito a pescado congelado e legislações metrológicas nacionais definem que o peso líquido dos produtos não deverá incluir o peso da embalagem e nem do glaciamento, quando houver (CODEX, 1995, BRASIL, 2010). De acordo com a Nota Técnica nº 19/2009 do Departamento de Proteção e Defesa do Consumidor do Ministério da Justiça, a qual se refere à comercialização de pescado congelado (BRASIL, 2009), para obtenção do peso líquido a ser declarado na rotulagem, deve ser determinado previamente o quantitativo (percentual) de água que formou a película protetora sobre a superfície do pescado, descontando-se o mesmo do peso do produto congelado glaciado. Este procedimento visa evitar que seja incorporado o peso do gelo ao peso líquido dos produtos, devendo ser utilizado pelos programas de controle de estabelecimentos industriais vinculados ao Sistema de Inspeção. Além disso, o MAPA estabelece a quantidade máxima de gelo permitida no glaciamento de 20% (BRASIL, 2010).

Bolsson (2012), em estudo realizado com duas marcas comerciais de pescado adquiridas em supermercados da cidade de Porto Alegre (RS), constatou fraude por excesso de gelo em camarões crus descascados e congelados – 83,33% das amostras foram reprovadas na declaração real do peso líquido, apresentando peso efetivo abaixo do declarado no rótulo, e 50% das amostras apresentavam percentual de gelo no glaciamento superior ao permitido na legislação.

2.5 QUANTIFICAÇÃO DO PERCENTUAL DE GLACIAMENTO

A quantificação do percentual de glaciamento nos produtos à base de pescado é de suma importância tanto no ponto de vista tecnológico quanto no ponto de vista econômico. No tecnológico, a quantidade de gelo adicionada influencia na qualidade final do produto, quando a incorporação da camada do gelo é menor que 6%, o glaciamento não irá cumprir sua função de proteção adequadamente, resultando em um produto de baixa qualidade (VANHAECKE et al, 2010). Por outro lado, quando é feito o uso abusivo do gelo, é gerado conflito nas relações de consumo no momento em que o consumidor se sente enganado ao comprar gelo ao preço de pescado (GONÇALVES & GINDRI JUNIOR, 2009).

Atualmente existem 5 metodologias oficiais para quantificação do glaciamento em pescado congelado, são elas: Portaria n° 38 de 11 de fevereiro de 2010 do Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial – INMETRO (BRASIL, 2010b), Instrução Normativa n°25 de 02 de junho de 2011 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento – MAPA (BRASIL, 2011), Normas para filé congelado, para camarões congelados e para blocos de pescado congelado do Codex Alimentarius – STAN 92/1995 (CODEX, 1995), *Handbook 133, Checking the net contents of Packaged Goods* do *National Institute of Standards and Technology* – NIST (NIST, 2013) e *Official method 963.18 net contents of frozen seafoods glazed foods* do *Association of Official Analytical Chemists* – AOAC (AOAC, 2011). Todos estes são métodos gravimétricos, que se baseiam na remoção da camada de gelo do produto através da aplicação de água, utilizando a diferença entre o peso inicial e o peso do produto desglaciado para estimar a percentual de gelo superficial na amostra.

3. OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a acurácia¹ das diferentes metodologias de quantificação de água incorporada no processo de glaciamento de camarão descascado congelado.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Quantificar os percentuais de glaciamento utilizando as metodologias oficiais (nacional e internacional);
- Propor uma metodologia que consiga quantificar o percentual de glaciamento de maneira fácil e mais acurada.

¹ Entende-se por ACURÁCIA, a proximidade da medida relativamente ao verdadeiro valor da variável, i.e., quanto mais acurado o processo de mensuração mais próximo está o resultado da medida do valor verdadeiro.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

O experimento foi conduzido em Delineamento Experimental Inteiramente Casualizado (DIC) em triplicata, onde foram avaliadas quatro metodologias (INMETRO, MAPA, AOAC/NIST e CODEX) em cinco percentuais de glaciamento (15, 30, 40, 50 e 60%), conforme Tabela 1.

Tabela 1- Metodologias avaliadas e percentual de glaciamento.

METODOLOGIAS	% de glaciamento				
	15	30	40	50	60
INMETRO	15A ₁	30A ₁	40A ₁	50A ₁	60A ₁
	15A ₂	30A ₂	40A ₂	50A ₂	60A ₂
	15A ₃	30A ₃	40A ₃	50A ₃	60A ₃
MAPA	15B ₁	30B ₁	40B ₁	50B ₁	60B ₁
	15B ₂	30B ₂	40B ₂	50B ₂	60B ₂
	15B ₃	30B ₃	40B ₃	50B ₃	60B ₃
AOAC/NIST*	15C ₁	30C ₁	40C ₁	50C ₁	60C ₁
	15C ₂	30C ₂	40C ₂	50C ₂	60C ₂
	15C ₃	30C ₃	40C ₃	50C ₃	60C ₃
CODEX	15D ₁	30D ₁	40D ₁	50D ₁	60D ₁
	15D ₂	30D ₂	40D ₂	50D ₂	60D ₂
	15D ₃	30D ₃	40D ₃	50D ₃	60D ₃

* AOAC e NIST utilizam a mesma metodologia de quantificação do glaciamento

O fluxograma apresentado na Figura 6 mostra todas as etapas experimentais desenvolvidas no projeto.

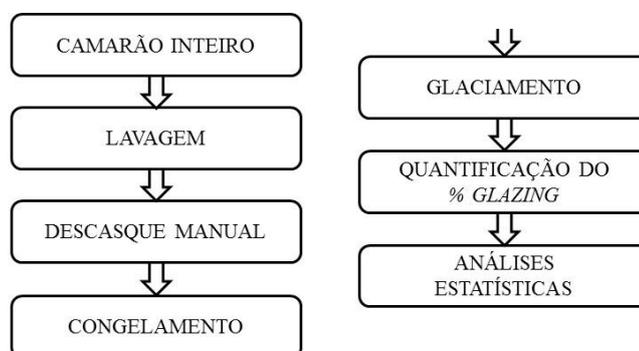


Figura 6 - Fluxograma das etapas desenvolvidas no projeto.

4.2 MATÉRIA-PRIMA

As amostras de camarão (*L. vannamei*) foram obtidas de fazendas de aquicultura localizada nas proximidades da cidade de Mossoró, previamente abatidas por choque térmico em água e gelo, e imediatamente acondicionadas em caixas isotérmicas com gelo em escamas na proporção de 1:1, e posteriormente foram transportadas ao Laboratório de Tecnologia e Controle de Qualidade do Pescado (LAPESC/UFERSA).

Após a chegada ao laboratório os camarões foram lavados para retirada de alguma impureza proveniente do local de cultivo, pesados e aferido o peso médio (peças/kg) para conferir a gramatura do camarão, submetidos a descasque manual e divididos em porções com peso médio de 100g mantidos em gelo (em refrigeração a 5°C) até o momento da execução do experimento.

4.3 PROCESSO DE GLACIAMENTO

Os camarões descascados foram congelados individualmente em ultrafreezer (Indrel CPH-45D), a -30°C por 24 horas, embalados em sacos de polietileno e armazenados em ultrafreezer (-30°C) até o início do processo de glaciamento. As embalagens foram abertas, os camarões submetidos ao processo de glaciamento manual, e novamente pesados e embalados (Figura 7).

Os camarões receberam cinco percentuais de glaciamento (15, 30, 40, 50 e 60), e para alcança-los, testes preliminares de imersão foram realizados (Tabela 2), em diferentes tempos de imersão em água até obtenção do percentual desejado, de acordo com a metodologia descrita por Gonçalves & Gindri Jr (2009).

Tabela 2 - Procedimentos realizados para atingir os percentuais de glaciamento.

Procedimentos	% de glaciamento				
	15	30	40	50	60
Número de Imersões	1	1	2	4	5
Tempo (segundos)	5	15	15	10	10
Tempo entre imersões (min)*	-	-	5	5	5

*Tempo em que o camarão permaneceu no ultrafreezer (-30°C) antes da nova imersão

Para o glaciamento, as amostras foram dispostas em peneiras plásticas e imersas em água com temperatura de $0\pm 1^{\circ}\text{C}$. Em seguida, foram dispostas em bandejas (também teladas) e levadas ao ultrafreezer para a finalização do congelamento da camada de gelo (glaze). Posteriormente, as amostras foram pesadas, calculado o percentual de glaciamento e armazenadas em ultrafreezer (-30°C) até a quantificação do percentual de glaciamento através do uso das metodologias investigatórias.



Figura 7 - A) Ultrafreezer com temperatura ajustada para -30°C ; B) Camarões dispostos individualmente em bandeja para congelamento; C) Pesagem do camarão congelado em amostras de 100g; D) Imersão do camarão congelado em água gelada ($0\pm 1^{\circ}\text{C}$); E) Amostra de camarão glaciado embalada a vácuo. Fonte: Arquivo Pessoal.

Para a quantificação do percentual de glaciamento, o camarão congelado foi pesado antes e após o processo de glaciamento, sendo a diferença, a quantidade de água adicionada ao camarão, calculado através da seguinte equação:

$$\text{Glazing (\%)} = \frac{PG - PC}{PC} * 100$$

onde: PG = peso glaciado; PC = peso congelado.

4.4 ANÁLISES DO PERCENTUAL DE GLACIAMENTO

Para a quantificação do glaciamento foram utilizadas 4 metodologias (Tabela 3) sendo duas delas nacionais – INMETRO (BRASIL, 2010b) e MAPA (BRASIL, 2011); e duas internacionais – *Codex Alimentarius* (CODEX, 1995), e AOAC/NIST - AOAC *Official Method* 963.18 (AOAC, 2011) / *National Institute of Standards and Technology* – NIST (NIST, 2013).

Tabela 3 – Análise comparativa entre as metodologias nacionais e internacionais utilizadas na quantificação do percentual de glaciamento praticado em camarão.

Etapas do Desglaciamento	METODOLOGIAS			
	Nacionais		Internacionais	
	INMETRO	MAPA	CODEX	AOAC/NIST
Modo de Contato	Imersão	Imersão	Imersão**	Borrifamento
Temperatura da Água (°C)	20	20	Ambiente	Fria
Tempo de Contato (segundos)	20	Até não sentir a camada de gelo	Até não sentir a camada de gelo	Até não sentir a camada de gelo
Tamanho da malha da peneira (mm)	1,4	2,4	2,8	2,8*
Inclinação da Peneira (°)	15 a 17	15 a 17	20	17 a 20
Tempo de Escoamento (segundos)	30	50	120	120

*amostras com peso >0,9kg utilizar a peneira com malha 3,2 mm

** imersão em recipiente com renovação de água de 25 litros por minuto

A partir dos resultados da quantificação de glaciamento para cada metodologia, procurou-se observar qual o melhor resultado e mais simples quantificação, para definir a nova proposta a ser testada.

4.4.1 INMETRO

A Portaria INMETRO n° 38 de 11 de fevereiro de 2010 (BRASIL, 2010b) refere-se ao Regulamento Técnico Metrológico para Determinação do Peso Líquido de Pescado, Molusco e Crustáceo Glaciados. A metodologia descrita baseia-se na remoção do glaciamento da amostra sob condições controladas, para determinação do peso do produto desglaciado e quantidade relativa de gelo na amostra.

As amostras foram pesadas individualmente com embalagem, isenta de gelo exterior, para obtenção do peso bruto (PB). Logo em seguida as embalagens foram esvaziadas, limpas e

secas, em seguida pesadas para obtenção do peso da embalagem (PE). O peso do produto glaciado (PPG) foi obtido através da diferença entre o peso da embalagem e o peso bruto (BRASIL, 2010b).

Para o desglaciamento, os camarões (100g), sem embalagem, foram acomodados em uma peneira e submergidos em um recipiente contendo um volume de água de aproximadamente de 5 litros. O conjunto foi mantido submerso por 20 segundos, com agitação suave. Durante as análises, a temperatura da água foi mantida à $20\pm 1^{\circ}\text{C}$ com auxílio de placa aquecedora com termostato. A seguir, os camarões foram retirados do banho e colocados em uma peneira com inclinação em um ângulo entre 15° e 17° e abertura de malha de 1,4mm, por 30 segundos, para facilitar o escoamento da água (Figura 8). Após esta etapa, o camarão foi novamente pesado obtendo-se o peso do produto desglaciado (PPD). Para obter o peso do gelo (PG) contido na amostra subtraiu-se o peso do produto desglaciado do peso do produto glaciado (BRASIL, 2010b).

