

# UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA ANIMAL MESTRADO EM CIÊNCIA ANIMAL

A RELAÇÃO UMIDADE/PROTEÍNA NO CAMARÃO BRANCO DO PACÍFICO

Litopenaeus vannamei COMO UM PARÂMETRO DE IDENTIFICAÇÃO DE FRAUDE

POR ADIÇÃO DE ÁGUA

#### MARIA ÉRICA DA SILVA OLIVEIRA

# A RELAÇÃO UMIDADE/PROTEÍNA NO CAMARÃO BRANCO DO PACÍFICO Litopenaeus vannamei COMO UM PARÂMETRO DE IDENTIFICAÇÃO DE FRAUDE POR ADIÇÃO DE ÁGUA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência Animal da Universidade Federal Rural do Semi-Árido como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência Animal.

Linha de Pesquisa: Tecnologia do Pescado Orientador: Prof. Dr. Alex Augusto Gonçalves

MOSSORÓ

©Todos os direitos estão reservados à Universidade Federal Rural do Semi-Árido. O conteúdo desta obra é de inteira responsabilidade do (a) autor (a), sendo o mesmo passível de sanções administrativas ou penais, caso sejam infringidas as leis que regulamentam a Propriedade Intelectual, respectivamente, Patentes: Lei nº 9.279/1996, e Direitos Autorais: Lei nº 9.610/1998. O conteúdo desta obra tornar-se-á de domínio público após a data de defesa e homologação da sua respectiva ata, exceto as pesquisas que estejam vinculas ao processo de patenteamento. Esta investigação será base literária para novas pesquisas, desde que a obra e seu (a) respectivo (a) autor (a) seja devidamente citado e mencionado os seus créditos bibliográficos.

#### Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) Biblioteca Central Orlando Teixeira (BCOT) Setor de Informação e Referência (SIR)

```
OLIVEIRA, MARIA ÉRICA DA SILVA.

A RELAÇÃO UMIDADE/PROTEÍNA NO CAMARÃO BRANCO
DO PACÍFICO Litopenaeus vannamei COMO UM
PARÂMETRO DE IDENTIFICAÇÃO DE FRAUDE POR ADIÇÃO
DE ÁGUA / MARIA ÉRICA DA SILVA OLIVEIRA. - 2019.
77 f.: il.

Orientador: ALEX AUGUSTO GONÇALVES.
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal
Rural do Semi-árido, Programa de Pós-graduação em
Ciência Animal, 2019.

1. PESCADO. 2. CAMARÃO. 3. QUALIDADE. 4.
ADITIVOS. 5. FRAUDE. I. GONÇALVES, ALEX AUGUSTO,
orient. II. Título.
```

O serviço de Geração Automática de Ficha Catalográfica para Trabalhos de Conclusão de Curso (TCC's) foi desenvolvido pelo Instituto de Ciências Matemáticas e de Computação da Universidade de São Paulo (USP) e gentilmente cedido para o Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (SISBI-UFERSA), sendo customizado pela Superintendência de Tecnologia da Informação e Comunicação (SUTIC) sob orientação dos bibliotecários da instituição para ser adaptado às necessidades dos alunos dos Cursos de Graduação e Programas de Pós-Graduação da Universidade.

#### MARIA ÉRICA DA SILVA OLIVEIRA

# A RELAÇÃO UMIDADE/PROTEÍNA NO CAMARÃO BRANCO DO PACÍFICO Litopenaeus vannamei COMO UM PARÂMETRO DE IDENTIFICAÇÃO DE FRAUDE POR ADIÇÃO DE ÁGUA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência Animal da Universidade Federal Rural do Semi-Árido como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência Animal.

Linha de Pesquisa: Tecnologia do Pescado

Defendida em: 25 / 02 / 2019.

#### **BANCA EXAMINADORA**

Prof. Dr. Alex Augusto Gonçalves (UFERSA)

Presidente

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

Membro Examinador

Profa. Dra. Maria Rociene Abrantes (UFERSA)

Membro Examinador

Aos meus pais Geraldo e Nilsa, meus irmãos, meu esposo Thiago, assim como toda a minha família, pela paciência, compreensão, carinho e amor.

Amo vocês!

Dedico.

#### **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente à Deus, por sempre estar ao meu lado, protegendo-me e guiando-me. Obrigada, meu Pai!

Aos meus amigos de todas as horas, meu Pai e minha Mãe! Senhor Geraldo e Dona Nilsa, amo vocês eternamente.

Ao meu esposo, Thiago Mendes. Obrigada por sempre acreditar em mim. Você foi muito importante nessa minha caminhada. Serei grata eternamente. Te amo!

Aos meus amados e queridos irmãos Elivando, Eliando, Edivan, Ediclei e Edime, pelo apoio nas minhas decisões e ajuda em tudo o que precisei. Assim como aos meus sobrinhos e cunhadas, que sempre me alegram.

Ao Professor Dr. Alex Augusto Gonçalves pela orientação, dedicação e confiança. Obrigada pelos ensinamentos e oportunidade de pesquisar junto ao senhor, que tenho como um exemplo para mim. Muito obrigada!

Aos amigos que fiz e me ajudaram durante essa jornada, Roosevelt Júnior, Felipe Veríssimo, Werona Oliveira, Keliane Maia, Allison Lima, Ana Paula, Josué, Silvestre, Matheus, Vilson e Vinicius. Meu muito obrigada!

Aos membros do Laboratório de Tecnologia e Controle de Qualidade do Pescado, Laboratório de Nutrição Animal, Laboratório de Bioquímica e do Laboratório de Nutrição de Plantas pelo suporte acadêmico.

Aos Técnicos Vilma, Tatiana e Bruno. Obrigada pela atenção. Vocês foram essenciais para realização da pesquisa.

À UFERSA - Universidade Federal Rural do Semiárido e ao PPGCA, por oferecerem a oportunidade do curso de Pós-Graduação em Ciência Animal.

Agradeço à CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior pela concessão da bolsa durante todo o período de realização do mestrado.

À Indukern Brasil pela disponibilidade dos aditivos utilizados na realização da pesquisa.

E a todos cujos nomes não foram citados, mas que contribuíram de forma direta ou indiretamente para a realização desse trabalho.

"O sonho é que leva a gente para a frente.

Se a gente for seguir a razão,
fica aquietado, acomodado."

Ariano Suassuna.

#### **RESUMO**

Considerando a flutuação de temperatura durante a cadeia do frio do pescado, onde o produto é submetido aos ciclos de congelamento e descongelamento, às práticas comuns de importação e exportação e a comercialização, o objetivo do presente estudo foi avaliar a eficácia de vários aditivos alimentares umectantes em L. vannamei após dois ciclos de congelamento e descongelamento e, ao mesmo tempo, verificar se a relação umidade-proteína de camarões frescos e congelados descongelados (tratados ou não com aditivos) pode ser útil na identificação de fraude econômica por adição de água. Amostras de camarão foram submetidas aos seguintes tratamentos: Controle (C - camarão fresco); T1 (água destilada); T2 (5% NaCl); T3 (tripolifosfato de sódio a 5% TPF); T4 (5% CARNAL 961); T5 (5% NP-30); T6 (5% de BRIFISOL 450); e T7 (5% BRIFISOL S5). Todas as soluções foram preparadas com água destilada (5°C) e o tempo de imersão foi estabelecido em 60 min. As amostras foram divididas em dois grupos: GRUPO I – amostras que foram imersas e submetidas ao 1º congelamento (-35°C/24 h), armazenamento (-35°C/15 dias), 1° descongelamento (5°C/24 h), 2° congelamento (-35°C/24 h), armazenamento (-35°C/15 dias) e 2° descongelamento (5°C/24 h); GRUPO II – amostras que foram imersas novamente nos mesmos aditivos após o primeiro descongelamento, e prosseguiram ao 2º congelamento, armazenamento e descongelamento. Após cada etapa, foi determinado o rendimento (%) e realizadas as análises físico-químicas (umidade, proteína, sódio, fosfato, pH e capacidade de retenção de água - CRA). Os aditivos mostraram-se eficientes no ganho de peso e redução de perda de peso das amostras. Para os valores de umidade, proteína e relação umidade-proteína (RUP), verificou-se que houve diferença significativa (p<0.05) entre as amostras imersas em aditivos umectantes e a controle. A eficácia dos aditivos na CRA dependeu do número de ciclos de descongelamento. O maior valor de pH encontado foi de 8,62 (amostra tratada com NP-30), ultrapassando os limites estabelecidos pela legislação para camarão (7,85). Os maiores teores de fosfato foram encontados nas amostras tratadas com TPF, CARNAL-961, BRIFISOL 450 e BRIFISOL S5. Para todos as amostras tratadas com aditivos, houve aumento no teor de sódio. A análise de componentes principais (ACP) demostrou que as duas imersões e os diferentes aditivos utilizados foram determinantes para o comportamento das variáveis. Os resultados indicaram que a utilização dos aditivos umectantes na concentração e tempo sugeridos na pesquisa não foi capaz de exceder os limites da RUP estabelecidos pela legislação brasileira, demostrando que esse parâmetro deve ser reavaliado.

Palavras-chave: pescado; camarão; qualidade; retenção de água; aditivos; fraude

#### **ABSTRACT**

Considering the temperature fluctuation during the seafood cold chain, where the product are submitted to the freeze-thaw cycles, the common practices importation, exportation and market, the objective of the present study was to evaluate the efficacy of several humectant food additives in L. vannamei after two freeze-thaw cycles, and at the same time whether the moisture-protein ratio of fresh and frozen-thawed shrimp (treated or not with additives) may be useful in the economic fraud identification by water addition. Fresh shrimp samples were submitted to the following 8 treatments: Control (C – fresh shrimp); T1 (distilled water); T2 (5% NaCl); T3 (5% sodium tripolyphosphate STPP); T4 (5% CARNAL 961); T5 (5% NP-30); T6 (5% BRIFISOL 450); and T7 (5% BRIFISOL S5). All solutions were made with cold distilled water (5°C) and the immersion time was settled in 60 min. The samples were divided into two groups: GROUP I – samples that were immersed and submitted to the 1st freezing (-35°C/24 h), storage (-35°C/15 days), 1st thawing (5°C/24 h), 2nd freezing (-35°C/24 h), storage (-35°C/15 days), and 2<sup>nd</sup> thawing (5°C/24 h) and GROUP II – samples that were immersed again with the same additives after 1<sup>st</sup> thawing (5°C/24 h) and follow the 2<sup>nd</sup> freezing, storage and thawing. After each step, the yield (%) was determined and the physical-chemical analyzes were carried out (moisture, protein, sodium, phosphate, pH and water holding capacity - WHC). Additives were efficient in weight gain and weight loss reduction of the samples. For the values of moisture, protein and moisture-protein ratio (MPR), it was verified that there was a significant difference (p <0.05) between samples immersed in humectant additives and control. The effectiveness of the additives in WHC depended on the number of thawing cycles. The highest pH value found was 8.62 (sample treated with NP-30), exceeding the limits established by the legislation for shrimp (7,85). The highest phosphate levels were found in samples treated with STPP, CARNAL-961, BRIFISOL 450 and BRIFISOL S5. For all samples treated with additives, there was an increase in sodium content. Principal component analysis (PCA) showed that the two immersions and the different additives used were determinant for the behavior of the variables. The results indicated that the use of humectant food additives at the concentration and time suggested in this study was not able to exceed the MPR limits established by Brazilian legislation, proving that this parameter should be re-evaluated.

**Keywords:** seafood; shrimp; quality; water retention; additives; fraud

# LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Etapas do preparo das amostras	31
Figura 2. Esquema do planejamento experimental e realização das análises	33
<b>Figura 3.</b> Ganho e perda de peso após tratamentos com aditivos alimentares durante o primeiro ciclo de congelamento e descongelamento	36
<b>Figura 4.</b> Ganho e perda de peso após tratamentos com aditivos alimentares durante o primeiro e segundo ciclo de congelamento e descongelamento	38
<b>Figura 5.</b> Análise de Componentes Principais (ACP) dos parâmetros físico-químicos avaliados das amostras	57

# LISTA DE QUADROS

QUADRO 1. Teores de Umidade e Proteína de pesquisas científicas encontrada	s na literatura
sobre a composição centesimal de várias espécies de camarão	21
QUADRO 2. Resultados considerados dentro e fora dos padrões de RUP, p	H, Fosfato e
Sódio nas amostras de camarão após dois ciclos de imersão em aditivos umecta	ntes e dois de
congelamento/descongelamento	58

#### LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Teores de Umidade (%, g/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento
<b>Tabela 2.</b> Teores de Proteína (%, g/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento
Tabela 3. Valores da Relação Umidade/Proteína do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento       45
<b>Tabela 4.</b> Valores da Capacidade de Retenção de Água - CRA (%) do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento
Tabela 5. Valores de pH do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento       49
<b>Tabela 6.</b> Teores de fosfato (g/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento
<b>Tabela 7.</b> Teores de sódio (mg/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento

# LISTA DE ABREVIAÇÕES

ABCC Associação Brasileira de Criadores de Camarão

ACP Análise de Componentes Principais

AOAC Association of Official Analytical Chemists International

ATP Adenosina trifosfato

BLEND Misturas de fosfatos e/ou sais

CFIA Canadian Food Inspection Agency

CRA Capacidade de Retenção de Água

CODEX Codex Alimentarius

CP Componente Principal

g Gramas

LAPESC Laboratório de Tecnologia e Controle de Qualidade do Pescado

log Logaritmo

MAPA Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

min Minutos

mg Miligramas

NaCl Cloreto de Sódio

pH Potencial Hidrogeniônico

RUP Relação Umidade/Proteina

STPP Sodium tripolyphosphate

tonelada

TACO Tabela Brasileira de Composição de Alimentos

TPF Tripolifosfato de sódio

# SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	16
2. OBJETIVOS	18
2.1 Objetivo geral	18
2.2 Objetivos específicos	18
3. REFERENCIAL TEÓRICO	19
3.1 CAMARÃO	19
3.2 A RELAÇÃO UMIDADE/PROTEÍNA	20
3.2.1 Fatores que afetam a relação umidade/proteína	22
3.2.1.1 Alterações post-mortem	22
3.2.1.2 Pré-tratamento ao congelamento	22
3.2.1.3 O uso de aditivos em pescado	23
3.2.1.4 Congelamento	24
3.2.1.5 O potencial hidrogeniônico (pH)	25
3.2.1.6 Capacidade de Retenção de Água (CRA)	26
3.3 FRAUDE POR EXCESSO DE ÁGUA	27
4. MATERIAL E MÉTODOS	30
4.1 PREPARO DAS AMOSTRAS	30
4.2 DESENVOLVIMENTO DO EXPERIMENTO E ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICA	AS31
4.2.1 Análise de umidade	33
4.2.2 Análise de proteína	32
4.2.3 Análise de Capacidade de Retenção de Água (CRA)	32
4.2.4 Análise de pH	34
4.2.5 Análise de fosfato	34
4.2.6 Análise de sódio	34
4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA	34
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
5.1 RENDIMENTOS E PERDAS APÓS TRATAMENTOS COM ADITIVOS	35
5.2 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS	39
5.2.1 Umidade, proteína e relação U/P	39
5.2.2 Capacidade de Retenção de Água (CRA)	46
5.2.3 Potencial Hidrogeniônico (pH)	49
5.2.4 Análise de fosfato	51
5.2.5 Análise de sódio	53

5.2.6 Análise de Componentes Principais (ACP)5
5.2.7 Limites x Legislação5
REFERÊNCIAS6
APÊNDICES7
APÊNDICE A. Análise de Umidade: método – 950.46
APÊNDICE B. Análise de Proteína: método – 940.25
APÊNDICE C. Análise de Sódio: método – 969.23
APÊNDICE D. Gráfico com os teores de umidade (%, g/100g) das amostras após doi
ciclos de congelamento/descongelamento e com uma imersão
APÊNDICE E. Gráfico com os teores de umidade (%, g/100g) do camarão fresco e tratad
com aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com duas imersões7
APÊNDICE F. Gráfico com os valores de CRA (%) do camarão fresco e tratado con
aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com uma imersão7
APÊNDICE G. Gráfico com os valores de CRA (%) do camarão fresco e tratado cor
aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com duas imersões7
APÊNDICE H. Gráfico com os valores de pH do camarão fresco e tratado com aditivo
após dois ciclos de congelamento/descongelamento com uma imersão7
APÊNDICE I. Gráfico com os valores de pH do camarão fresco e tratado com aditivo
após dois ciclos de congelamento/descongelamento com duas imersões
APÊNDICE J. Gráfico com os teores de fosfato (g/100g) do camarão fresco e tratado con
aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com uma imersões7
APÊNDICE K. Gráfico com os teores de fosfato (g/100g) do camarão fresco e tratado cor
aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com duas imersões7
APÊNDICE L. Gráfico com os teores de sódio (mg/100g) do camarão fresco e tratado cor
aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com uma imersões7
APÊNDICE M. Gráfico com os teores de sódio (mg/100g) do camarão fresco e tratad
com aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com duas imersões7
APÊNDICE N. Tabela sumarizando o percentual de variâncias explicadas por cad
componente na ACP
APÊNDICE O. Gráfico com o percentual de variâncias explicadas por cada component na ACP
APÊNDICE P. Tabela com os valores de variâncias para cada componente na ACP7

# 1. INTRODUÇÃO

Conceitua-se pescado os peixes, crustáceos, moluscos, anfíbios, répteis, equinodermos e outros animais aquáticos utilizados na alimentação humana (BRASIL, 2017a). Esse grupo apresenta uma excelente composição química, sendo uma fonte importante de nutrientes na dieta humana e, comparado com outros produtos de origem animal, é o que apresenta melhor digestibilidade (RIBEIRO et al., 2009; MENEGASSI, 2011).

Sua carne possui uma constituição química característica que lhe confere grande riqueza nutricional, i.e., elevado teor de água (50-85%), alto teor proteico (12-24%), baixo teor de carboidratos (0,1-3%), e teor lipídico variável, entre 0,1 e 22%. Além disso, é considerado fonte importante de minerais (0,8-2%) (K> P> Na> Mg> Ca> Zn> Cu) e vitaminas B, A, D e E (MENEGASSI, 2011; ESTEVES et al., 2016).

O consumo de pescado tem aumentado significativamente nas últimas décadas, em virtude do crescimento populacional e da busca dos consumidores por alimentos mais saudáveis (FAO, 2018). No entanto, por ser uma fonte de proteína de alta qualidade, é um dos principais alvos de fraude na indústria de alimentos (RASMUSSEN; MORRISSEY, 2008; KYROVA et al., 2017). A adulteração de alimentos motivada economicamente, também conhecida como fraude alimentar, é a adulteração intencional de alimentos para a obtenção de vantagem financeira. Como exemplos de práticas fraudulentas na indústria pesqueira, podem ser citadas a troca de espécies, o glaciamento não compensado, erros intencionais na rotulagem e adição de água por tratamento com aditivos alimentares. Essas práticas estão sendo amplamente divulgadas e vêm ganhando grande atenção do público nos últimos anos (VAN-RUTH et al., 2014; PARDO et al., 2016).

Aditivos capazes de aumentar a retenção de água têm sido usados há muitos anos com a finalidade de garantir estabilidade e qualidade dos produtos alimentícios. No entanto, a adição de água além dos limites legais pode resultar em fraude econômica. Deve-se ressaltar que a perda de água, assim como o excesso de água, pode comprometer a qualidade e a aceitação do produto (GONÇALVES, 2017).

Com a evolução das práticas comerciais, a retenção de umidade no pescado tornou-se um dos objetivos da indústria, com a finalidade de reduzir a perda por gotejamento (cozimento ou descongelamento) e a perda de umidade durante o armazenamento congelado (VAN-RUTH et al., 2014). O tratamento do pescado com aditivos umectantes (protegem os

alimentos da perda de umidade) antes do congelamento muitas vezes reduz o exsudato na etapa posterior de descongelamento. Porém, quando há imersão prolongada do pescado em solução contendo esses aditivos, o excesso de água pode levar à perda de qualidade, absorção indevida de água e, consequentemente, ao aumento de peso (TURAN et al., 2003; MANTHEY-KARL et al., 2015). A adição ilegal de água no pescado prejudica não apenas o consumidor, que paga excessivamente por um produto que não adquiriu (água), mas também os empresários honestos e os pequenos processadores. Ao reduzir estas práticas fraudulentas, os consumidores serão menos propensos a pagar excessivamente pelo teor de água acima do permitido.

Relacionando-se o teor de umidade com o teor de proteínas em carnes, obtém-se uma relação umidade/proteína média em torno de 3,35. Essa relação é muito semelhante para uma grande variedade de pescado, podendo ser uma informação útil para controlar a adição de água em excesso, visto que a diminuição do teor de proteínas é observada à medida que o conteúdo de água aumenta (YEANNES; ALMANDOS, 2003). Dessa forma, a relação entre umidade e proteína pode ser considerada um método simples para detectar a adição excessiva de água em pescado (SEAFISH, 2012; BRECK, 2014; VAN-RUTH et al., 2014; MANTHEY-KARL et al., 2015; DAMASCENO; GONÇALVES, 2019) e já está sendo incluída como parâmetro de inspeção para o pescado congelado (BRASIL, 2017b; GONÇALVES, 2017).