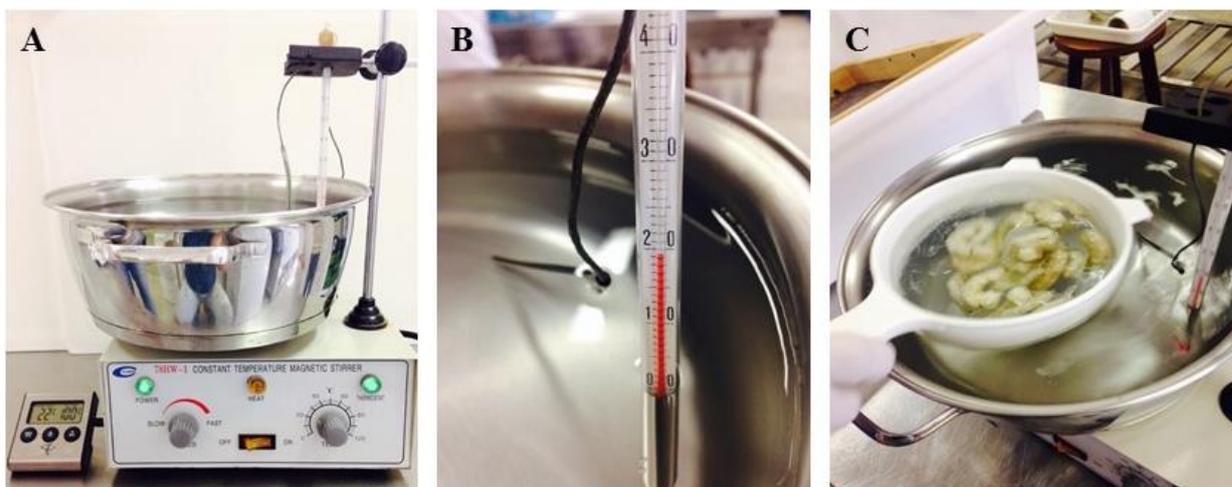


Figura 8 - (A) Termostato utilizado para manutenção da temperatura; (B) Temperatura do banho no momento da análise ($20^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$); (C) Camarão acomodado na peneira submergido para remoção do glaciamento. Fonte: Arquivo pessoal.

O procedimento descrito para as pesagens e para o desglaciamento foi repetido para todas as amostras avaliadas pelo método. De posse dos dados obtidos para as unidades, procederam-se os cálculos para quantificação, utilizando as equações descritas no método (Anexo A).

4.4.2 MAPA

A Instrução Normativa nº 25, de 2 de junho de 2011, do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA), aprova os Métodos Analíticos Oficiais Físico-químicos para Controle de Pescado e seus Derivados (BRASIL, 2011), e dentre elas, consta a metodologia de quantificação do percentual de glaciamento.

Esta metodologia assemelha-se à do INMETRO (BRASIL, 2010b), porém com algumas modificações (ver anexo B). O procedimento de pesagem para obtenção do PE, PB, PPG e PPD é o mesmo. Para o desglaciamento também é seguido o mesmo procedimento, porém o período de imersão não é fixo, o camarão fica submerso no banho até que a camada de gelo não possa ser percebida por quem está analisando. Para o escoamento da água, o ângulo utilizado continua sendo entre 15° e 17°, porém período de 50 segundos e peneira deve ter malha de 2,4mm (Figura 9).

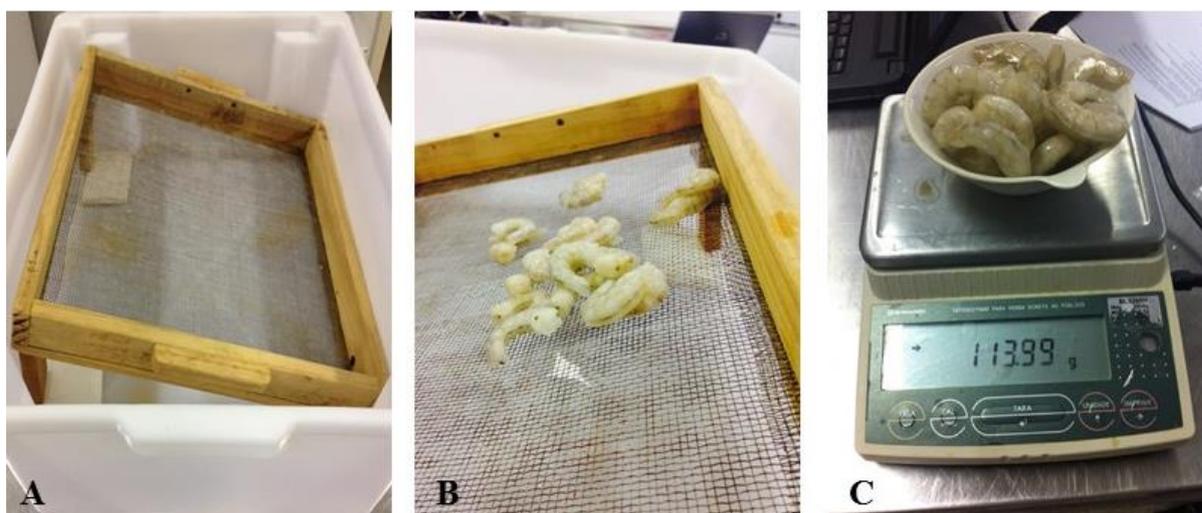


Figura 9 - (A) Peneira de malha 2,4mm com ângulo de inclinação entre 15° e 17°; (B) Camarões desglaciados dispostos sobre a peneira para escoamento da água; (C) Pesagem do camarão desglaciado. Fonte: Arquivo pessoal.

4.4.3 AOAC/NIST

A *Association of Official Analytical Chemists* (AOAC) através do método oficial 963.18, e o *National Institute of Standards and Technology* (NIST) através do Handbook 133 (*Checking the Net Contents of Packaged Goods*) utilizam a mesma metodologia de quantificação do percentual de glaciamento (Ver anexo C, D) (NIST, 2013; AOAC, 2011), e dessa forma, foi agrupado as duas metodologias numa única metodologia (AOAC/NIST).

Seguiu-se o mesmo procedimento de pesagem dos métodos anteriores, porém para remoção da camada de gelo, foi utilizado borrifador manual, com água a temperatura de $(10\pm 1^\circ\text{C})$. A água fria foi borrifada diretamente sob o camarão até completa retirada da camada de gelo (Figura 10). Em seguida dispostos em peneira em ângulo de 17° e 20° durante período de 2 minutos e pesados para os cálculos de quantificação.

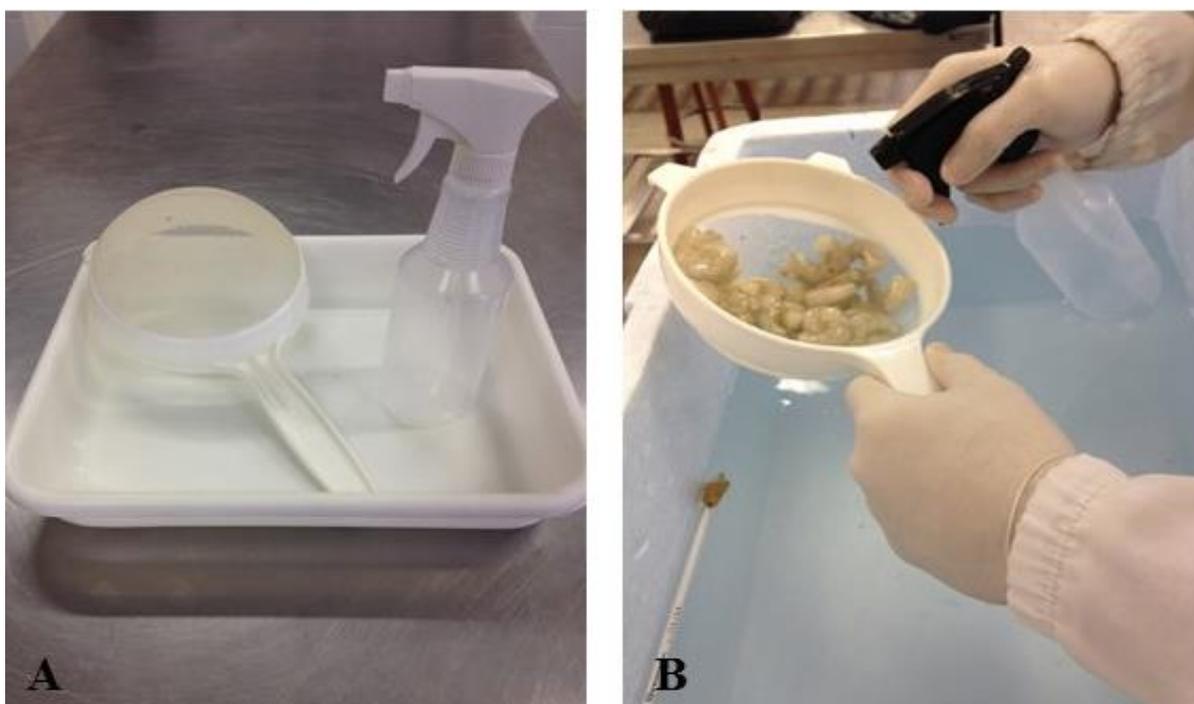


Figura 10 - (A) Peneira e borrifador manual utilizados para a análise do % glazing; (B) Aplicação de spray de água fria nos camarões para o desglaciamento. Fonte: Arquivo pessoal.

4.4.4 CODEX

A metodologia do *Codex Standard for Quick Frozen Shrimps or Prawns (CODEX STAN 92)* foi utilizada para quantificar o percentual de glaciamento. Nesta metodologia a etapa do desglaciamento também foi feita através da imersão do camarão em água. O que a diferenciou das demais metodologias foi na sua descrição a indicação do uso de água a temperatura ambiente, com renovação de 25 litros por minuto.

Para a renovação de água foi confeccionado em laboratório um recipiente com capacidade de 30 litros de água, com entrada e saída da água, com vazão de 25 litros por minuto. O camarão foi disposto em peneiras e submergido neste recipiente até que a camada de gelo ficasse despercebida. Repetindo assim todos os procedimentos dos métodos anteriores (Figura 11).



Figura 11 - (A) Recipiente de 30 litros com renovação constante de água de 25 litros por segundo; (B) Camarões imersos em água com temperatura ambiente. Fonte: Arquivo pessoal.

4.4.5 Metodologias Propostas

Foram propostas duas metodologias (PROPOSTA 1 e PROPOSTA 2), seguindo o método do MAPA (2011), com algumas modificações (Tabela 4).

Tabela 4 - Propostas sugeridas para determinação do percentual de glaciamento.

Etapas do Desglaciamento	METODOLOGIAS	
	PROPOSTA 1	PROPOSTA 2
Temperatura da Água (°C)	25	30
Tamanho da malha da peneira (mm)	2,8	2,8
Inclinação da Peneira (°)	17	17
Modo de Contato	Imersão*	Imersão*
Tempo de Contato (segundos)	Até não sentir a camada	Até não sentir a camada
Tempo de Escoamento (segundos)	60	60

*As amostras foram submetidas a leve agitação circular durante o período de desglaciamento

A temperatura da água no momento da imersão foi maior 25°C para PROPOSTA 1 e 30°C para PROPOSTA 2, para evitar queda brusca da temperatura da água em virtude da baixa

temperatura que a amostra se encontra no momento do desglaciamento, agilizando a retirada da camada de gelo da amostra. Durante a imersão as amostras foram submetidas a agitação até o total desglaciamento.

O tempo de drenagem foi ajustado para 60 segundos, os 50 segundos utilizados pelo INMETRO e MAPA não é suficiente para que toda a água na superfície da amostra seja retirada. Já nos 120 segundos utilizados pelo AOAC/NIST e CODEX, pode haver um recongelamento da água na superfície devido a temperatura da amostra (-30°C).