#### 2. OBJETIVOS

#### 2.1 Objetivo geral

Avaliar se a relação umidade/proteína de camarões frescos e após dois ciclos de congelamento e descongelamento (tratados ou não com aditivos) pode ser útil na identificação da fraude econômica por adição de água.

#### 2.2 Objetivos específicos

- Analisar os teores de umidade, proteína, fosfato, sódio, valor de pH e capacidade de retenção de água (CRA) do camarão antes e após o tratamento com aditivo umectante nos diferentes ciclos de congelamento/descongelamento;
- Avaliar o efeito de diferentes aditivos umectantes e de dois ciclos de congelamento/descongelamento sobre a relação umidade/proteína do camarão;
- Correlacionar as variáveis umidade, proteína, RUP, CRA, pH, fosfato e sódio e
  determinar quais se destacaram mais em relação aos tratamentos após as imersões em
  aditivos umectantes e após dois ciclos de congelamento/descongelamento.

#### 3. REFERENCIAL TEÓRICO

#### 3.1 CAMARÃO

A crescente demanda por quantidade e qualidade do pescado vem estimulando o desenvolvimento da aquicultura. Dessa forma, o cultivo de camarões marinhos tem ganhado destaque especial, fato que pode ser comprovado pelas elevadas taxas de crescimento em sua oferta, tanto no Brasil como ao redor do mundo (NATORI et al., 2011). No Brasil, a carcinicultura (criação de camarão em cativeiro) vem crescendo consideravelmente e se destacando como uma opção compatível para atender à crescente demanda por camarão. Segundo a ABCC (2017), o Brasil produziu 60.000t e exportou 526t de crustáceos no ano de 2016. Além disso, a Região Nordeste do Brasil possui um potencial de exploração da carcinicultura marinha superior a 1.000.000 de hectares, concentra 99% da área explorada do Brasil e responde por 99,7% da produção nacional, sendo o estado do Rio Grande do Norte é um importante polo de produção de camarão. Nos últimos anos, a carcinicultura potiguar passou por um processo de ampliação na produção, resultante, principalmente, da intensificação dos sistemas de cultivo de camarão (CARVALHO; MARTINS, 2017). Segundo Furlan (2011), melhorias nos sistemas de cultivo aumentam a qualidade do camarão e, consequentemente, sua valorização.

O camarão é um crustáceo muito apreciado, com alto valor comercial e é um dos produtos pesqueiros nacionais comercializados com maior valor agregado. Apesar de ser um alimento perecível (possui uma vida útil bastante reduzida quando resfriado), é uma excelente fonte proteica, possui alto teor de umidade, elevada digestibilidade de suas fibras musculares, além do pH próximo da neutralidade (OGAWA; MAIA, 1999; OETTERER et al., 2014). Entre as principais espécies de camarões marinhos mais cultivadas mundialmente, o *Litopenaeus vannamei*, que contém característica típica, como a sua coloração, vem apresentando ampla aceitação nos mercados internacionais (SANTOS et al., 2009). O camarão *L. vannamei* possui teores significativos de proteínas, além de baixas concentrações de lipídios e colesterol, podendo ser classificado como uma fonte de ácidos graxos ômega-3, o que indica o excelente valor nutricional desta espécie de camarão (ARAÚJO et al., 2012; GUALDA et al., 2018).

Apesar da produção em grande escala, perdas significativas durante a industrialização do camarão podem ser evidenciadas, que podem estar relacionadas às técnicas incorretas no momento da captura, no manuseio, assim como no modo inadequado de estocagem, que ocasionam alterações na qualidade e, consequentemente, a deterioração do produto (OETTERER et al., 2014).

A água, componente mais abundante no camarão e que tem influência direta nas características sensoriais e na vida útil, é perdida em grandes quantidades durante todo o processamento do produto (por exsudação ou por evaporação). Assim, dentre as tecnologias que podem ser adotadas no processamento de camarão, podem-se citar o uso de aditivos umectantes no pré-tratamento ao congelamento, com o objetivo de diminuir a perda de água, e o congelamento rápido, que, além de prolongar a vida útil, permite a manutenção dos nutrientes do alimento (OETTERER et al., 2014; GONÇALVES; RIBEIRO, 2009; GONÇALVES, 2011).

#### 3.2 A RELAÇÃO UMIDADE/PROTEÍNA

A água, proteína bruta e lipídios totais são os principais componentes químicos da carne do pescado. Juntos, totalizam em média 98% do peso total da carne e possuem grande importância em relação ao valor nutritivo, propriedades sensoriais e na vida de prateleira durante o armazenamento. A quantidade dos principais constituintes do pescado varia principalmente com a espécie, o grau de maturação sexual e o estado nutritivo desses animais (KOBLITZ, 2011).

Na porção comestível do pescado, a água é o componente presente em maior quantidade, influenciando em seus atributos sensoriais e na vida de prateleira. Em virtude disso, práticas fraudulentas têm ocorrido, envolvendo a adição e aumento da retenção de umidade no pescado, desde a sua captura até sua preparação (GONÇALVES, 2017).

Em geral, na carne, o teor de água é próximo de 77% e o teor de proteína em torno de 23%, o que resulta em uma relação umidade/proteína média de 3,35. Essa relação é muito semelhante para uma grande variedade de pescado e pode ser considerada uma informação útil para controlar a adição de água em excesso. No entanto, Van-Ruth et al. (2014) afirmaram que o teor de umidade e proteína difere em diferentes espécies, assim como em uma mesma espécie de pescado, seja resfriada ou congelada.

Dessa forma, a relação umidade/proteína pode ser considerada como um método simples para detectar a adição excessiva de água em pescado (SEAFISH, 2012; BRECK, 2014; VAN-RUTH et al., 2014; MANTHEY-KARL et al., 2015), desde que se conheçam esses componentes na matéria prima *in natura* e após o processamento (i.e., congelamento). Para o pescado fresco (resfriado) não foram encontrados na literatura científica nenhuma informação sobre a relação Umidade/Proteína.

No entanto, Burns et al. (2011) sugerem que novos estudos sobre a relação água/proteína são necessários. A Instrução Normativa n° 21, de 31 de maio de 2017 (BRASIL, 2017b) limita a relação umidade/proteína para **peixes congelados** em: máximo de 6,00 (seis inteiros), exceto para as espécies *Oreochromis* sp. e as espécies das famílias Salmonidae, Clupeidae e Scombridae, que deve ser no máximo 5,00 (cinco inteiros); e as espécies das famílias Paralichthyidae, Ophidiidae, Serranidae e Pleuronectidae, que deve ser no máximo de 6,50 (seis inteiros e cinquenta décimos).

Não existe na legislação nenhum limite entre a relação umidade/proteína para crustáceo até o período de desenvolvimento da presente pesquisa, mas pôde-se avaliar a partir de dados científicos encontrados na literatura sobre a composição centesimal de várias espécies de camarão, os valores de umidade e proteína, analisados em diferentes situações (origem, espécie e manejo) e calcular matematicamente a relação umidade/proteína (Relação U/P = % Umidade / % Proteína), cujos valores estão apresentados no Quadro 1.

**QUADRO 1.** Teores de Umidade e Proteína de pesquisas científicas encontradas na literatura sobre a composição centesimal de várias espécies de camarão

ESPÉCIE	Umidade (%)	Proteína (%)	RELAÇÃO U/P*	Referência
Camarão L. setiferus (fresco)	77,88	19,27	4,04	CHOULJENKO et al., 2017
Camarão L. setiferus (fresco)	77,18	18,57	4,16	SOLVAL et al., 2014
Camarão L. vannamei (cru)	77,21	18,80	4,11	SRIKET et al., 2007
Camarão M. rosenbergii (fresco)	78,25	18,50	4,23	KIRSCHNIK et al., 2006
Camarão M. rosenbergii (in natura)	78,22	16,80	4,66	SILVA et al., 2010
Camarão M. jelskii (in natura)	55,33	18,12	3,05	CIRILO et al., 2011
Camarão Penaeus monodon (cru)	80,47	17,10	4,71	SRIKET et al., 2007
Camarão Penaeus spp. (cru)	77,04	19,13	4,03	MOAWAD et al., 2013
MÉDIA:	$75,20 \pm 8,10$	$18,29 \pm 0,90$	$4,12 \pm 0,51$	
Camarão L. schimitti (congelado)	77,95	17,74	4,39	PIRES et al., 2018
Camarão L. vannamei (congelado)	74,1	21,9	3,38	ARAUJO et al., 2012
Camarão P. brasiliensis (congelado)	76,6	19,58	3,91	ANDRADE et al., 2009
MÉDIA:	$76,22 \pm 1,95$	$19,74 \pm 2,08$	$3,89 \pm 0,51$	

FONTE: Tabela elaborada pela autora (2019). \*A Relação Umidade/Proteina (RUP) foi calculada pela autora utilizando a relação matemática U/P = % Umidade / % Proteína.

Os valores do teor de umidade encontrados para as espécies de camarão apresentadas acima são altos e percebe-se claramente variabilidade nos valores da relação umidade/proteína para as diferentes espécies de camarão (varia de 3,05 a 4,71 - valor médio de 4,08), valores estes inferiores ao estabelecido na legislação brasileira para peixe congelado – no máximo 6,0. Quando se trata de camarão congelado, a relação U/P para o camarão *L. vannamei* encontrada foi de 3,38.

#### 3.2.1 Fatores que afetam a relação umidade/proteína

#### 3.2.1.1 Alterações *post-mortem*

A alteração do pescado inicia-se imediatamente após a captura e, por isso, é fundamental a manipulação cuidadosa, seguindo-se, geralmente, três princípios gerais: o resfriamento imediato, evitar abusos de temperatura e manter elevado o grau de higiene durante a manipulação (ORDÓÑEZ-PEREDA, 2007, TAVARES; GONÇALVES, 2011).

O desenvolvimento de sinais de deterioração no pescado ocorre devido a um conjunto de fenômenos microbiológicos, químicos e autolíticos. Após a morte, as enzimas presentes na carne e vísceras passam a atacar as substâncias do corpo do pescado. A autólise, como é conhecida essa ação, provoca o amolecimento da carne e a produção de odores desagradáveis que, associados à formação de muco, produção de gás, coloração anormal e alterações na textura, evidenciam a deterioração do pescado (FURLAN, 2011; HUSS, 1997).

Além do aumento da atividade enzimática, no *post-mortem* ocorre a diminuição do pH do músculo do pescado, fator que afeta as propriedades físicas desse músculo. Quando há a redução do pH, a carga líquida na superfície das proteínas musculares é reduzida, causando sua desnaturação parcial e diminuindo sua capacidade de se ligar à água (HUFF-LONERGAN; LONERGAN, 2005; HUSS, 1999).

#### 3.2.1.2 Pré-tratamento ao congelamento

Em virtude da perda de água que ocorre durante o *post-mortem*, alguns aditivos de grau alimentar podem ser utilizados para controlar a retenção da umidade durante o processamento, congelamento, distribuição e armazenamento. Esses aditivos, conhecidos como umectantes,

são utilizados com objetivo de controlar a umidade no pescado e são geralmente aplicados, por imersão, pulverização (*spray*), injeção ou tambleamento, no pescado *in natura* antes do congelamento (GONÇALVES, 2011).

O congelamento e o armazenamento posterior são métodos eficientes de conservação do pescado, no entanto, deve ser enfatizado que não melhoram a qualidade do produto final. A qualidade final dependerá da qualidade inicial do pescado no momento do congelamento, bem como outros fatores durante a manipulação, pré-resfriamento, armazenamento e distribuição (GONÇALVES, 2011).

A perda de água excessiva que pode ocorrer no momento do descongelamento pode ser evitada pelo uso de aditivos umectantes antes do congelamento, como os fosfatos, que possuem a capacidade de reter a água (ligada à proteína), mantendo a umidade do produto durante o armazenamento congelado e no posterior descongelamento (GONÇALVES, 2005; OETTERER et al., 2012).

#### 3.2.1.3 O uso de aditivos em pescado

As deteriorações químicas e microbiológicas são as principais causas de perda de qualidade do pescado durante o manuseio, processamento e armazenamento, que podem ser minimizados pelo uso apropriado de aditivos (MAQSOOD et al., 2013). No Brasil, pode-se adicionar aditivo na água do glaciamento, afim de formar uma camada protetora de gelo para evitar a oxidação e a desidratação do pescado (BRASIL, 2017b).

Aditivo alimentar é definido como qualquer ingrediente adicionado intencionalmente aos alimentos, com o intuito de modificar as características físicas, químicas, biológicas ou sensoriais, durante a fabricação, processamento, preparação, tratamento, embalagem, acondicionamento, armazenagem, transporte ou manipulação, mas sem propósito de nutrir (BRASIL, 1997; BRASIL, 2015).

Os aditivos permitidos no Brasil que podem ser adicionados no pescado são descritos na RESOLUÇÃO N.º 04, de 1988, que cita o ácido cítrico (em conserva de pescado), o ácido láctico (para o pescado salgado, salgado e prensado e salgado seco), o aroma natural de fumaça (nos produtos de pescado defumado) e alguns polifosfatos, que devem ser usados apenas no revestimento externo de pescado congelado. O uso de dióxido de cloro também é permitido, porém, como coadjuvante tecnológico (BRASIL, 1978).

Como componentes naturais de um grande número de alimentos, os fosfatos são utilizados como aditivos na indústria alimentícia e oferecem ampla funcionalidade. Seu emprego em pescado deve ser feito de forma cuidadosa para que o tratamento seja satisfatório. Alguns cuidados quanto à espécie utilizada, o tipo de produto, as perspectivas do consumidor e o atendimento às legislações devem também ser levados em consideração. A matéria-prima e as condições iniciais devem apresentar qualidade durante todo o processo, pois os fosfatos não melhoram a qualidade, como também não substituem um tratamento inadequado de um produto já deteriorado (GONÇALVES; RIBEIRO, 2008).

Os fosfatos têm dentre suas principais funcionalidades no pescado, aumento da capacidade de retenção de água, diminuição das perdas de água por exsudação, o que garante a retenção de nutrientes naturais, e, por final, a melhoria da textura e maciez (GONÇALVES et al., 2008). A indústria pesqueira procura usar esse aditivo para otimizar a produção e obter produtos com melhor qualidade. Portanto, estudos que permitam identificar a concentração ideal de fosfato e o tempo de contato necessário para a produção de qualidade na indústria são importantes (CARNEIRO et al., 2013a; CARNEIRO et al., 2013b).

O cloreto de sódio (NaCl) também possui um papel importante na redução do exsudato da carne. Quando usado em baixas concentrações, provoca aumento na capacidade de retenção de água devido à repulsão eletrostática das cadeias peptídicas adjacentes, causada pela ligação dos íons salinos. O sal tem a capacidade de reduzir o ponto isoelétrico das proteínas, aumentando a separação entre as cadeias e permitindo que os íons de cloro (carga negativa) se unam com as cadeias proteicas de carga positiva, incrementando assim a força repulsiva entre elas. Dessa forma, a matriz tridimensional das proteínas se abre, permitindo que um maior número de cargas fique exposto e se una à molécula de água (PARDI et al., 2006; XARGAYÓ et al., 2010).

#### 3.2.1.4 Congelamento

A técnica de congelamento é um processo aplicável e indicado para a conservação do produto, por garantir a qualidade da carne, estendendo seu período de comercialização e, ainda, manter os nutrientes. Para manter a qualidade da carne do pescado, o tipo de congelamento é essencial (GONÇALVES, 2005).

A velocidade do congelamento, como também a forma de armazenamento e a velocidade de descongelamento, afetam a capacidade de retenção de água (CRA) do músculo. O congelamento rápido é o mais adequado, pois ocorre a mudança do estado físico da água e o aparecimento de pequenos cristais de gelo (dentro e fora das fibras musculares). De acordo com Kirschnik et al. (2013), o congelamento rápido é capaz de minimizar a desnaturação proteica, diminuindo o exsudato. No congelamento lento, os cristais de gelo que se formam são grandes e extracelulares, e parte da água intracelular vai gradualmente para o exterior das fibras musculares, causando maior exsudação no descongelamento (ORDÓÑEZ-PEREDA, 2007; OETTERER et al., 2012).

É importante considerar que o congelamento e o armazenamento da carne danificam os tecidos e, ao se repetirem essas etapas, o efeito negativo se acumula, comprometendo a qualidade da carne (ORDÓÑEZ-PEREDA, 2007). Segundo Jensen et al. (2005), as etapas de congelamento, armazenamento sob congelamento e cocção causam desnaturação proteica e, consequentemente, a agregação das proteínas com considerável perda de água. As reações que induzem a desnaturação proteica e a alterações oxidativas, mesmo em baixas temperaturas, continuam a ocorrer, de modo que a estocagem do alimento congelado não interrompe por completo todas as possíveis alterações que podem acontecer na qualidade da carne do pescado (KIRSCHNIK; MACEDO-VIEGAS, 2009).

De acordo com Damodaran et al. (2010), a desnaturação afeta a capacidade da proteína em se ligar à água do alimento, causando interferência em características proteicas como dispersibilidade, expansão, umectabilidade, solubilidade, coagulação e capacidade de retenção de água. Segundo Gonçalves (2005), diante dos problemas ocasionados pela perda de água durante o descongelamento, os fosfatos são aditivos capazes de restaurar a capacidade de retenção de água das proteínas, mantendo a umidade natural do produto e minimizando as perdas pelo gotejamento (*drip loss*) durante o armazenamento congelado e no momento do descongelamento.

#### 3.2.1.5 O potencial hidrogeniônico (pH)

O pH é um parâmetro intrínseco que mede a concentração de íons  $H^+$  de um alimento, sendo representado pela equação pH =  $-\log [H^+]$ . Assim, quanto maior for a concentração de

íons H<sup>+</sup>, menor será o valor do pH (caráter ácido). Esse parâmetro varia entre zero e 14, sendo 7,0 o valor que expressa a neutralidade (GAVA et al., 2008).

A solubilidade da proteína depende do valor do pH. Para valores de pH superiores ou inferiores ao ponto isoelétrico, a proteína tem uma carga elétrica positiva ou negativa e as moléculas de água podem interagir com estas cargas, contribuindo assim para a solubilização. Se o pH for aumentado acima do ponto isoelétrico da proteína, o excesso de cargas negativas causa repulsão entre os filamentos e deixa mais espaço para as moléculas de água (DAMODARAN et al., 2010).

À proporção que o valor de pH diminui até o ponto isoelétrico da proteína, aproximadamente em 5,4, a carga da superfície das proteínas musculares é reduzida, fazendo com que elas desnaturem parcialmente e percam parte da capacidade de reter água, causando o chamado gotejamento (exsudação), com a liberação de fluido aquoso. Para reduzir as perdas nesses processos, o tratamento com aditivos umectantes para reter a exsudação e melhorar seu aspecto comercial estão sendo utilizados (DAMODARAN et al., 2010; HUSS, 1995; GONÇALVES, 2005; ORDÓÑEZ-PEREDA, 2007).

Dentre os aditivos umectantes usados, apesar de numerosos estudos ainda não compreenderem totalmente o modo pelo qual os fosfatos melhoram a hidratação da carne, o mecanismo de ação pode envolver a influência de alterações de pH, do efeito sobre a força iônica e interações específicas de ânios de fosfato com cátions divalentes e com as proteínas miofibrilares. Acredita-se que uma das principais funções dos fosfatos é formar complexos com cálcio, que produz um relaxamento da estrutura de tecido da carne. Acredita-se, também, que a ligação dos ânions do fosfato às proteínas e a simultânea ruptura das ligações cruzadas entre a actina e miosina aumenta a repulsão eletrostática entre as cadeias peptídicas, aumentando a capacidade de retenção de água. A água exterior disponível pode, então, ser captada, ficando imobilizada no interior da estrutura proteica distendida (DAMODARAN et al., 2010).

# 3.2.1.6 Capacidade de Retenção de Água (CRA)

A Capacidade de Retenção de Água (CRA) é caracterizada como a intensidade com que a carne armazena total ou parcialmente sua própria água ou a água adicionada durante o seu processamento tecnológico. Refere-se à capacidade em manter o conteúdo aquoso, mesmo

durante a utilização de forças externas, como a compressão, o impacto, o cisalhamento, ou pelo congelamento ou cozimento (ORDÓÑEZ-PEREDA, 2007).

A água apresenta-se sob a forma ligada (5%), que está fortemente unida aos grupos hidrofílicos da proteína; imobilizada (10%), que corresponde a moléculas aquosas atraídas pelas moléculas da água ligada; e a livre (85%), que está unida à proteína por forças superficiais (PARDI et al., 2006). A CRA pode ser influenciada pela modificação do valor de pH, pois carne com pH mais elevado apresenta tendência a maior capacidade de retenção de água (HUFF-LONERGAN; LONERGAN, 2005). Deve ser destacado que as modificações observadas na CRA das proteínas musculares ocorrem devido às modificações experimentadas na água livre (PARDI et al., 2006).