4.5 ANÁLISES ESTATÍSTICAS

A análise estatística foi realizada com o auxílio do pacote de dados do software STATÍSTICA® 7.0. Para dados de cada percentual, a normalidade e a homocedasticidade foi verificada utilizando o teste de Shapiro-Wilk e o teste de Levene respectivamente. Em seguida, uma ANOVA *One Way* foi realizada para verificar diferença significativa ($p < 0,05$) entre as médias e um teste de Tukey foi utilizado para verificar as diferenças mínimas significativas entre estas. Os percentuais de glaciamento observados por cada metodologia foram submetidos à análise de regressão linear. Os gráficos foram construídos com o software SigmaPlot para Windows V. 10 (Systat Software, Inc.).

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 PROCESSO DE GLACIAMENTO

No processo de glaciamento do camarão com peso médio de 11g (90 peças/kg) foi observado a influência do tempo de imersão em água fria ($0\pm 1^\circ\text{C}$) sob a formação da capa de gelo (glaze). Observou-se um aumento no percentual de glaciamento de acordo com o aumento do tempo de imersão do produto (Figura 12).

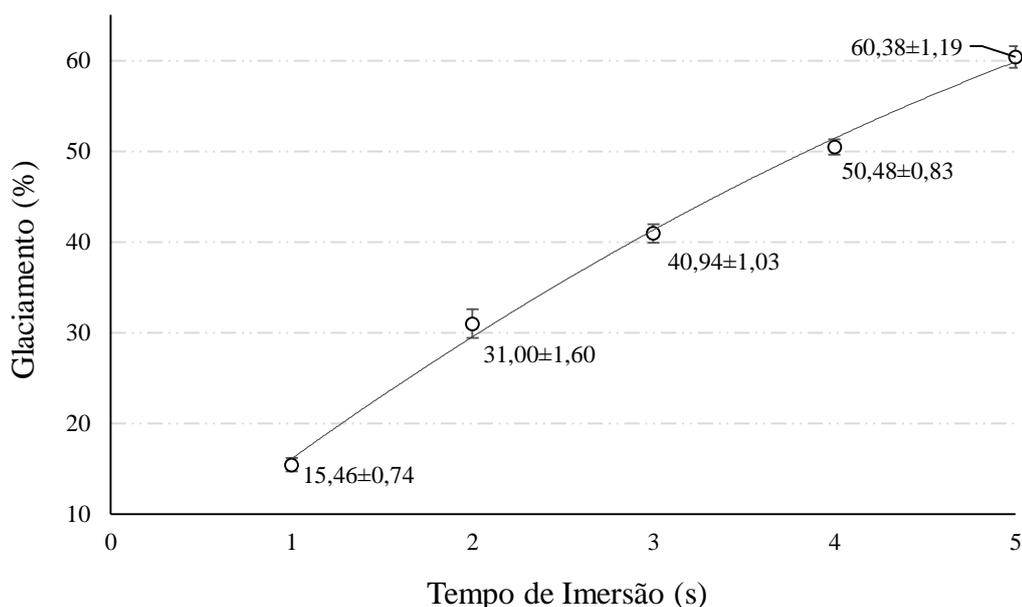


Figura 12 - % glaciamento vs tempo de imersão

Segundo Gonçalves & Gindri-Júnior (2009), o tamanho/espessura do produto, a temperatura do produto e o tempo de imersão, exercem influência direta sobre a quantidade de gelo incorporado ao produto no processo de glaciamento. Os mesmos autores indicam que é possível atingir um percentual de glaciamento de até 17% com apenas 5 segundos de imersão, dependendo da temperatura do produto no início do processo.

No presente trabalho, durante os ensaios de glaciamento verificou-se que quanto maior o tempo de imersão, maior a incorporação de gelo no produto, porém essa relação positivamente proporcional tendeu a estabilizar-se a um tempo de imersão de 25 segundos. Dessa forma, foi necessário repetir o processo de imersão outras vezes. Quando o produto permaneceu imerso por 5 segundos foi incorporado 15% de glaciamento; e com mais 15 segundos de imersão foi possível atingir 30%. Para atingir 40% de glaciamento foram necessárias duas imersões de 15 segundos, totalizando um tempo total de 30 segundos. Para atingir 50% e 60% de glaciamento,

quatro imersões de 10 segundos e cinco imersões de 10 segundos foram necessários, respectivamente.

5.2 ANÁLISE DO PERCENTUAL DE GLACIAMENTO

Segundo Jacobson & Pedersen (1997), os métodos de quantificação de glaciamento que são realizados de forma subjetiva, não oferecem certeza no momento da quantificação. Logo, a incerteza associada a esses métodos é refletida no grau de variações nos resultados de amostras idênticas, o que pode ser observado através dos desvios padrões dos valores quantificados pelos métodos nos mesmos percentuais de glaciamento.

5.2.1 INMETRO

Os percentuais de glaciamento quantificados pela metodologia do INMETRO foram significativamente inferiores quando comparados aos percentuais contidos nas amostras (Figura 13).

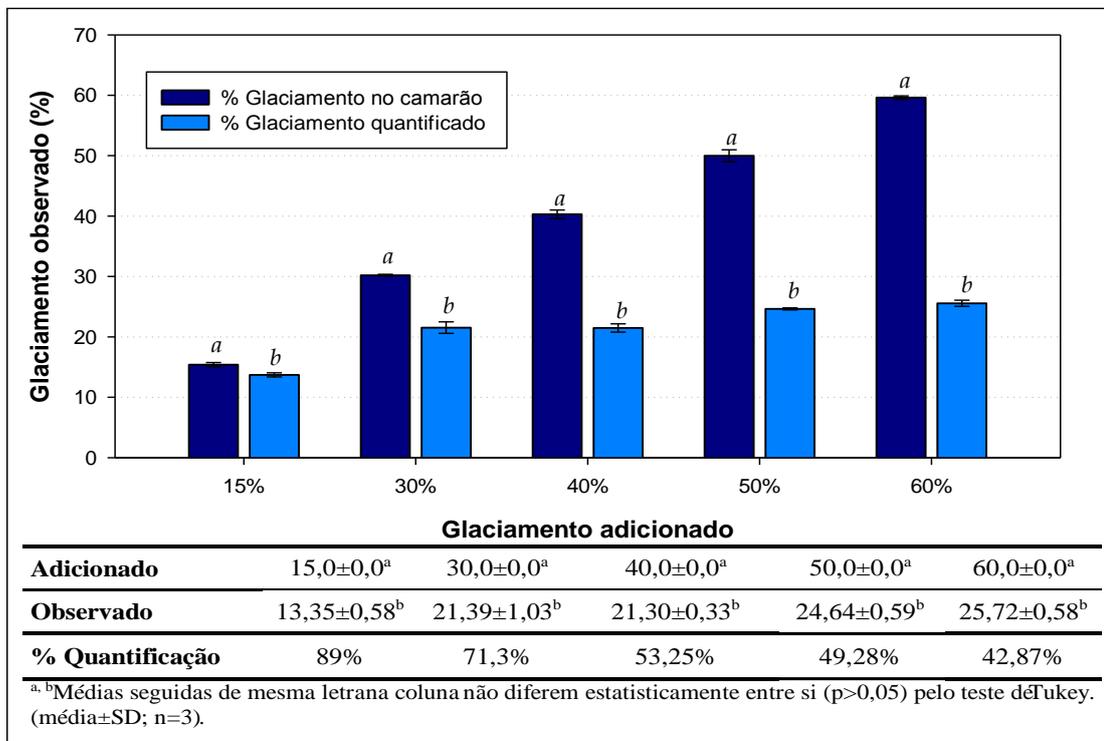


Figura 13 - Acurácia da metodologia do INMETRO sobre os percentuais de glaciamento do camarão (^{a, b}Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si (p>0,05) pelo teste de Tukey).

Os valores quantificados pelo método se apresentaram próximos um dos outros (apesar da diferença de gelo contida de uma amostra para outra). Isso pode ser explicado pelo fato de que a metodologia utiliza apenas um único tempo de imersão (20 segundos) na etapa de desglaciamento, independentemente do percentual de glaciamento presente na amostra. Logo este tempo de imersão não foi suficiente para amostras com grandes quantidades de gelo incorporado. Assim as amostras que continham 60% de glaciamento obtiveram valores parecidos às amostras que continham 30% de glaciamento.

O percentual de quantificação foi diminuindo de acordo com que foi aumentado a quantidade de gelo presente nas amostras. Em amostras com 15% de gelo o método atingiu 89% de acurácia, já em amostras com 60% de gelo o método foi acurado somente 42,87% (Figura 13).

Maia & Pereira (2011) relataram a insuficiência do método quando utilizado em pescado com excesso de glaciamento. Sugerindo o aumento do tempo de imersão de 20 segundos para 40 segundos. Para amostras com baixo percentual de glaciamento, o aumento do tempo de imersão pode ser um problema, pois a amostra pode perder toda a cobertura antes dos 20 segundos, passando a absorver a água contida no banho.

Matsuda et al. (2011) avaliaram precisão e acurácia de alguns métodos de quantificação do glaciamento em filés de pescada, onde o método do INMETRO teve uma maior precisão e menor acurácia quando comparado aos demais. Resultado este que vem de encontro ao desta pesquisa onde o método do INMETRO teve precisão nos valores quantificados, porém não foi acurado.

5.2.2 MAPA

A metodologia preconizada pelo Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA), somente foi acurada para o percentual de glaciamento de 15%, sendo significativamente inferior nas demais amostras, como está representado na Figura 14.

Como mencionado anteriormente, essa metodologia é bastante similar à metodologia utilizada pelo INMETRO, porém com uma diferença no maior tempo de imersão que o produto permanece em contato com a água na temperatura de 20°C. Isso explica o fato desta metodologia ter observado valores superiores, quando comparada à do INMETRO, atingindo percentuais de quantificação superiores (Figura 14).

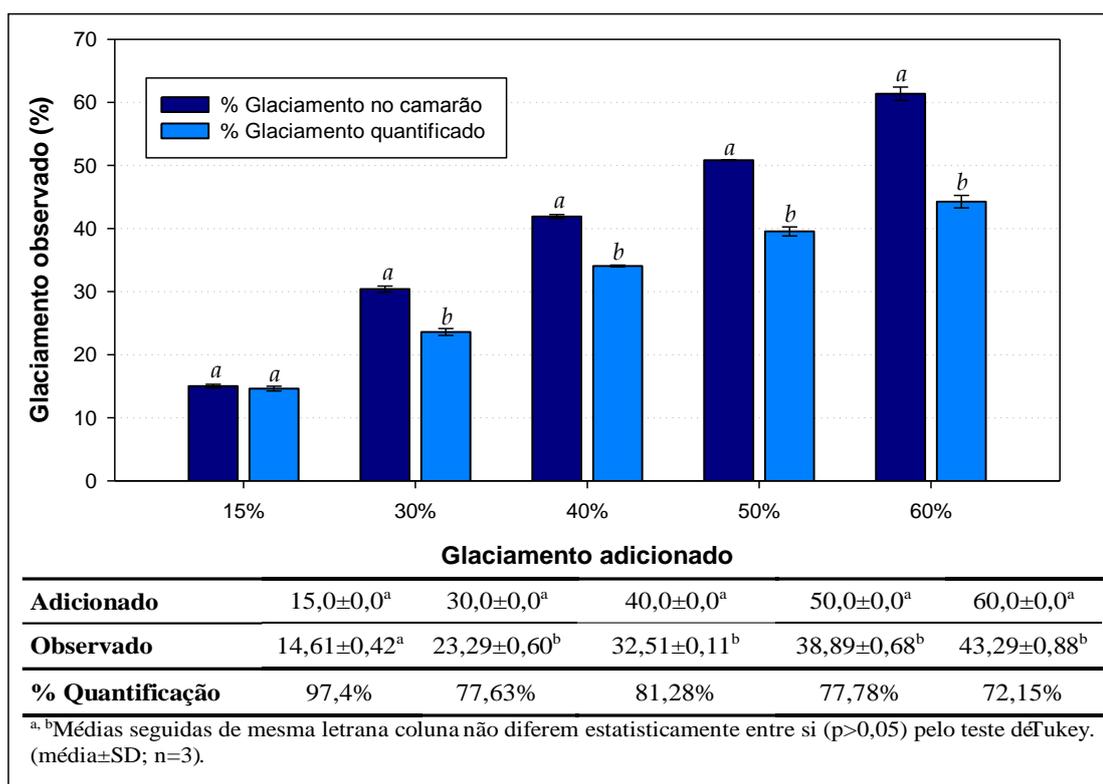


Figura 14 - Acurácia da metodologia do MAPA sobre os percentuais de glaciamento do camarão (^{a, b}Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si (p>0,05) pelo teste de Tukey).

Esta metodologia não utiliza um tempo específico de imersão para retirada da camada de gelo, assim o produto permanecerá submerso até que quem esteja analisando não possa perceber a retirada total da camada de gelo. Ainda assim, a metodologia não foi acurada para amostras que continham mais de 15% de glaciamento. Isso pode ser explicado através da baixa temperatura (-30°C) que o camarão se encontrava no momento do desglaciamento, podendo ter ocorrido uma reincorporação da água no momento do escoamento, além disto, o tempo de escoamento de apenas 50 segundos pode não ter sido necessário para o total escoamento superficial da água.

5.2.3 AOAC/NIST

Como pode ser visto na Figura 15, o método AOAC/NIST foi acurado apenas para amostras contendo 15% de glaciamento, diferindo estatisticamente dos demais percentuais de glaciamento. Atingindo maior valor observado de 39,23% quando a amostra continha 60% de

gelo incorporado. O percentual de quantificação desta metodologia diminuiu de acordo com que foi incorporado água no camarão (Figura 15).

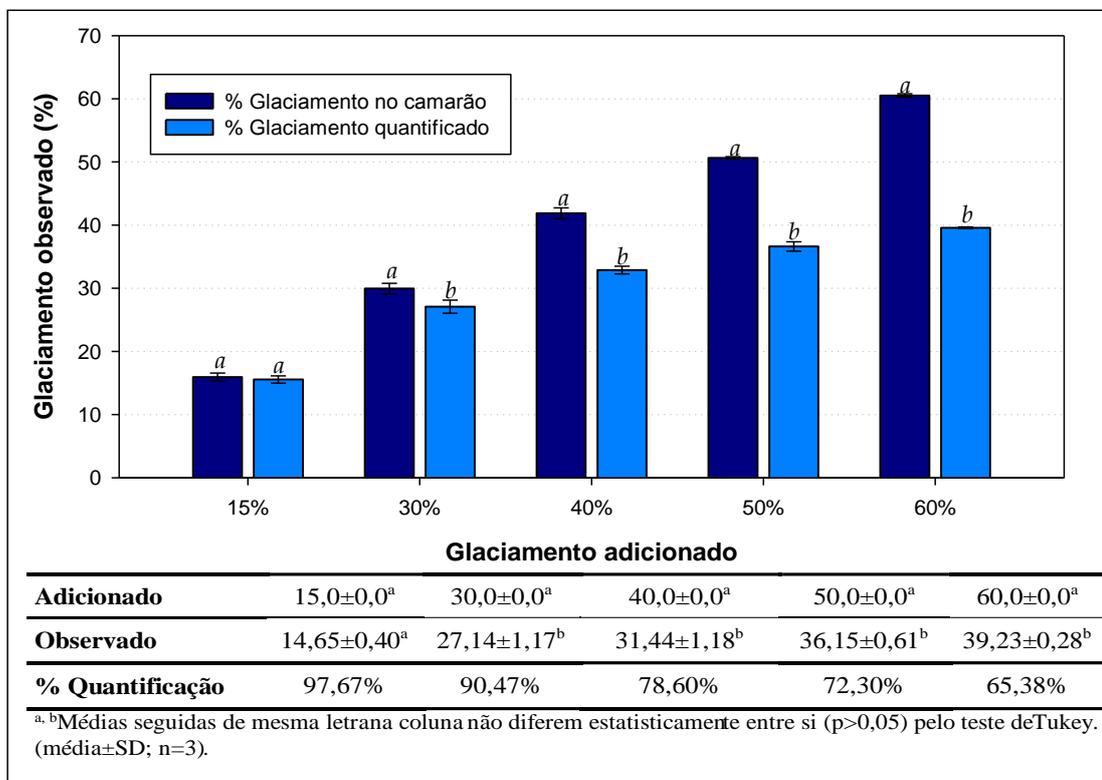


Figura 15 - Acurácia da metodologia do AOAC/NIST sobre os percentuais de glaciamento do camarão (^{a, b}Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si (p>0,05) pelo teste de Tukey).

Segundo Dobson et al. (1998), na prática, a utilização de um spray de água fria no processo de desglaciamento do camarão entra em contato apenas com a superfície do mesmo. Dependendo do tamanho do camarão, diâmetro da peneira utilizada para drenagem da água e a quantidade de glaciamento inicial, o desglaciamento do camarão pode ser inferior ao real. Ainda, quando o camarão no momento do desglaciamento está com temperatura interna baixa (-15°C a -30°C) pode haver recongelamento da água durante o tempo de escoamento de 2 minutos. Tal fato pode justificar a ineficácia do método no presente estudo.

5.2.4 CODEX

Todos os valores observados através da metodologia do CODEX foram significativamente inferiores (p<0,05) aos valores do glaciamento adicionado às amostras de camarão (Figura 16). Foi quantificando o valor máximo de 41,65% quando as amostras

continham 60% de glaciamento, corroborando com Maia & Pereira (2011), que conseguiram atingir para esta metodologia o máximo de 42% de glaciamento observado.

Jacobsen & Fossan (1999), alertaram sobre o grande grau de variação em amostras idênticas, baixa exatidão e precisão do referido método. Já Vanhaecke et al. (2010), contrariando a afirmação anterior, indicaram em seus estudos a precisão do método. Como pode ser visto a subjetividade dos métodos pode interferir diretamente na análise do percentual de glaciamento. Em nosso estudo a metodologia do CODEX demonstrou ter baixa precisão e acurácia como pode ser visualizado na Figura 16.

Esta metodologia teve sua acurácia diminuída gradativamente variando, de 90,73% para amostras contendo 15% de glaciamento, a 69,42% para amostras com 60% de glaciamento (Figura 16).

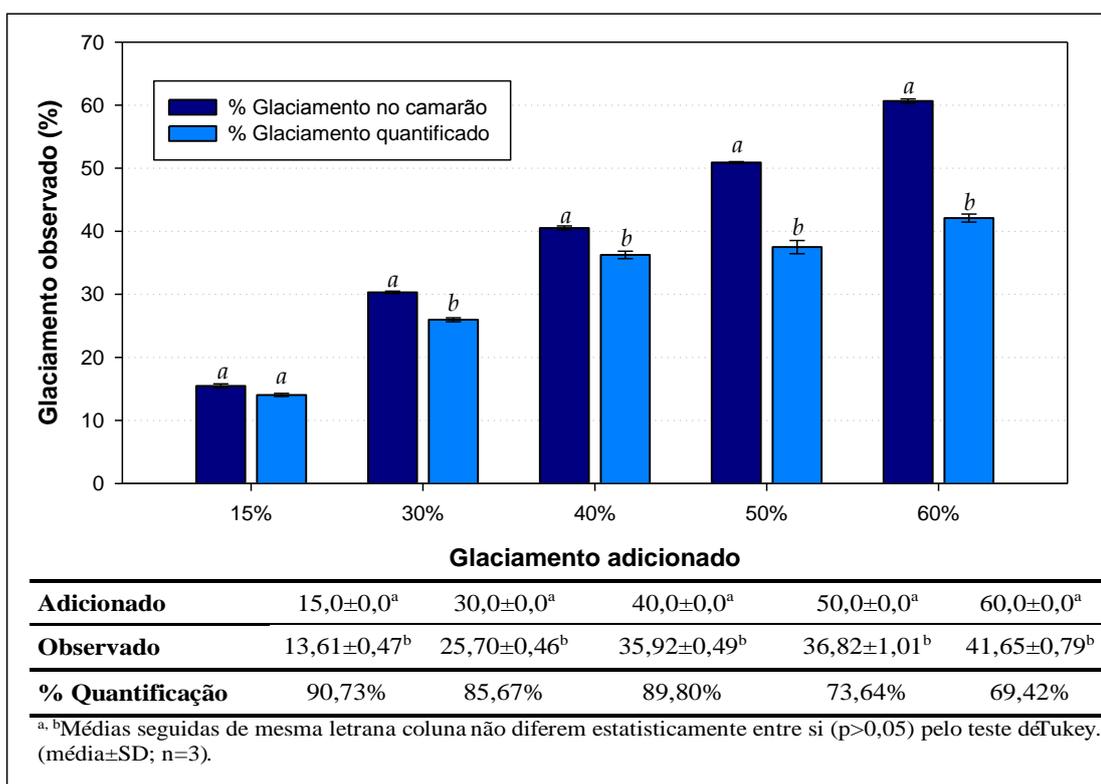


Figura 16 - Acurácia da metodologia do CODEX sobre os percentuais de glaciamento do camarão (^{a, b}Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si (p>0,05) pelo teste de Tukey).

5.2.5 Metodologias propostas

Dobson *et. al.* (1998), relataram dificuldades e pontos críticos encontrados na aplicação das metodologias utilizadas para a quantificação do percentual de glaciamento em camarão, demonstrando influência do tamanho da malha e diâmetro da peneira, do procedimento de pesagem, da presença de fosfatos, bem como do método utilizado. O mesmo autor avaliou os dados obtidos estatisticamente, evidenciando o comportamento dos resultados, sugerindo ajustes nos métodos. Como pode ser visto nas Figuras 17 e 18, com a sugestão de novas propostas através de ajustes nos métodos comumente utilizados, foi possível obter melhores resultados.

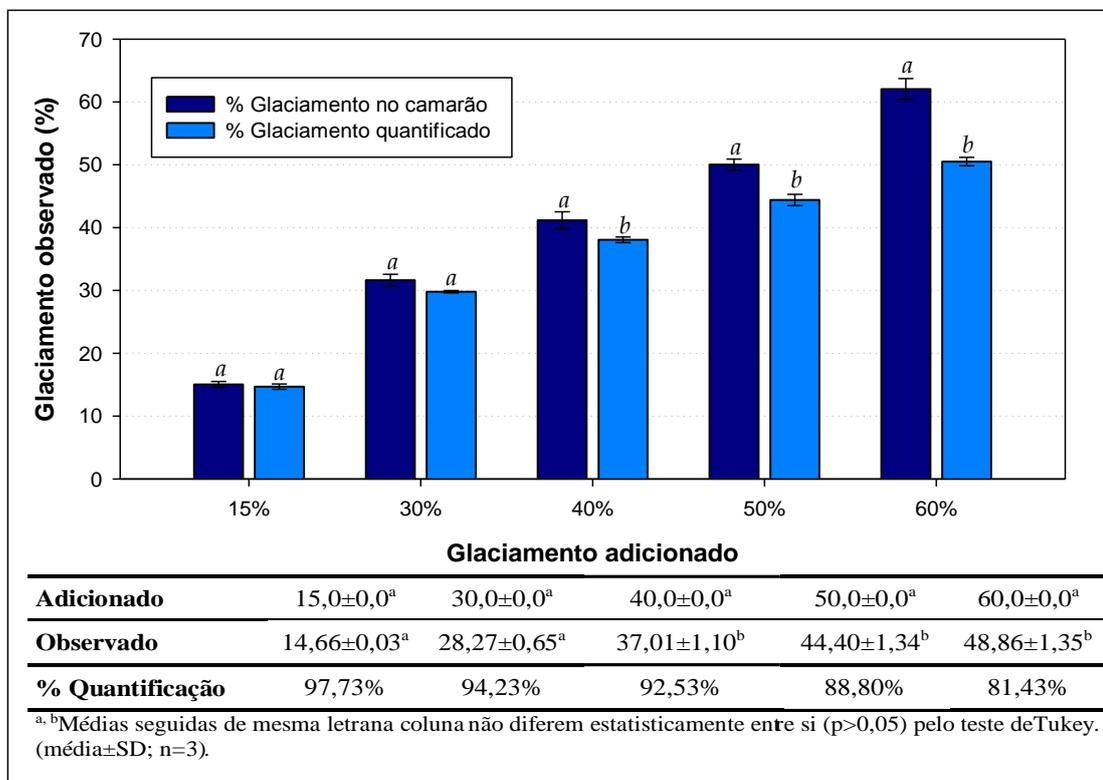


Figura 17 - Acurácia da metodologia PROPOSTA 1 sobre os percentuais de glaciamento do camarão (^{a, b}Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si (p>0,05) pelo teste de Tukey).