Todos os fatores que afetam a capacidade de retenção de água da carne fresca (mudanças no *post-mortem*, com produção de ácido láctico e consequente redução do pH, perda de ATP, instauração do *rigor mortis* e mudanças da estrutura celular associada à atividade proteolítica enzimática) também têm influência na capacidade de retenção de água da carne congelada e descongelada. No congelamento, partes das células rompidas passam para os espaços intercelulares, formando, ao descongelar, o chamado *drip* (exsudato) (ORDÓÑEZ-PEREDA, 2007; ZEOLA et al. 2007).

A perda de umidade e, consequente, a perda de peso durante a estocagem são maiores quando o tecido muscular apresenta baixa retenção de água. Essas perdas ocorrem pelas superfícies musculares expostas de carcaças ou cortes. A menor capacidade de retenção de água da carne causa perdas do valor nutritivo pela liberação do exsudato, resultando em carne mais seca e com menor maciez (DABÉS, 2001; PARDI et al., 2006).

#### 3.3 FRAUDE POR EXCESSO DE ÁGUA

Considerando a importância tecnológica dos aditivos umectantes no pré-tratamento ao congelamento do pescado, o tratamento com aditivos umectantes causa um aumento significativo do peso, causado pela retenção/absorção de água nos tecidos do pescado. A prática do uso desses aditivos é legal internacionalmente dentro de limites pré-estabelecidos. No entanto, quando aplicado ao pescado, este deve ser informado na rotulagem ao consumidor e, além disso, o uso indiscriminado e abusivo pode ocasionar problemas

sensoriais e, ainda, indicar fraude econômica (KAUFMANN et al., 2005; GONÇALVES e RIBEIRO, 2008).

A adulteração é caracterizada como uma mudança de identidade e/ou pureza de um ingrediente original, substituindo, diluindo ou modificando-o por meios físicos ou químicos, representando riscos toxicológicos ou de higiene para os consumidores (MOORE et al., 2012). A fraude alimentar, com o objetivo de obter ganho econômico, é um risco alimentar que vem ganhando reconhecimento e preocupação. Independentemente da causa desse risco, combater a adulteração de alimentos é uma responsabilidade tanto da indústria como do governo (SPINK; MOYER, 2011).

A comercialização fraudulenta de pescado foi amplamente divulgada e vem ganhando grande atenção do público nos últimos anos. Devido ao seu alto valor comercial, o pescado é um alimento muito vulnerável à adulteração, de modo que há uma crescente preocupação com a rotulagem correta desses alimentos, pois os consumidores têm direito à informação correta sobre os produtos que eles escolhem (VAN-RUTH et al., 2014).

A prática feita pela indústria do pescado com o objetivo de obter lucro ocorre quando há modificações nas características do produto sem concordância oficial (PARDO et al., 2016). Uma forma de adulteração no pescado congelado, por exemplo, ocorre pela adição de substâncias químicas antes do congelamento para reter água (em excesso) com o objetivo de aumentar o peso do produto (EVERSTINE et al., 2013).

A água é o principal componente, em volume e em peso, em todos os produtos de pescado e apresenta-se como um fator determinante do valor dos produtos, dos atributos sensoriais e da vida útil. Assim, houve uma grande evolução das práticas comerciais com a finalidade de reter e adicionar umidade ao pescado com o objetivo de reduzir a perda de água durante o armazenamento congelado e no descongelamento posterior. No entanto, há um limite entre a adição de água para compensar perdas de umidade e a adição excessiva de água para o próprio ganho econômico fraudulento (VAN-RUTH et al., 2014).

A absorção de água durante o processamento tecnológico é inevitável. No entanto, a adição de água em excesso oferece uma vantagem financeira ao aumentar o rendimento do produto, sendo esse tipo de fraude um problema crescente na indústria de pescado (MANTHEY-KARL et al., 2012; MANTHEY-KARL et al., 2015).

Devido ao fato de os fosfatos serem usados para reter a umidade do pescado, há uma preocupação de que esses aditivos sejam utilizados em excesso para reter "água adicionada" a esse alimento, o que pode resultar em práticas comerciais injustas que resultam em fraude econômica (SEAFISH, 2012). De forma semelhante, a imersão prolongada de pescado em solução de fosfatos pode adicionar água excessiva ao produto, o que pode levar a uma absorção injustificada de água e ao aumento de peso (MANTHEY-KARL et al., 2015).

#### 4. MATERIAL E MÉTODOS

#### 4.1 PREPARO DAS AMOSTRAS

Foi utilizado o camarão da espécie *Litopenaeus vannamei*, conhecido como camarão branco do Pacífico, obtido de uma fazenda (carcinicultura) localizada no município de Mossoró-RN. As amostras, previamente tratadas com Metabissulfito de sódio (1,25%), foram transportadas em caixas isotérmicas com gelo em escama, na proporção 1:1 até o Laboratório de Tecnologia e Controle de Qualidade do Pescado (LAPESC) da Universidade Federal Rural do Semiárido – UFERSA. O tempo entre a coleta das amostras e o início da preparação do experimento foi inferior a uma hora. Os camarões foram lavados, drenados, submetidos ao descabeçamento e descasque manual e separados em grupos para serem submetidos aos diferentes tratamentos.

O delineamento experimental foi: **Tratamento controle** (**C**), sem adição de aditivos; **Tratamento 1** (**T1**), imersão em água (pH 6,89); **Tratamento 2** (**T2**), imersão em solução de NaCl (pH 6,53); **Tratamento 3** (**T3**), imersão em solução de tripolifosfato de sódio (TPF, pH 9,20); **Tratamento 4** (**T4**), imersão em solução CARNAL 961 (Pentapotássio Trifosfato, Pentassódio Trifosfato, Tetrapotássio Difosfato e Tetrasódio Difosfato, pH 9,48); **Tratamento 5** (**T5**), imersão em solução NP-30 (Sal, Bicarbonato de sódio, Carbonato de sódio e o Citrato de sódio, pH 8,96); **Tratamento 6** (**T6**), imersão em solução BRIFISOL 450 (Polifosfato de sódio, Tripolifosfato de sódio e Pirofosfato ácido de sódio, PH 7,05); e **Tratamento 7** (**T7**), imersão em solução BRIFISOL S5, (Tripolifosfato de sódio, Pirofosfato tetrassódico e Polifosfato de sódio, pH 6,89).

As soluções de aditivos umectantes usadas nas amostras T2 à T7 foram preparadas com água destilada fria (5°C) na concentração de 5%, exceto o Tratamento 1 (T1), que foi imerso somente em água destilada (5°C). O tempo de imersão foi fixado em 60 minutos para todos os tratamentos, exceto para o Controle, que não passou por nenhuma imersão, baseado nos resultados encontrados por Gonçalves e Ribeiro (2009) e Damasceno e Gonçalves (2019), na proporção de 1:1 (peso:solução). Em seguida, os camarões foram drenados por 5 min., pesados, codificados, armazenados e congelados em ultrafreezer (-35°C por 24 h). Após esse tempo, os camarões foram submetidos ao processo de glaciamento (imersos em água fria a 0±1°C por 5 segundos e acondicionados em ultrafreezer para a finalização da formação da

camada de gelo), de acordo com Lemos e Gonçalves (2019) e Rebouças e Gonçalves (2017) (Figura 1). Após essas etapas, as amostras, para cada tratamento, foram pesadas, codificadas, embaladas à vácuo e armazenadas a -35°C por 15 dias (tempo mínimo de permanência de produtos congelados na indústria).



**Figura 1.** Etapas do preparo das amostras. (A) Lavagem, drenagem, descabeçamento e descascamento; (B) Imersão das amostras; (C) Drenagem; (D) Congelamento 24h; (E) Glaciamento; (D) Pesagem; (G) e (H) Embalagem à vácuo; (I) Armazenamento em freezer (-35°C).

### 4.2 DESENVOLVIMENTO DO EXPERIMENTO E ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS

Para o cálculo de rendimento, as amostras de camarão foram pesadas em cada etapa do processo. O ganho ou perda de peso, em percentual, foi determinado pela fórmula Rendimento (%) =  $[(PF - PI) / PI] \times 100$ , em que PI representa o peso inicial da amostra (gramas) e PF representa o peso final da amostra após drenagem (gramas).

As análises foram realizadas em cinco etapas durante todo o experimento (conforme esquema ilustrado na Figura 2) e, para tanto, os parâmetros físico-químicos determinados

foram: umidade, proteína, pH, sódio, fosfato e capacidade de retenção de água (CRA).

A primeira etapa das análises foi realizada após o processo de descasque, na amostra resfriada (Controle). Após a 1ª imersão nas soluções (T1, T2, T3, T4, T5, T6 e T7), foi realizada a segunda etapa das análises. As amostras seguiram para o processo de congelamento (1º congelamento), glaciamento e armazenamento (15 dias). Após esse período, as amostras foram descongeladas (1º descongelamento) a uma temperatura de 5°C por 24 horas, e realizou-se a terceira etapa de análises. Após a terceira etapa de análises, o experimento se dividiu em 2 grupos. No 1º grupo, as amostras de cada tratamento seguiram para o 2º congelamento, glaciamento e armazenamento. No 2º grupo, as amostras foram submetidas a uma 2ª imersão e, após serem drenadas, foi realizada a quarta etapa de análises e o restante das amostras seguiu para as etapas de 2º congelamento, glaciamento e armazenamento. Após 15 dias de armazenamento, as amostras do primeiro e do segundo grupo foram descongeladas (2º descongelamento) e, novamente, foram realizadas as análises físico-químicas (5ª etapa de análises).

#### 4.2.1 Análise de umidade

A umidade foi determinada por gravimetria, com secagem do material em estufa a  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  (AOAC, 2011; método – 950.46).

#### 4.2.2 Análise de proteína

O teor de Proteínas Totais foi determinado pelo método de Kjeldahl (AOAC, 2011; método – 940.25), utilizando fator de conversão 6,25 para conversão em proteína bruta.

### 4.2.3 Análise de Capacidade de Retenção de Água (CRA)

A Análise de CRA foi determinada baseando-se na metodologia de Hamm (1960). Para tanto, pesou-se 2,0g da amostra entre duas folhas de papel filtro qualitativo, colocou-a entre duas placas de acrílico e aplicou-se um peso de 10kgf, durante cinco minutos. A quantidade de água livre da amostra foi obtida pela diferença entre o peso inicial e final da amostra.

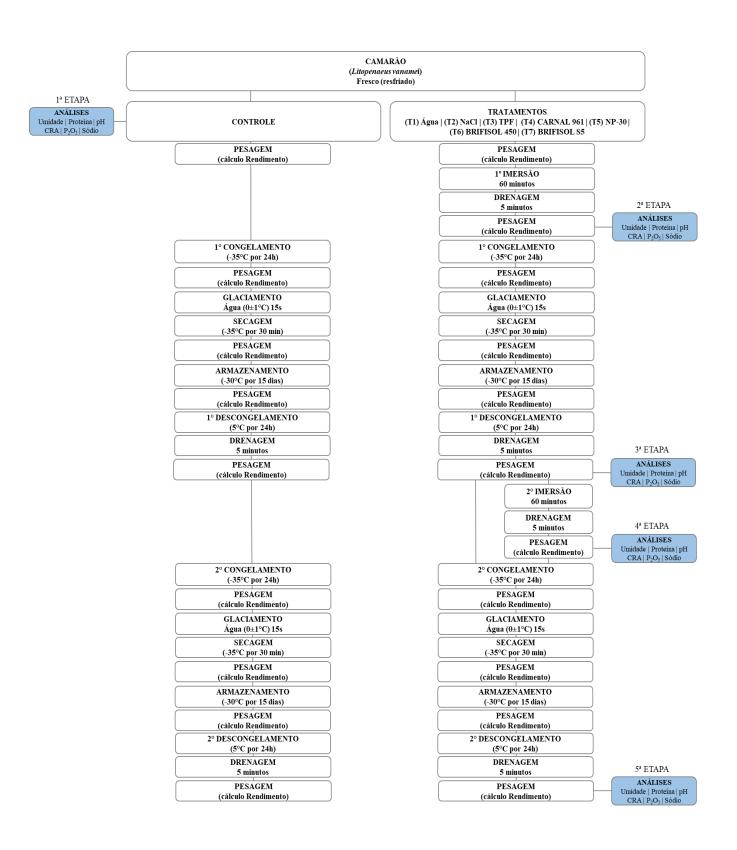


Figura 2. Esquema do planejamento experimental e realização das análises.

#### 4.2.4 Análise de pH

As medidas de pH foram realizadas utilizando-se pHmetro de bancada, modelo TECNAL Tec-3MP, devidamente aferido. As análises foram realizadas seguindo-se a metodologia descrita pelo MAPA (BRASIL, 2017c).

#### 4.2.5 Análise de fosfato

O teor de fosfato foi determinado pela metodologia utilizada pelo MAPA (BRASIL, 2017c). Para tanto, as cinzas obtidas, após serem dissolvidas em ácido clorídrico, reagiram com vanado-molibdato de amônio e, em seguida, leu-se a absorbância em espectrofotômetro, marca COLEMAN 35-D, a 420nm.

#### 4.2.6 Análise de sódio

A concentração de sódio foi determinada por fotometria de chama, utilizando um fotômetro de marca DIGIMED, modelo DM-62, a partir da solução mineral preparada com as cinzas obtidas na determinação do resíduo mineral fixo, utilizando-se uma solução padrão de cloreto de sódio (AOAC, 2011; método – 969.23).

#### 4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados obtidos das análises foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e quando houve diferença significativa, as médias foram comparadas pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância. Para interpretação dos efeitos das variáveis avaliadas durante o experimento, foi realizada uma Análise de Componentes Principais (ACP), aplicada para verificar o grau de importância e o efeito conjunto das diversas variáveis aferidas. As análises estatísticas foram realizadas com o auxílio do programa PAST versão 3.22 (HAMMER, 2018).

#### 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 5.1 RENDIMENTOS E PERDAS APÓS TRATAMENTOS COM ADITIVOS

Nas Figura 3 e 4, pode-se observar o ganho e a perda de peso da amostra Controle (C), da amostra tratada com água (T1) e das amostras tratadas com as soluções de NaCl (T2), TPF (T3), CARNAL 961 (T4), NP 30 (T5), BRIFISOL 450 (T6) e BRIFISOL S2 (T7) após dois ciclos de congelamento e descongelamento.

Na Figura 3, pode-se observar o ganho de peso das amostras após a 1ª imersão (B) e a perda de peso após o 1º (F) e o 2º descongelamento (J). Em virtude da amostra controle não ter sido submetida à etapa de imersão, não houve ganho de peso. Após a 1ª imersão (B), observou-se ganho de peso em todos os tratamentos, variando de 5,32% (T5) a 8,06% (T3).

Nas etapas de descongelamento (F e J), todas as amostras tiveram perda de peso. Após o 1º descongelamento (F), a amostra controle perdeu 4,64% e, entre as amostras tratadas, a perda de peso variou entre 0,18% (T5) a 7,43% (T1). No 2º descongelamento (J), a amostra controle perdeu 3,12% de peso, enquanto que entre as amostras tratadas, a redução de peso variou de 2,45% (T5) a 4,59% (T4).

Sabe-se que quando a carne é colocada em contato com água, o músculo se reidrata, da mesma forma acontece quando imerso em soluções com sais e/ou fosfatos, fato que justifica o ganho de peso entre todos os tratamentos após as etapas de imersão. Assim sendo, o uso de fosfatos tem dentre suas principais funcionalidades no pescado, a retenção de nutrientes naturais, aumento da capacidade de retenção de água, diminuição das perdas de água por exsudação e, por final, a melhoria da textura e maciez (GONÇALVES et al., 2008).

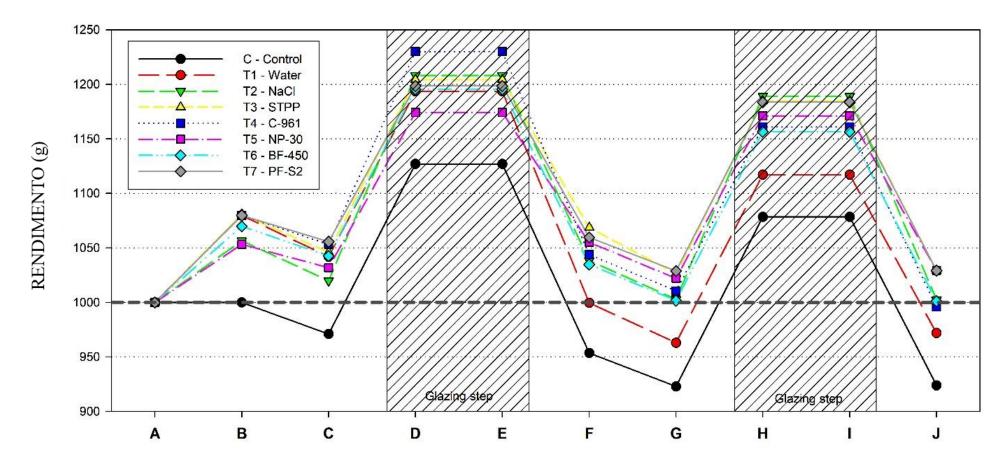
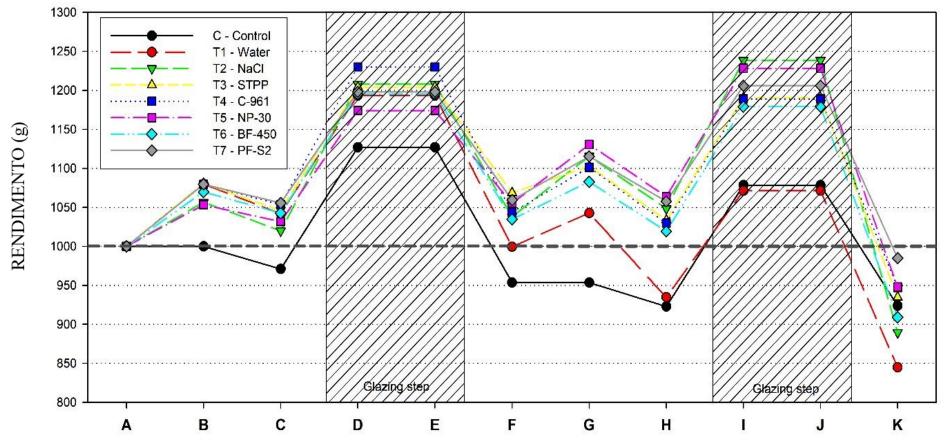


Figura 3. Ganho e perda de peso após tratamentos com aditivos alimentares durante o primeiro ciclo de congelamento e descongelamento. GRUPO 1: (A) peso inicial; (B) peso após a 1ª imersão; (C) peso após o primeiro congelamento; (D) peso após o 1º glaciamento; (E) peso após o primeiro armazenamento; (F) peso após o 1º descongelamento; (I) peso após o 2º congelamento; (I) peso após o 2º descongelamento.

Na figura 4, pode-se observar o ganho de peso das amostras após as etapas de imersão (B e G), além da perda de peso após as etapas de descongelamento (F e K). Após a 2ª imersão (G), todas as amostras tiveram um novo aumento de peso, exceto a Controle (C), variando entre 3,20% (T3) e 7,47% (T2). Após o 2º descongelamento (K), verificou-se que o peso de todas as amostras submetidas à 2ª imersão ficou abaixo do seu peso inicial, cuja diminuição variou de 11,69% (T7) a 18,99% (T2). Nesse contexto, de acordo com Manheem (2012) e Kingwascharapong e Benjakul (2016), durante os processos de congelamento e descongelamento, as proteínas da musculatura do pescado sofrem desnaturação, além da formação de cristais de gelo, de modo que as células podem ficar mais danificadas e alguns fluidos são liberados com maior extensão, o que explica a perda de peso durante os processos de descongelamento das amostras.

Em relação ao Rendimento Global (RG) das amostras analisadas, observou-se que a amostra Controle, após o 1º e 2º descongelamentos, teve uma perda de 7,61% do seu peso inicial. Entre as amostras submetidas à 1ª imersão e aos dois descongelamentos (Grupo 1), a amostra T1, que foi imersa somente em água, perdeu 2,82% do seu peso inicial e, dentre as amostras que foram imersas em solução com aditivo, a amostra T4 (CARNAL 961) perdeu 0,41% do seu peso inicial. As demais amostras tiveram pesos finais que variaram de 0,10% a 2,92% acima do peso inicial. As amostras T3, T5 e T7 apresentaram os melhores resultados de rendimento ao final do processo, comprovando-se que o uso de sais e fosfatos, nas concentrações e tempo ideais para cada produto, pode ser usado para evitar perdas de água no exsudado durante o descongelamento.

O Grupo 2 representa as amostras submetidas à 1<sup>a</sup> e 2<sup>a</sup> imersão e aos dois descongelamentos. Observou-se que os pesos finais de todas as amostras foram inferiores aos respectivos pesos iniciais, constatando-se que os aditivos utilizados não conseguiram minimizar as perdas de exsudato durante os descongelamentos das amostras, quando comparados às amostras pertencentes ao Grupo 1, o que mostra que apenas uma imersão nas respectivas soluções poderia ser o suficiente. Entretanto, apesar das maiores perdas de peso quando comparado ao Grupo 1, as amostras submetidas à 1<sup>a</sup> e 2<sup>a</sup> imersão nas soluções de aditivos tiveram menos perda de peso quando comparadas à amostra imersa apenas em água. Além disso, as amostras T3, T4, T5 e T7 tiveram menos perda de peso total quando comparadas à amostra Controle (C).