A metodologia PROPOSTA 1 foi acurada na quantificação de amostras com 15% e 30% de glaciamento, sendo significativamente inferior as demais, porém, os valores observados foram superiores aos apresentados pelas metodologias oficiais.

O método sugerido apresentou melhores resultados, com percentuais de quantificação superior ao dos métodos analisados até então. Porém, assim como os demais, teve sua acurácia diminuída com o aumento do percentual de glaciamento nas amostras (Figura 17).

A PROPOSTA 2 se mostrou ainda mais acurada, quantificando o valor próximo ao real de amostras com 15%, 30% e 40%, diferindo dos demais percentuais. A metodologia sugerida obteve os maiores valores entre todas as metodologias testadas, atingindo valor máximo de 51,63% de glaciamento observado em amostras que continham 60% (Figura 18).

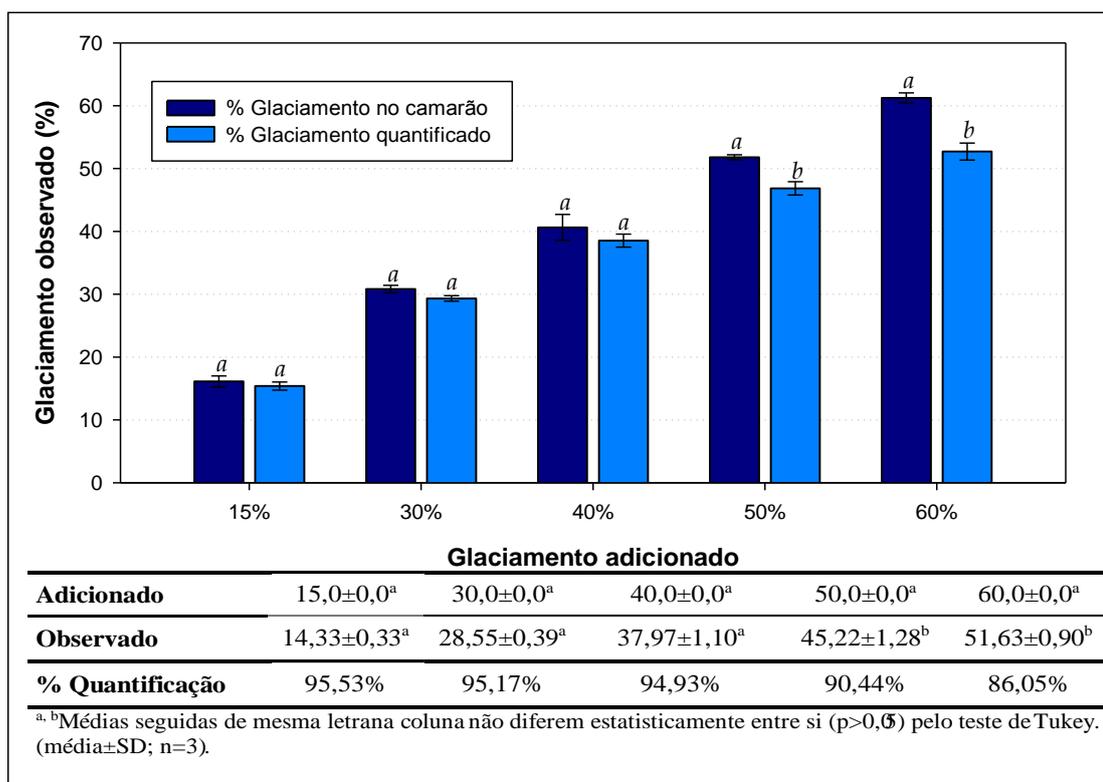


Figura 18 - Acurácia da metodologia PROPOSTA 2 sobre os percentuais de glaciamento do camarão (^{a, b}Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si (p>0,05) pelo teste de Tukey).

Jacobsen & Fossan (1999), avaliando as metodologias oficiais de quantificação de glaciamento utilizadas na indústria, observaram as falhas nos métodos, modificando-as e sugerindo novas metodologias, que apresentaram melhores resultados em relação aos métodos oficiais. Como demonstrado nessa pesquisa, as metodologias sugeridas apresentaram desempenho igual ou superior às usuais. Dessa forma, podem auxiliar na monitoração do glazing presente no camarão e apresentando resultados próximos ao glaciado e com maior confiabilidade.

Através da análise das regressões lineares, observou-se na Figura 20, que ocorreram relações positivas entre o percentual de glaciamento nas amostras e o percentual quantificado em todos os métodos, apresentando um coeficiente de determinação (r^2) alto (variando de 0,8085 a 0,9894), com valores próximos a 1. O que evidencia que a medida que é aumentado o percentual de gelo no camarão aumenta-se o percentual de glaciamento observado.

Ainda, é visível que dentre os métodos, os que obtiveram uma quantificação mais acurada do gelo foram a PROPOSTA 1 ($R^2= 98,11\%$ de gelo quantificado) e PROPOSTA 2 ($R^2= 98,94\%$ de gelo quantificado). Os métodos do INMETRO e AOAC/NIST foram os menos acurados, com valores de r^2 mais baixos quando comparado com os demais.

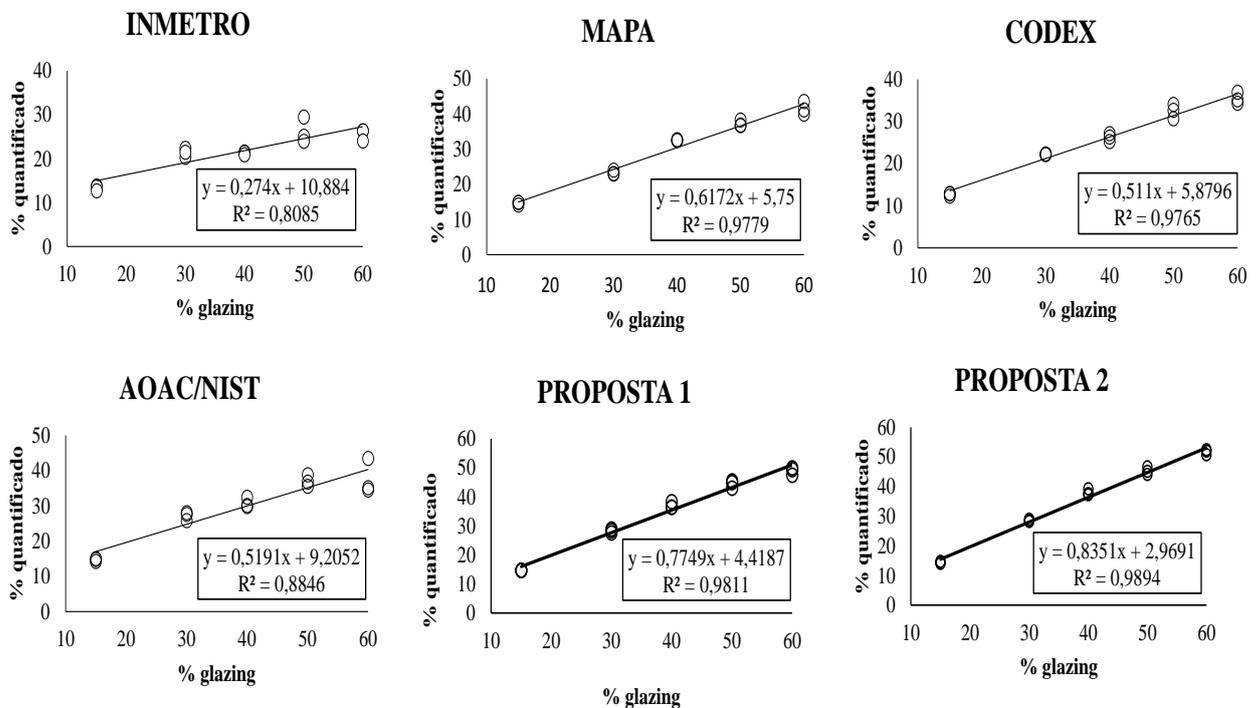


Figura 19 - Regressões lineares entre o % glazing das amostras e o % quantificado em cada método e suas respectivas equações com valor do R^2 .

5.3 COMPARAÇÃO DAS METODOLOGIAS

Para avaliar a precisão e acurácia dos referidos métodos, Matsuda et al., (2011) realizaram um trabalho utilizando filé de pescada (*Cinoacyon jamicensis*) glaciados sob condições homogêneas controladas e os resultados demonstraram não haver diferença significativa entre eles. Como pode ser visto nas Figuras 20, 21, 22, 23 e 24, as metodologias usuais não diferiram estatisticamente entre si em quase todos os percentuais de glaciamento, com exceção da

metodologia utilizada pelo INMETRO, que diferiu das demais de acordo com que foi aumentado o percentual de glaciamento nas amostras.

Nas amostras de camarão contendo 15% de glaciamento (Figura 20), a PROPOSTA 1 apresentou melhores resultados, no entanto produziu igual efeito aos métodos AOAC/NIST, MAPA, PROPOSTA 2 e CODEX. Para este percentual todos os métodos foram acurados na determinação do percentual de glaciamento, com exceção dos métodos INMETRO e CODEX, que obtiveram valores de glaciamento observado significativamente inferiores ao glaciamento adicionado.

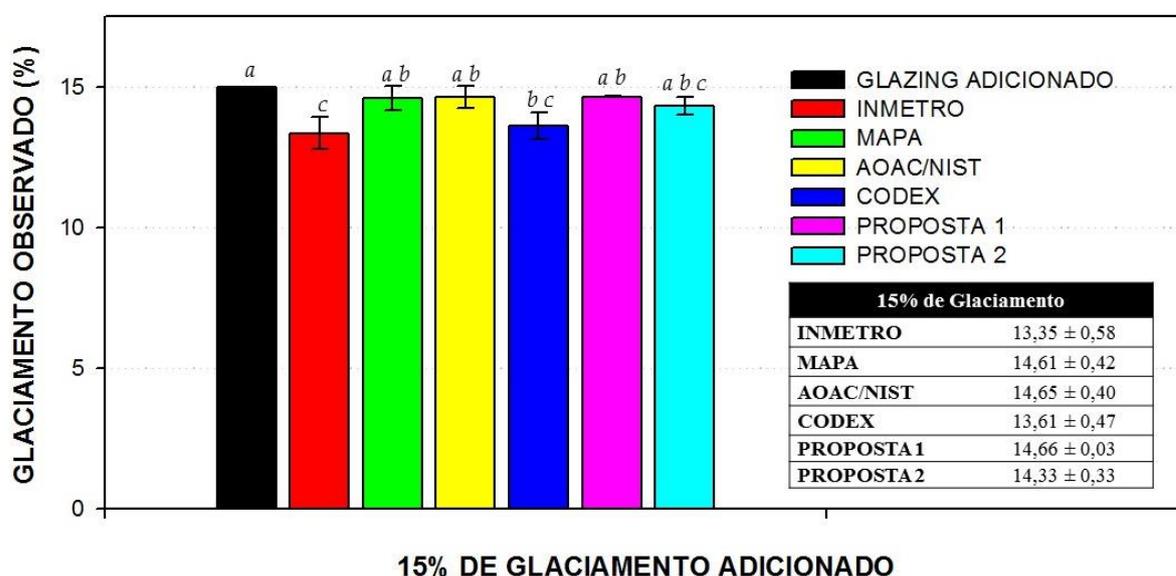


Figura 20 - Comparação da eficácia das metodologias em camarão com 15% de glaciamento (^{a, b, c} Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$) pelo teste de Tukey).

Nas amostras com 30% de glaciamento adicionado (Figura 21), as propostas sugeridas, PROPOSTA 1 e PROPOSTA 2, obtiveram maiores valores quantificados e não diferiram estatisticamente ($p < 0,05$) com o valor de glaciamento contido nas amostras.

Neste percentual, os métodos do INMETRO e do MAPA foram os que tiveram os valores observados mais baixos, não diferindo entre si, porém sendo significativamente inferiores ($p < 0,05$) aos demais métodos.

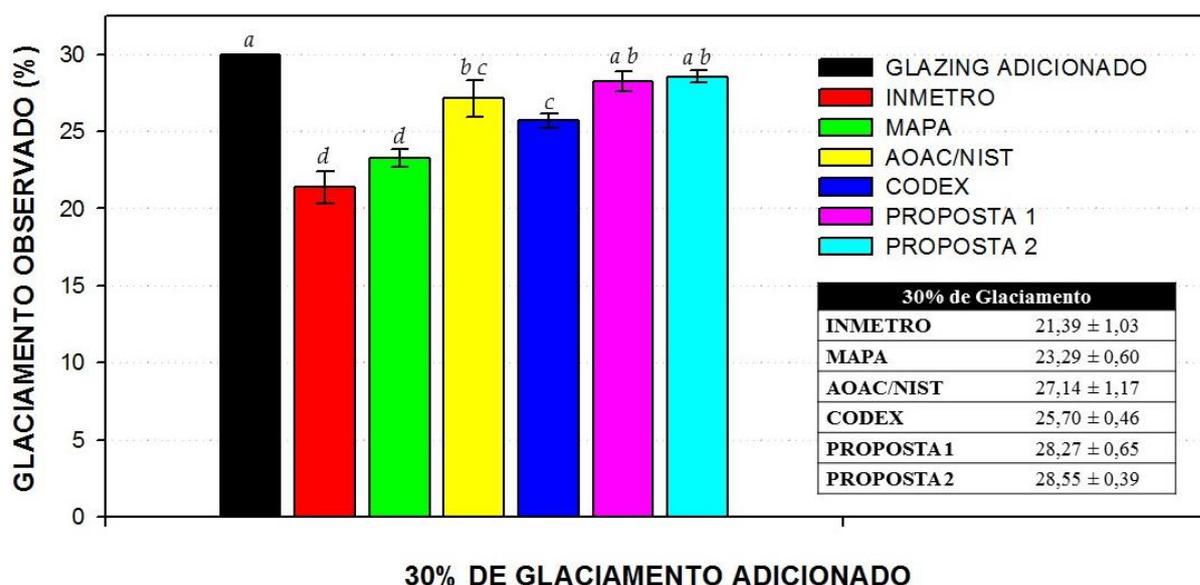


Figura 21 - Comparação da eficácia das metodologias em camarão com 30% de glaciamento (a, b, c, d Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$) pelo teste de Tukey).

Nas amostras com 40% de glaciamento (Figura 22), o único método que o valor da quantificação não diferiu com a quantidade de gelo presente na amostra foi a PROPOSTA 2, com média de valores encontrados próximos a 38%.

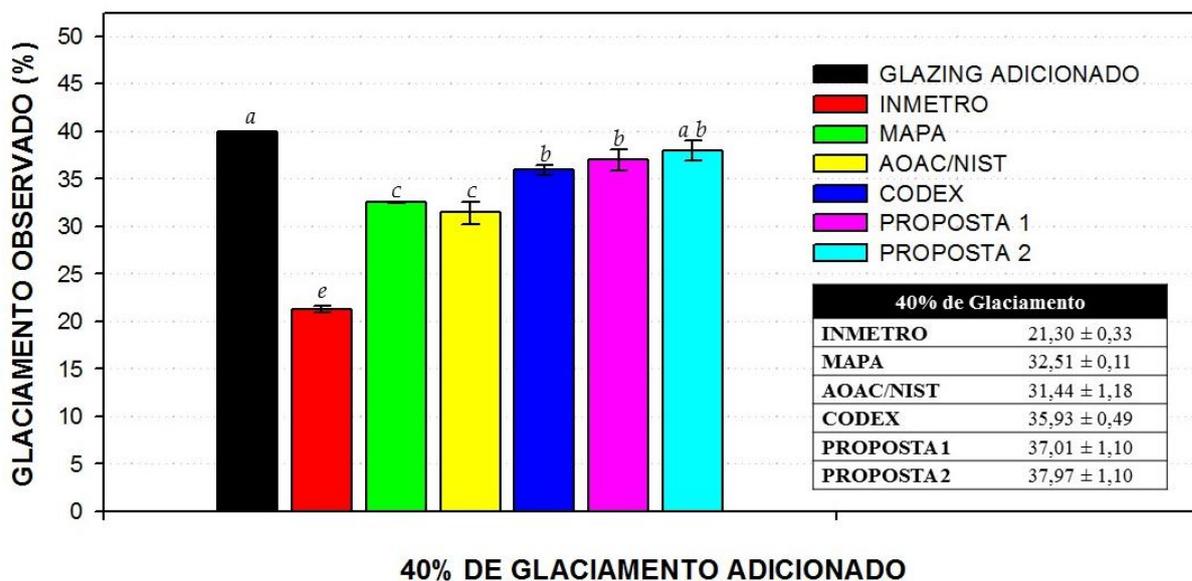


Figura 22 - Comparação da eficácia das metodologias em camarão com 40% de glaciamento (a, b, c, d, e Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$) pelo teste de Tukey).

Os métodos PROPOSTA 1 e CODEX obtiveram valores observados inferiores ao observado na PROPOSTA 2, porém não diferiram entre si ($p < 0,05$), mas foram estatisticamente inferiores à quantidade de glaciamento presente nas amostras. O método do INMETRO obteve o valor mais baixo entre todos os métodos, diferindo dos mesmos.

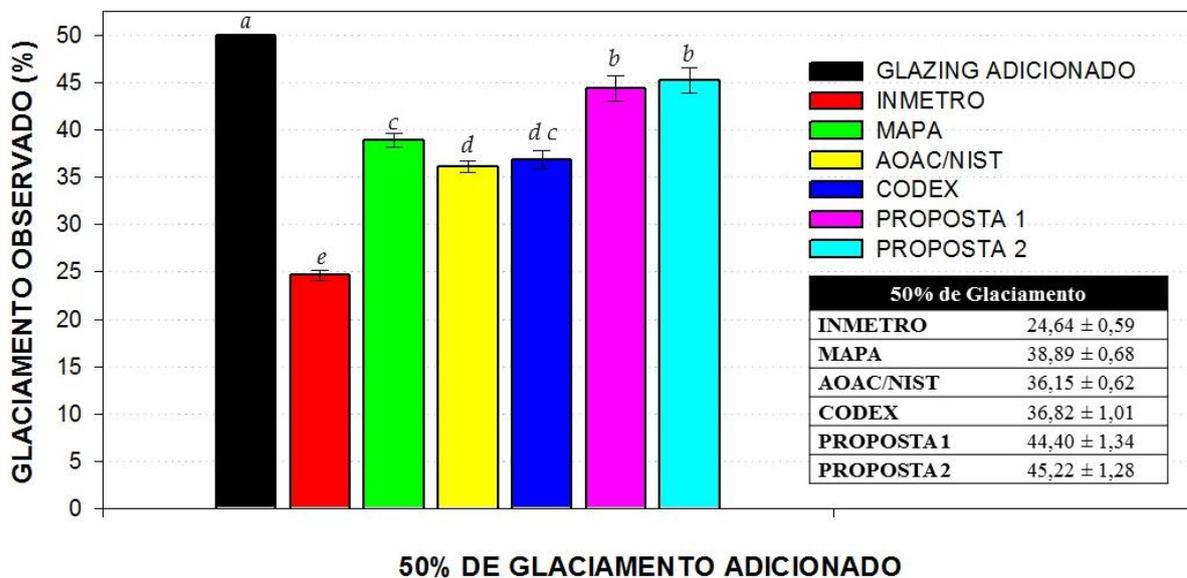


Figura 23 - Comparação da eficácia das metodologias em camarão com 50% de glaciamento (a, b, c, d, e Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$) pelo teste de Tukey).

Nas amostras com 50% de glaciamento (Figura 23), todas as metodologias diferiram do percentual de glaciamento presente nos camarões. Sendo a PROPOSTA 2 a que conseguiu quantificar um valor mais próximo do desejado, não diferindo da PROPOSTA 1. As metodologias do MAPA, AOAC/NIST e CODEX, obtiveram valores semelhantes não diferindo estatisticamente entre si ($p < 0,05$). O INMETRO foi o método com menor valor observado neste nível de glaciamento.

Quando com 60% de glaciamento (Figura 24), como nas amostras com 50%, nenhum método conseguiu quantificar valores aproximados ao desejado. Para este nível de glaciamento a PROPOSTA 2 foi que mais se aproximou com 51,63% de glaciamento quantificado, ainda assim foi inferior significativamente a quantidade de gelo adicionado ao produto. Neste percentual de glaciamento todos os métodos diferiram entre si.

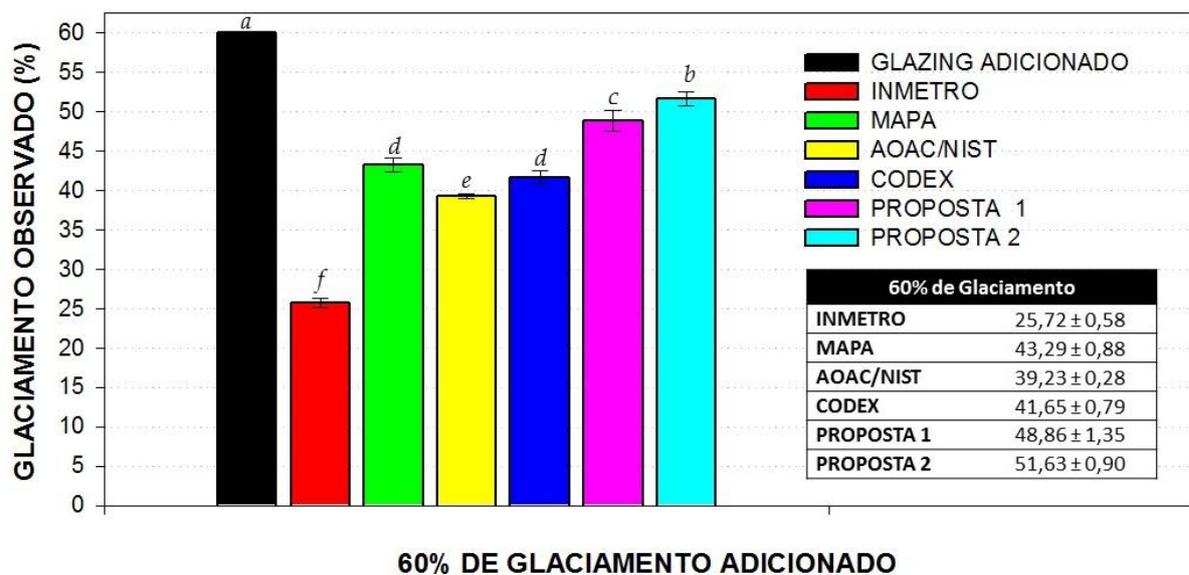


Figura 24 - Comparação da eficácia das metodologias em camarão com 60% de glaciamento (a, b, c, d, e, f Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$) pelo teste de Tukey).

Pode-se observar na Figura 25 que as metodologias tiveram variações quanto à quantificação em cada percentual de glaciamento. Os percentuais que apresentaram maiores variações foram o de 60% e 50% respectivamente.

Do mesmo modo como visto por Matsuda et al. (2011), neste trabalho nenhum método recuperou uma quantidade de água superior a adicionada. No mercado, essa incorporação de gelo que não é quantificada pelos métodos vigentes (devido a ineficácia destes), pode acabar por prejudicar o consumidor, que acredita estar comprado um produto com certificação garantida pelo órgão fiscalizador, entretanto, acaba comprando gelo ao invés de pescado

Isso sugere que as metodologias regulamentadas pelos órgãos de fiscalização, sejam adequadas ou substituídas por outras mais acuradas, afim de que o consumidor tenha certeza de que o produto está de acordo com as normas.