**Figura 4**. Ganho e perda de peso após tratamentos com aditivos alimentares durante o primeiro e segundo ciclo de congelamento e descongelamento. GRUPO 2: (A) peso inicial; (B) peso após a 1ª imersão; (C) peso após o primeiro congelamento; (D) peso após o 1º glaciamento; (E) peso após o primeiro armazenamento; (F) peso após o 1º descongelamento; (G) peso após a 2ª imersão; (H) peso após o 2º congelamento; (I) peso após o 2º glaciamento; (J) peso após o 2º armazenamento; (K) peso após o 2º descongelamento.

Ao verificarem os efeitos de diferentes aditivos alimentares no ganho de peso de filés de tilápia-do-nilo (*Oreochromis niloticus*), Gonçalves et al. (2018) constataram que amostras imersas por 60 minutos em soluções de aditivos alimentares tiveram ganho de peso superiores à amostra controle, que foi imersa em água. Segundo os autores, os aditivos NaCl, BRIFISOL 512 e BRIFISOL NP-30 podem ser bons substitutos ao tripolifosfato. Gonçalves et al. (2008) analisaram amostras de camarão vermelho e observaram um aumento no peso das amostras tratadas com água (3%), em solução de tripolifosfato (7%) e em *blend* de fosfato (9%). A solução de *blend* de fosfato promoveu um aumento mais elevado que os demais tratamentos, semelhante ao que ocorreu na presente pesquisa.

De acordo com as pesquisas de Paul et al. (2012), o ganho de peso do camarão oriundo da captação de água pelo músculo é maior em amostras tratadas com soluções de tripolifosfato em comparação com amostras tratadas apenas com água. Devido à crescente normatização do uso de fosfatos em camarão, outros aditivos com propriedades semelhantes em aumentar o rendimento recebem atenção crescente (CHANTARASUWAN et al., 2011). Segundo Rattanasatheirn et al. (2008) a utilização de *blend* de fosfatos melhora a qualidade do camarão fresco e congelado, diminuindo a perdas durante o cozimento e aumentando o rendimento. A variação entre o ganho e a perda de peso das amostras após as etapas de imersão e de descongelamento pode ter ocorrido devido ao mecanismo de ação de cada aditivo, que, para seu melhor funcionamento, depende da concentração ideal, tempo de contato e como cada substância presente na sua composição interage com a estrutura da carne.

## 5.2 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS

#### 5.2.1 Umidade, proteína e relação U/P

Em relação aos resultados de umidade da amostra controle e as amostras submetidas à 1ª imersão (Tabela 1 – primeira etapa), verificou-se que houve diferença significativa entre a amostra Controle (76,04 g/100g) e os demais tratamentos, que tiveram valores médios de umidade significativamente (p<0.05) maiores, variando de 77,23 g/100g (T2) a 79,45 g/100 (T7). Diante dos resultados, observou-se que as amostras que foram imersas por 60 minutos em água e em soluções contendo 5% de aditivos umectantes tiveram aumento significativo (p<0.05) nos teores de umidade.

**Tabela 1.** Teores de Umidade (%, g/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento

CDVDO V										
(Uma imama a	GRUPO I									
(Ullia Illiersac	(Uma imersão em aditivo alimentar + dois ciclos de congelamento e descongelamento)									
Tratamentos	Camarão	Após	Após	_	Após					
	fresco	1ª imersão	1ª Descong.		2ª Descong.					
Controle (C)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$76,04 \pm 0,22^{Aa*}$	$75,63 \pm 0,42^{Aa}$	-	$72,83 \pm 0,05^{Ab}$					
Água (T1)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$78,82 \pm 0,35^{BDb}$	$76,10 \pm 0,52^{Aa}$	-	$73,20 \pm 0,16^{Ac}$					
NaCl (T2)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$77,23 \pm 0,20^{\text{Cb}}$	$77,17 \pm 0,18^{\text{Bb}}$	-	$76,84 \pm 0,36^{\text{Cb}}$					
TPF (T3)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$78,26 \pm 0,19^{\text{Db}}$	$78,00 \pm 0,04^{Cb}$	-	$77,76 \pm 0,46^{\text{CDEb}}$					
CARNAL 961 (T4)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$78,27 \pm 0,17^{\text{Db}}$	$78,04 \pm 0,49^{\text{CDb}}$	-	$78,00 \pm 0,60^{DEb}$					
NP-30 (T5)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$78,30 \pm 0,35^{\text{Dbc}}$	$78,44 \pm 0,28^{\text{CDb}}$	-	$77,68 \pm 0,27^{Dc}$					
BRIFISOL 450 (T6)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$78,21 \pm 0,24^{\text{Db}}$	$77,95 \pm 0,28^{\text{Cb}}$	-	$77,89 \pm 0,60^{\text{BCEb}}$					
BRIFISOL S2 (T7)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$79,45 \pm 0,24^{\text{Bb}}$	$78,90 \pm 0,39^{\text{Dbc}}$	-	$78,41 \pm 0,25^{Ec}$					
		GRUP	O II O							
(Duas imersõe	s em aditivo ali	mentar + dois ci	clos de congelar	nento e descon	gelamento)					
Tuetementee	Camarão	Após	Após	Após	Após					
Tratamentos	fresco	1ª imersão	1ª Descong.	2ª imersão	2ª Descong.					
Controle (C)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$76,04 \pm 0,22^{Aa*}$	$75,63 \pm 0,42^{Aa}$	$75,63 \pm 0,42^{Aa}$	$72,83 \pm 0,05^{Ab}$					
Água (T1)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$78,82 \pm 0,35^{BDb}$	$76,10 \pm 0,52^{Aa}$	$79,12 \pm 0,85^{\text{Bb}}$	$71,27 \pm 0,73^{Bc}$					
NaCl (T2)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$77,23 \pm 0,20^{\text{Cb}}$	$77,17 \pm 0,18^{\mathrm{Bb}}$	$79,69 \pm 0,24^{Bc}$	$76,32 \pm 0,09^{\text{Ca}}$					
TPF (T3)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$78,26 \pm 0,19^{\text{Db}}$	$78,00 \pm 0,04^{\text{Cbc}}$	$80,21 \pm 0,39^{Bd}$	$77,59 \pm 0,36^{Dc}$					
CARNAL 961 (T4)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$78,27 \pm 0,17^{\text{Db}}$	$78,04 \pm 0,49^{\text{DCbc}}$	$79,82 \pm 0,61^{Bd}$	$77,36 \pm 0,29^{Dc}$					
NP-30 (T5)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$78,30 \pm 0,35^{\text{Dbc}}$	$78,44 \pm 0,28^{DCb}$	$80,33 \pm 0,35^{Bd}$	$77,56 \pm 0,19^{Dc}$					
BRIFISOL 450 (T6)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$78,21 \pm 0,24^{\text{Db}}$	$77,95 \pm 0,28^{\text{Cb}}$	$80,47 \pm 0,88^{\mathrm{Bc}}$	$76,85 \pm 0,42^{DCd}$					
BRIFISOL S2 (T7)	$76,04 \pm 0,22^{Aa}$	$79,45 \pm 0,24^{Bbd}$	$78,90 \pm 0,39^{Dbc}$	$80,20 \pm 0,41^{\mathrm{Bd}}$	$78,87 \pm 0,02^{Ec}$					

<sup>\*</sup>Amostra sem imersão em aditivos. Valores apresentados com média ± desvio padrão (n = 3). Letras minúscula diferentes na mesma linha indicam diferença significativa (p<0.05) entre as etapas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0.05) entre os tratamentos de acordo com o teste de Tukey.

Comparando-se os resultados de umidade das amostras submetidas à 1ª imersão e ao 1º descongelamento (Tabela 1 – GRUPO I), observou-se uma diminuição significativa do teor de água na amostra T1, enquanto que as demais amostras não tiveram diferença significativa entre os resultados. Comparando-se o 1º descongelamento com o 2º descongelamento, observou-se uma diminuição no teor de umidade das amostras T1 e T5, enquanto que os valores das demais amostras não diferiram significativamente (p<0.05). O teor de umidade da amostra T1 pode ter diminuído em virtude de um aumento no *drip* durante o 1º e o 2º descongelamento, já que não foi utilizado nenhum aditivo para esse tratamento, visto que a amostra foi imersa apenas em água. Relativo ao teor de umidade da amostra T5, pode-se observar que mesmo com a diminuição significativa entre as duas etapas de descongelamento, valores significativamente (p<0.05) maiores foram observados em relação às amostras Controle e T1 após o 2º descongelamento. Contudo, pôde-se constatar que os resultados são

coerentes com os resultados de Gonçalves et al. (2008), que afirmaram que, com o uso correto de aditivos umectantes, pode-se preservar a umidade do músculo e, assim, disponibilizar um produto com mais qualidade.

Constatou-se que as amostras submetidas à 2ª imersão em soluções de aditivos umectantes aumentaram significativamente (p<0.05) os teores de umidade quando comparado às amostras submetidas a apenas uma imersão (Tabela 1 – GRUPO II). Quando comparados os resultados das amostras submetidas à 2ª imersão com as amostras após o segundo descongelamento, observou-se que os valores de umidade todas as amostras diminuiu significativamente (p<0.05), entretanto após o 2º descongelamento, observou-se que as amostras submetidas aos tratamentos apresentaram valores significativamente (p<0.05) maiores quando comparadas com a amostra controle, exceto a amostra T1 que, da mesma forma que foi observado nas etapa de 1º imersão e 1º descongelamento, a amostra imersa em água não conseguiu manter a umidade após o 2º descongelamento, mesmo imersa pela segunda vez em água por 60 minutos.

Os valores de umidade encontrados na presente pesquisa foram semelhantes aos encontrados por Moawad et al. (2013), que relataram 77,04% de umidade em camarão branco imerso em água e 77,32% em camarão branco tratado com solução de fosfato trissódico a 5%. Os resultados das análises físico-químicas confirmaram a hipótese de que o uso de aditivos umectantes melhora a qualidade do camarão. Carneiro et al. (2013) demonstraram que o camarão *Litopenaeus vannamei* fresco contém 72,2% de umidade e o camarão tratado com solução a 5% de tripolifosfato de sódio por 60 minutos contém 82,2% de umidade.