COMPARAÇÃO DAS METODOLOGIAS

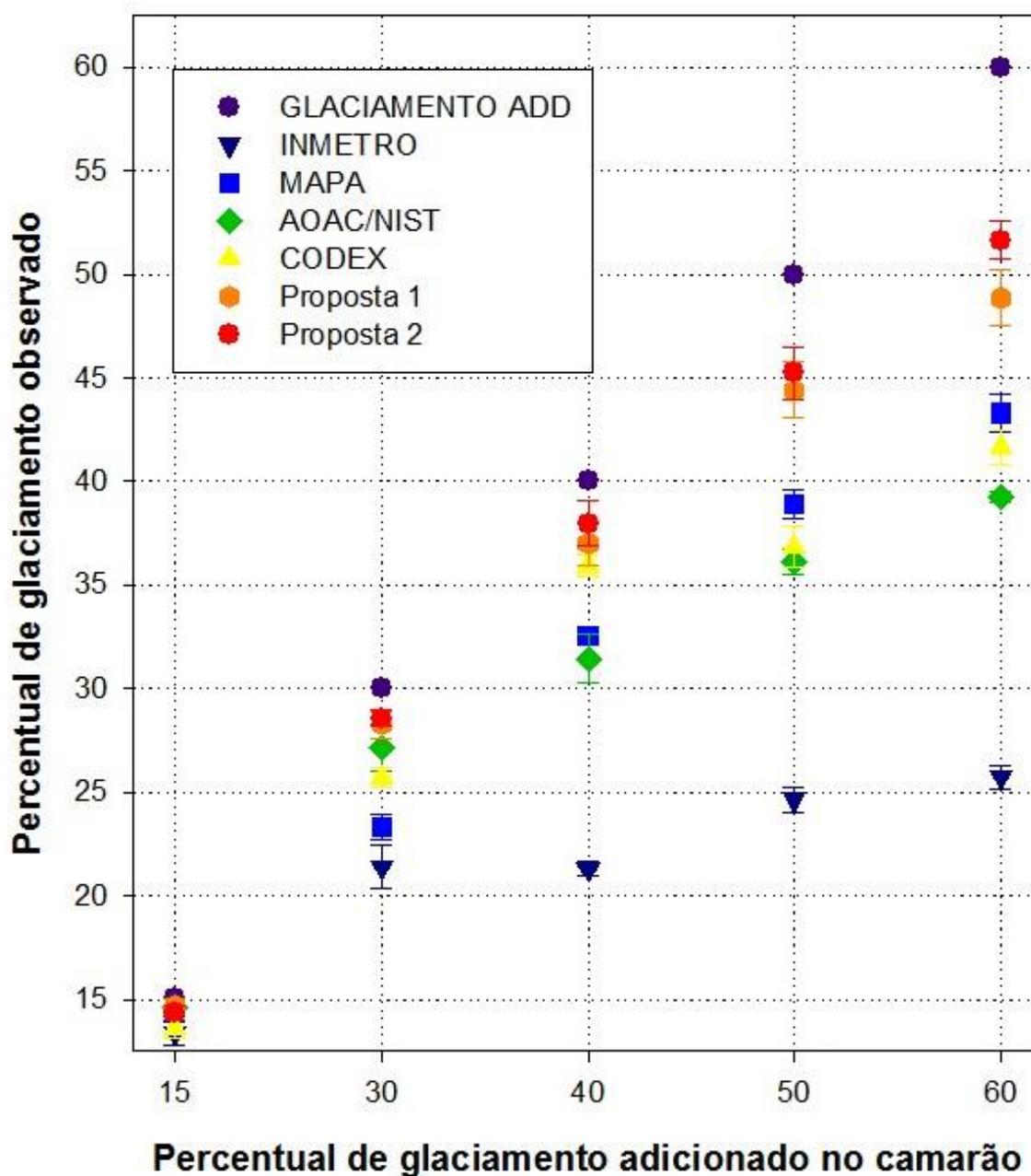


Figura 25 - Comparação das metodologias utilizadas na quantificação de glaciamento em camarão.

6. CONCLUSÕES

As metodologias oficiais nacionais e internacionais utilizadas para quantificação do percentual de glaciamento em pescado, têm uma relação proporcionalmente inversa ao percentual de glaciamento presente nas amostras. Ou seja, a eficácia das metodologias é reduzida com o aumento do percentual de glaciamento do produto.

Percebe-se que a adoção de um tempo fixo no banho para o descongelamento da camada de gelo da amostra, conforme o método do INMETRO foi insuficiente, tornando a quantificação do percentual de glaciamento ineficiente.

A subjetividade dos métodos (i. e., temperatura da água “fria” e “ambiente”; sentir, pelo tato, o a retirada total do gelo) acarreta uma grande variabilidade de resultados em amostras idênticas, não oferecendo precisão na quantificação. Deve-se ser considerada, a adoção de medidas que possam minimizar essa variação, como, utilização e calibração de balanças com quatro casas decimais, treinamento dos avaliadores e monitoramento constante da temperatura do banho de imersão.

As metodologias propostas (1 e 2) apresentaram quantificação de água adicionada igual ou superior às usuais, apresentando valores mais próximos ao glaciamento adicionado, em função da temperatura mais alta. O contato manual com a amostra, a ser desglaciada, permite um maior controle do momento exato que todo o gelo superficial se desprende da mesma, evitando o descongelamento da amostra. Dessa forma, podem auxiliar na monitoração do glaciamento presente no camarão e apresentando resultados mais próximos ao glaciado e com maior confiabilidade.

Sugere-se assim, que tais metodologias possam ser uma alternativa para os órgãos fiscalizadores, após estudo colaborativo de validação da metodologia.

7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AOAC. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis**. 19 ed. Arlington, 2011.

ARAÚJO, D. C. **Avaliação do programa nacional de desenvolvimento da aquicultura: o caso da carcinicultura marinha no nordeste**. 2003. 139 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Gestão Pública, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2003.

BRASIL. Ministério da Pesca e Aquicultura (MPA). **Boletim estatístico da pesca e aquicultura 2011**. Brasília: Ministério da Pesca e Aquicultura (MPA) 60 p., 2012.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, Gabinete do Ministro, **Instrução Normativa nº25** de 2 de junho de 2011, Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos para Controle de Pescado e seus Derivados. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 37p, 2011.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), Secretaria de Defesa Agropecuária (DAS), Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal (DIPOA), **Circular GA/DIPOA nº 26/2010** estabelece o limite máximo de Glaciamento em pescados congelados. 2010a.

BRASIL. Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior (MDIC), Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e qualidade Industrial (INMETRO), **Portaria nº38. 005 de 11 de fevereiro de 2010** estabelecem a metodologia para a determinação do peso líquido em pescados, moluscos e crustáceos glaciados. 2010b.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), Secretária de Defesa Agropecuária (DAS), **Portaria nº 457, de 10 de setembro de 2010** aprova o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade para Camarão Congelado. 2010c.

CODEX ALIMENTARIUS. Codex standard for quick frozen shrimp or prawns: Codex Stan 92, rev. 1. In: _____. **Codex alimentarius: international food standard**. Roma: FAO/WHO, 1995.

COSTA, E. F.; SAMPAIO, Y. Geração de empregos diretos e indiretos na cadeia produtiva do camarão marinho cultivado. **Revista de Economia Aplicada**, Ribeirão Preto, v. 8, n. 2, p.1-19, 2004.

DELGADO, A. E.; SUN, D. W. Heat and mass transfer models for predicting freezing processes – a review. **Journal of Food Engineering**. v. 47, p. 157-174, 2001.

DOBSON, J. E. F; McCLURE, F.D.; RAINOSEK, A .P. “A precollaborative Study of Weight Determination Methods for Quick Frozen Shrimp.” **Journal of AOAC International**, v.81, nº 1, p. 69-87 .1998.

EVANGELISTA, J. **Fraudes em Alimentos**. In: Evangelista, J. Tecnologia de Alimentos. São Paulo: Atheneu, p.577-584, 2005.

GONÇALVES, A. A. **Estudo do processo de congelamento do camarão associado ao uso do aditivo fosfato**. 2005. 170 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Produção) Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil.

GONÇALVES, A. A.; RECH, B. T.; RODRIGUES, P. M.; PUCCI, D. M. T. Quality evaluation of frozen seafood (*Genypterus brasiliensis*, *Prionotus punctatus*, *Pleoticus muelleri* and *Perna perna*) previously treated with phosphates. **Pan-American Journal of Aquatic Sciences**. v.3,n.3, p. 248-258, 2008.

GONÇALVES, A. A.; RIBEIRO, J. L. D. Optimization of the red shrimp (*Pleoticus muelleri*) freezing process previously treated with phosphates. **International Journal of Refrigeration**. v. 31, n. 1, p. 1134-1144, 2008.

GONÇALVES, A.A. **Resfriamento e Congelamento**. In: Gonçalves, A.A. Tecnologia do Pescado: Ciência, Tecnologia, Inovação e Legislação. São Paulo: Atheneu, p. 108-133, 2011.

GONÇALVES, A. A.; GINDRI JUNIOR, C. S. G. The effect of glaze uptake on storage quality of frozen shrimp. **Journal of Food Engineering**. v. 90, p. 285–290, jul. 2009.

GRUDA, Z.; POSTOLSKI, J. **Tecnologia de la congelacion de los alimentos**. Saragoza: Acribia, 630p, 1998.

HOSSAIN, M. A.; ALIKHAN, M. A.; ISHIHARA, T.; HARA, K.; OSATOMI, K.; OSAKA, K.; NAZAKI, Y. Effect of proteolytic squid protein hydrolysate on the state of water and denaturation of lizardfish (*Saurida wanieso*) myofibrillar protein during freezing. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**. v. 5, p. 73-79, 2004.

INSTITUTO BRASILEIRO DE DEFESA DO CONSUMIDOR. Brasileiro compra água a preço de peixe. **IDEC em ação: alimentos**, São Paulo, 2005. Disponível em: <<http://www.idec.org.br/emacao>>. Acesso em: 01 jun. 2013.

JACOBSEN, S.; FOSSAN, K. M. Temporal variations in the glaze uptake on individually quick frozen prawns as monitored by the CODEX standard and the enthalpy method. **Journal of Food Engineering**. v. 48, p. 227-233, sep. 2001.

KOLICHESKI, M. B. Fraudes em Alimentos. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, v. 12, n. 1. Curitiba. 1994.

LI, X.; LI, J.; ZHU, J.; FU, Y. W. L.; XUAN, L. Postmortem changes in yellow grouper (*Epinephelus awoara*) fillets stored under vacuum packaging at 0°C. **Food Chemistry**, v. 126, n. 3, p.896-901, jun. 2011.

LIN, C.; LIN, C. Enhancement of the storage quality of frozen bonito fillets by glazing with tea extracts. **Food Control**. v. 16, n. 2, p. 169-175, Feb, 2005.

MAIA, L. R. F. T.; PEREIRA, J. S. Estudo comparativo entre três técnicas de desglaciamento de filé de pescada. **Revista Higiene Alimentar**, v. 25, n. 194/195, p.178-186 mar/abr de 2011.

MANSO, T.; TEXEIRA, L.; CORREIA, P. M. R. Frozen Fish: Control of Glazing Operation. **International Journal of Biological, Food, Veterinary and Agricultural Engineering**. v. 7, n. 7, 2013.

MATSUDA, C. S.; NEIVA, C. R. P.; MACHADO, T. M.; CASARINI, L. M.; TOMITA, R. Y. Avaliação da acurácia e precisão dos métodos utilizados para quantificar o glaciamento em filé de pescado. In: Congresso Brasileiro de Iniciação Científica. 2011. São Paulo. **Anais**. São Paulo: Universidade Santa Cecília, 2011.

NIST, “**NIST Handbook 133, Checking the Net Contents of Packaged Goods, as adopted by the 89th conference on weights and measures 2004**”. NIST, Weights and Measures Division Gaithersburg, MD 20899-2600 4^o Edition, January, 2013.

OCAÑO-HIGUERA, V. M.; MARQUEZ-RÍOS, E.; CAZINALES-DÁVILA, M.; CASTILLO-YÁÑEZ, F. G.; PACHECO-AGUILAR, R.; LUGO-SÁNCHEZ, M. E.; GARCÍA-OROZCO, K. D.; GRACIANO-VERDUGO, A. Z. Postmortem changes in cazon fish muscle stored on ice. **Food Chemistry**, v. 116, n. 4, p.933-938, out. 2009.

OGAWA, M. **O pescado como alimento**. In: OGAWA, M.; MAIA, E. L. Manual de pesca, ciência e tecnologia do pescado. São Paulo: Livraria Varela, cap. 1, p. 3-5, 1999.

ORDONEZ PEREDA, J. A.; RODRIGUEZ, M. I. C.; ALVAREZ, L. F.; SANZ, M. L. G.; MINGUILLON, G. D. G. F.; PERALES, L. H.; CORTECERO, M. D. S. **Conservação do pescado e do marisco mediante a aplicação do frio**. In: ORDONEZ PEREDA, J. A. Tecnologia de Alimentos. São Paulo: ArtMed, v. 2, p. 231-238, 2005.

QUEIROZ, L.; ROSSI, S.; MEIRELES, J.; COELHO, C. Shrimp aquaculture in the federal state of Ceará, 1970- 2012: Trends after mangrove forest privatization in Brazil. **Ocean & Coastal Management**, Florida, v. 73, p.54-62, mar. 2013.

RIBEIRO, S. N.; MARCELLO, T. M. **Avaliação da perda líquida no degelo de filés de tilápia realizada por desglaciamento**. 2013. 38f. Trabalho de Conclusão de Curso (Curso Superior em Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal Tecnológica do Paraná, Londrina, Brasil.

RIEDEL, Guenther. **Controle sanitário dos alimentos**. 2. ed. São Paulo: Atheneu, 1992.

ROCHA, I. de P. Riscos da importação de camarão para os crustáceos cultivados e nativos do Brasil. **Revista da ABCC**, v. 15, n. 1, p. 18–23, 2013.

ROCHA, I. de P.; BORBA, M.; NOGUEIRA, J. O censo da carcinicultura nacional em 2011. **Revista da ABCC**, v. 15, n. 1, p. 24–28, 2013.

SEAFISH. **Research and development fact sheet glazing**. Grimsby, 2008. 3p. Disponível em: <<http://www.seafish.org>>. Acesso em: 12 de junho de 2015.

SEBRAE. Serviço de Apoio às Micro e Pequenas Empresas. Relatório estudo de mercado da Aquicultura e Pesca: Camarões, Setembro, 2008.

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

TAVARES, L. F.; TAVARES, M. F; FERNANDES, T. A. **Análise da perda líquida no degelo e o preço real do quilo do filé de peixe cação utilizado em um restaurante comercial na cidade de Niterói, RJ**. In: XIII SIMPEP, Bauru. nov. 2006.

TAVARES, M., GONÇALVES, A. A. **Aspectos Físico-químicos do Pescado**. In: Gonçalves, A. A. *Tecnologia do Pescado: Ciência, Tecnologia, Inovação e Legislação*. São Paulo: Atheneu, p. 500-514, 2011.

TSIRONI, T.; DERMESONLOUOGLOU, E.; GIANNAKOUROU, M.; TAOUKIS, P. Shelf life modelling of frozen shrimp at variable temperature conditions. **LWT - Food Science and Technology**. v. 42, p. 664–671, jul. 2009.

VANHAEICHE, L.; VERBEKE, W.; BRABANDER, H. F. De. Glazing of frozen fish: Analytical and economic challenges. **Analytica Chimica Acta**. v. 672, p. 40–44, mar. 2010.

8. ANEXOS

ANEXO A – Protocolo de determinação do peso líquido de pescado glaciado (INMETRO)

1 - OBJETIVO

1.1 - Este Regulamento Técnico Metrológico estabelece a metodologia para determinação do peso líquido de pescado, moluscos e crustáceos glaciados.

2 - CAMPO DE APLICAÇÃO

2.1 – Este Regulamento Técnico Metrológico se aplica ao controle metrológico de pescado, moluscos e crustáceos, glaciados pré-medidos.

3 - DEFINIÇÕES

3.1- Serão considerados pescados, moluscos e crustáceos os organismos aquáticos marinhos ou de água doce, capturados ou cultivados.

3.2 - Será considerado glaciado o produto congelado com cobertura de gelo.

4- SIGLAS USADAS NAS FÓRMULAS

PB Peso Bruto

PPg Peso do Produto Glaciado

PE Peso da Embalagem

PPD Peso do Produto Desglaciado

Pg Peso de Gelo

PEF Peso Efetivo

PPgM Peso Médio Absoluto do Produto Glaciado

PPDM Peso Médio Absoluto do Produto Desglaciado

PGAR Quantidade Relativa de Gelo na Amostra

5 - MATERIAL BÁSICO:

- a) Balança, com divisão mínima 0,1g;
- b) Termômetro com precisão de 0,1°C, abrangendo a faixa – 30°C a 50°C;
- c) Recipiente paralelepípedo com um volume mínimo de 10 litros de água;

- d) Peneira com malha de 2,4 mm em aço inoxidável;
- e) Freezer;
- f) Cronômetro.

6 - PROCEDIMENTO

6.1 - Identificar o produto.

6.2 - Identificar individualmente (numerar, posicionar ou outro método) as embalagens, verificando se todas estão em perfeitas condições para exame.

6.3 - Separar aleatoriamente um grupo de 3 a 6 unidades da amostra coletada sem que perca a cadeia de frio até o momento de imersão do produto.

6.4 - Determinar Peso Bruto (PB)

6.4.1 - Pesar o produto já identificado.

6.5 - Determinar Peso da Embalagem

6.5.1 - Pesar a embalagem e/ou invólucro totalmente limpos e sem resíduos obtendo-se assim o valor de (PE).

6.6 - Determinar o Peso do Produto Glaciado subtraindo-se do Peso Bruto o peso da embalagem correspondente. $PPg = PB - PE$

6.7 - Com o produto já sem embalagem acomodá-lo em uma peneira previamente tarada e submergir o conjunto em um recipiente com água.

6.7.1 - O conjunto peneira mais o produto deverão permanecer submerso em sua totalidade pelo tempo de 20 segundos \pm 1 segundo.

6.7.2 - A temperatura do banho antes de se imergir o produto, deverá estar em $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.7.3 - Durante o tempo em que permanecer submerso dever-se-á mexer suavemente o conjunto peneira mais produto.

6.8 - Retirar o conjunto peneira mais produto e deixar escorrer por 30 segundos \pm 1 segundo.

6.8.1 - Para facilitar a drenagem, a peneira deverá permanecer inclinada em um ângulo entre 15° e 17° .

6.9 - Pesar o conjunto determinando com isso o peso do produto desglaciado (PPD).

6.10 - Determinar o peso de gelo contido no produto (Pg) subtraindo-se do peso produto glaciado (PPg) o peso do produto desglaciado (PPD). $Pg = PPg - PPD$

6.11 - Proceder o exame de cada uma das seis unidades.

6.12 - Determinar o peso médio absoluto do produto glaciado usando a seguinte fórmula:

$$(PPgM) = PPg1 + PPg2 + PPg3 + PPg4 + PPg5 + PPg6/6$$

6.13 - Determinar o peso médio do produto desglaciado usando a seguinte fórmula:

$$(PPDM) = PPD1 + PPD2 + PPD3 + PPD4 + PPD5 + PPD6 / 6$$

6.14 - Determinação da quantidade relativa de gelo na amostra:

$$PGAR = PPgM - PPDM / PPgM$$

6.15 - Cálculo para determinação do peso efetivo:

$$PEF = (PB - PE) \cdot (1 - PGAR).$$

6.16 - Obtido o peso efetivo do produto se aplicará a Resolução GMC em vigor sobre Controle Metrológico de Produtos Pré-medidos Comercializados em Unidades de Massa e Volume.

7 - CONSIDERAÇÕES GERAIS

Durante o período de transporte e transferência das amostras até o laboratório e durante a sua armazenagem, a temperatura do produto não poderá ser superior a - 6°C (menos seis graus Celsius). No momento do exame, o produto selecionado para o desglaciamento deve estar a uma temperatura entre (- 6 °C) e (- 22 °C). O banho deve ter no mínimo a quantidade em volume de 10 vezes a quantidade do produto a se desglaciar.

ANEXO B – Protocolo de determinação do peso líquido de pescado glaciado (MAPA)

4.4.1. PRINCÍPIO

O método baseia-se na remoção em condições controladas do glaciamento da amostra para determinação do peso do produto desglaciado e percentual de glaciamento.

4.4.2. CAMPO DE APLICAÇÃO

Pescados congelados glaciados.

4.4.3. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

- a) Balança com resolução de 0,1 g;
- b) Termômetro com resolução de 0,1°C, abrangendo a faixa 0°C a 30°C;
- c) Recipiente paralelepípedo com um volume superior a 10 vezes o peso bruto da amostra;
- d) Peneira com malha de 2,4 mm em aço inoxidável;
- e) Cronômetro.

4.4.4. REAGENTES E SOLUÇÕES

Não aplicável.

4.4.5. PROCEDIMENTO DE ANÁLISE

- a) Pesar a amostra com embalagem e isenta de gelo exterior, obtendo-se o peso bruto (PB) da amostra;
- b) Pesar a embalagem e/ou invólucro totalmente limpos e sem resíduos obtendo-se assim o valor do peso da embalagem (PE);
- c) Com o produto já sem embalagem, acomodá-lo em uma peneira e submergir o conjunto em um recipiente contendo um volume aproximado de água de 10 vezes o peso da amostra, observando o volume mínimo de 10 litros. O banho deve estar a uma temperatura de 20°C ± 2°C;
- d) Manter o conjunto peneira mais produto submerso até a percepção tátil de que todo o glaciamento foi retirado, evitando-se o descongelamento;
- e) Retirar o conjunto peneira mais produto e deixar escorrer por 50 segundos ± 10 segundos. Para facilitar a drenagem, a peneira deverá permanecer inclinada em um ângulo entre 15° e 17°.

A água aderida na superfície da amostra deve ser removida com o auxílio de toalhas de papel, evitando-se pressionar a amostra;

f) Pesar a amostra desglaciada determinando, com isso, o peso do produto desglaciado (Ppd);

g) Repetir este procedimento para as 5 amostras restantes.

Observações:

. Para amostras de camarão, é recomendável que a peneira seja pesada antes do banho e a amostra desglaciada pesada em conjunto com a mesma, subtraindo-se o peso da peneira do peso obtido para obtenção do Ppd da amostra.

. Durante o período de transporte e transferência das amostras até o laboratório e durante a sua armazenagem, a temperatura do produto não poderá ser superior a -6°C. No momento do ensaio, a amostra deve estar a uma temperatura entre -6°C e -12°C.

4.4.6. EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Determinar o peso do produto glaciado para cada amostra subtraindo-se do peso bruto o peso da embalagem correspondente:

$$Ppg = PB - PE$$

a) Reportar o "peso glaciado" (PG) como a média dos PPg:

$$PG = Ppg / n$$

b) Reportar o "peso desglaciado"(PD) como a média dos Ppd:

$$PD = Ppd / n$$

c) Determinar o percentual de glaciamento utilizando a seguinte fórmula:

$$\% \text{ de glaciamento} = (PG - PD) / PG$$

ANEXO C – Metodologia para Quantificação de Glaciamento (AOAC/NIST)

Remove package from low temperature storage, open immediately and place contents under gentle spray of cold water. Agitate carefully so product is not broken. Spray until all ice glaze that can be seen or felt is removed. Transfer product to circular No. 8 sieve, 20 cm (8”) diameter for packages #0.9 kg (2 lb) and 30 cm (12”) for packages >0.9 kg (2 lb). Without shifting product, incline sieve at angle of 17-20E to facilitate drainage and drain exactly 2 min. (stopwatch). Immediately transfer product to tared pan (B) and weigh (A). Weight of product=A-B.

ANEXO D – Metodologia para Quantificação de Glaciamento (CODEX)

(1) Open the package with quick frozen shrimps or prawns immediately after removal from low temperature storage.

(i) For the raw product, place the contents in a container into which fresh water at room temperature is introduced from the bottom at a flow of approximately 25 litres per minute;

(ii) For the cooked product place the product in a container containing an amount of fresh potable water of 27°C (80° F) equal to 8 times the declared weight of the product. Leave the product in the water until all ice is melted. If the product is block frozen, turn block over several times during thawing. The point at which thawing is complete can be determined by gently probing the block apart.

(2) Weigh a dry clean sieve with woven wire cloth with nominal size of the square aperture 2.8 mm (ISO Recommendation R565) or alternatively 2.38 mm (US No. 8 Standard Screen).

(i) If the quantity of the total contents of the package is 500 g (1.1 lbs) or less, use a sieve with a diameter of 20 cm (8 inches);

(ii) If the quantity of the total contents of the package is more than 500 g (1.1 lbs) use a sieve with a diameter of 30 cm (12 inches).

(3) After all glaze that can be seen or felt has been removed and the shrimps or prawns separate easily, empty the contents of the container on the previously weighed sieve. Incline the sieve at an angle of about 20° and drain for two minutes.

(4) Weigh the sieve containing the drained product. Subtract the mass of the sieve; the resultant figure shall be considered to be the net content of the package.