Carneiro et al. (2013) analisaram o efeito do tripolifosfato de sódio em camarão congelado e determinaram um teor de umidade significativamente (p<0.05) maior em amostras imersas em solução com 5% de tripolifosfato durante 60 minutos, quando comparadas à amostra controle, que foi imersa apenas em água. Gudjónsdóttir et al. (2011) também relataram maior teor de umidade em camarão tratado com NaCl e polifosfato quando comparado ao controle. Esses resultados foram semelhantes aos encontrados na presente pesquisa. Assim, pode-se dizer que a concentração de aditivos umectantes é um fator importante para obter maiores teores de umidade, visto que, comparando-se os resultados entres as etapas de imersões, observou-se um aumento significativo (p<0.05) no teor de umidade das amostras. Após o descongelamento, a perda de líquido é causada, geralmente,

devido à desnaturação das proteínas durante o congelamento. Com isso, os aditivos contribuem para a estabilização da proteína contra a desnaturação durante o congelamento e armazenamento congelado (DAMODARAN et al., 2010; WACHIRASIRI et al., 2016). Segundo Salasiah e Jirarat (2018), variações na concentração dos aditivos e nos tempos de imersão podem causar modificações na estrutura das proteínas e modificar o teor de umidade das amostras.

Na Tabela 2 (GRUPO I), pode-se observar os valores de proteína (P) da amostra fresca (Controle) e das amostras após 1ª imersão com 1º e 2º descongelamento.

**Tabela 2.** Teores de Proteína (%, g/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento

GRUPO I										
(Uma imersão em aditivo alimentar + dois ciclos de congelamento e descongelamento)										
Tratamentos	Camarão	Após	Após		Após					
Tratamentos	fresco	1ª imersão	1ª Descong.	-	2ª Descong.					
Controle (C)	$23,80 \pm 0,10^{Aa}$	$23,80 \pm 0,10^{Aa}$	$23,30 \pm 0,41^{Aa}$	-	$22,22 \pm 0,36^{Ab}$					
Água (T1)	$23,80 \pm 0,10^{Aa}$	$20,06 \pm 0,07^{\mathrm{Bb}}$	$20,43 \pm 0,39^{\text{Bb}}$	-	$20,27 \pm 0,52^{BCb}$					
NaCl (T2)	$23,80 \pm 0,10^{Aa}$	$20,67 \pm 0,11^{\text{Cb}}$	$20,49 \pm 0,24^{\text{Bb}}$	-	$20,31 \pm 0,50^{\text{Bb}}$					
TPF (T3)	$23,80 \pm 0,10^{Aa}$	$19,96 \pm 0,61^{BCb}$	$19,93 \pm 0,28^{BCb}$	-	$19,43 \pm 0,16^{\text{CDb}}$					
CARNAL 961 (T4)	$23,80 \pm 0,10^{Aa}$	$19,70 \pm 0,59^{\text{Bbc}}$	$19,73 \pm 0,02^{\text{Cb}}$	-	$19,64 \pm 0, 17^{BCb}$					
NP-30 (T5)	$23,80 \pm 0,10^{Aa}$	$20,05 \pm 1,11^{BCb}$	$19,17 \pm 0,28^{\text{Db}}$	-	$19{,}70\pm0{,}67^{BCDEb}$					
BRIFISOL 450 (T6)	$23,80 \pm 0,10^{Aa}$	$19,56 \pm 1,20^{BCDb}$	$19,42 \pm 0,36^{\text{CDb}}$	-	$18,80 \pm 0,39^{DEb}$					
BRIFISOL S2 (T7)	$23,80 \pm 0,10^{Aa}$	$17,91 \pm 0,58^{\text{Dbc}}$	$18,71 \pm 0,30^{\mathrm{Db}}$	-	$18,45 \pm 0,44^{\text{Ec}}$					
	GRUPO II									
(Duas imersõe	(Duas imersões em aditivo alimentar + dois ciclos de congelamento e descongelamento)									
					geramento)					
Trotomontos	Camarão	Após	Após	Após	Após					
Tratamentos										
Tratamentos  Controle (C)	Camarão	Após	Após	Após	Após					
-	Camarão fresco	Após 1ª imersão	Após 1ª Descong.	Após 2ª imersão	Após 2ª Descong.					
Controle (C)	Camarão fresco $23,80 \pm 0,10^{Aa}$	Após $1^a$ imersão $23,80 \pm 0,10^{Aa*}$	Após $1^a$ Descong. $23,30 \pm 0,41^{Aa}$	Após $2^a$ imersão $23,30 \pm 0,41^{Aa}$	Após $2^a$ Descong. $22,22 \pm 0,36^{Ab}$					
Controle (C) Água (T1)	Camarão fresco $23,80 \pm 0,10^{Aa}$ $23,80 \pm 0,10^{Aa}$	Após $1^{a}$ imersão $23,80 \pm 0,10^{Aa}*$ $20,06 \pm 0,07^{Bb}$	Após $1^{a}$ Descong. $23,30 \pm 0,41^{Aa}$ $20,43 \pm 0,39^{Bb}$	Após $2^{a}$ imersão $23,30 \pm 0,41^{Aa}$ $18,59 \pm 0,07^{Bc}$	Após 2ª Descong. 22,22 ± 0,36 <sup>Ab</sup> 20,22 ± 0,69 <sup>Bb</sup>					
Controle (C) Água (T1) NaCl (T2)	Camarão fresco $23,80 \pm 0,10^{Aa}$ $23,80 \pm 0,10^{Aa}$ $23,80 \pm 0,10^{Aa}$	Após $1^a$ imersão $23,80 \pm 0,10^{Aa*}$ $20,06 \pm 0,07^{Bb}$ $20,67 \pm 0,11^{Cb}$	Após $1^a$ Descong. $23,30 \pm 0,41^{Aa}$ $20,43 \pm 0,39^{Bb}$ $20,49 \pm 0,24^{Bb}$	Após $2^{a}$ imersão $23,30 \pm 0,41^{Aa}$ $18,59 \pm 0,07^{Bc}$ $17,38 \pm 0,23^{CDc}$ $18,15 \pm 0,52^{BCc}$ $17,62 \pm 0,62^{BCEc}$	Após $2^{a}$ Descong. $22,22 \pm 0,36^{Ab}$ $20,22 \pm 0,69^{Bb}$ $18,71 \pm 0,30^{Cd}$					
Controle (C) Água (T1) NaCl (T2) TPF (T3)	$\begin{array}{c} \text{Camarão} \\ \text{fresco} \\ 23.80 \pm 0.10^{\text{Aa}} \\ 23.80 \pm 0.10^{\text{Aa}} \\ 23.80 \pm 0.10^{\text{Aa}} \\ 23.80 \pm 0.10^{\text{Aa}} \end{array}$	$\begin{array}{c} Ap\'{o}s \\ 1^a \ imers\~{a}o \\ 23,80 \pm 0,10^{Aa*} \\ 20,06 \pm 0,07^{Bb} \\ 20,67 \pm 0,11^{Cb} \\ 19,96 \pm 0,61^{BCb} \end{array}$	Após $1^a$ Descong. $23,30 \pm 0,41^{Aa}$ $20,43 \pm 0,39^{Bb}$ $20,49 \pm 0,24^{Bb}$ $19,93 \pm 0,28^{BCb}$	Após $2^{a}$ imersão $23,30 \pm 0,41^{Aa}$ $18,59 \pm 0,07^{Bc}$ $17,38 \pm 0,23^{CDc}$ $18,15 \pm 0,52^{BCc}$	Após $2^{a}$ Descong. $22,22 \pm 0,36^{Ab}$ $20,22 \pm 0,69^{Bb}$ $18,71 \pm 0,30^{Cd}$ $17,34 \pm 0,97^{CDc}$					
Controle (C) Água (T1) NaCl (T2) TPF (T3) CARNAL 961 (T4)	$\begin{array}{c} Camar\~{a}o \\ fresco \\ 23,80 \pm 0,10^{Aa} \end{array}$	$\begin{array}{c} Ap6s \\ 1^a \ imers\~ao \\ 23,80 \pm 0,10^{Aa*} \\ 20,06 \pm 0,07^{Bb} \\ 20,67 \pm 0,11^{Cb} \\ 19,96 \pm 0,61^{BCb} \\ 19,70 \pm 0,59^{Bb} \end{array}$	Após $1^a$ Descong. $23,30 \pm 0,41^{Aa}$ $20,43 \pm 0,39^{Bb}$ $20,49 \pm 0,24^{Bb}$ $19,93 \pm 0,28^{BCb}$ $19,73 \pm 0,02^{Cb}$	Após $2^{a}$ imersão $23,30 \pm 0,41^{Aa}$ $18,59 \pm 0,07^{Bc}$ $17,38 \pm 0,23^{CDc}$ $18,15 \pm 0,52^{BCc}$ $17,62 \pm 0,62^{BCEc}$	Após $2^a$ Descong. $22,22 \pm 0,36^{Ab}$ $20,22 \pm 0,69^{Bb}$ $18,71 \pm 0,30^{Cd}$ $17,34 \pm 0,97^{CDc}$ $17,22 \pm 0,60^{Dc}$					

<sup>\*</sup>Amostra sem imersão em aditivos. Valores apresentados com média  $\pm$  desvio padrão (n = 3). Letras minúscula diferentes na mesma linha indicam diferença significativa (p<0.05) entre as etapas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0.05) entre os tratamentos de acordo com o teste de Tukey.

Verificou-se que houve uma diminuição significativa nos valores de proteína das amostras tratadas na 1ª imersão, com médias que variaram de 17,91% a 20,67%, quando comparadas com o controle (C) (23,80%). A diminuição do teor de proteína das amostras tratadas com aditivos umectantes pode ser explicada pelo aumento do teor de umidade das

amostras submetidas à 1ª etapa de imersão, visto que o aumento da umidade diminui a concentração dos componentes da amostra e espera-se que, consequentemente, o teor de proteína diminua. Comparando-se as amostras submetidas à 1ª imersão com as amostras após o 1º descongelamento, observou-se que os resultados dos teores de proteína foram significativamente (p<0.05) iguais. Assim, observou-se que os aditivos umectantes se mostraram eficientes no processo de estabilidade das proteínas. Em relação aos resultados dos teores de proteína entre o 1º e o 2º descongelamento, observou-se diminuição significativa apenas nas amostras Controle e T7. No entanto, após o 2º descongelamento, observou-se que a amostra T7 não diferiu significativamente (p<0.05) das amostras T5 e T6. Isso pode estar relacionado à diminuição da ação dos aditivos na estabilidade da estrutura da proteína.

Ainda na tabela 2 (GRUPO II), observou-se que os teores de proteínas das amostras submetidas à 2ª imersão foram significativamente (p<0.05) menores que os das amostras submetidas apenas à 1ª imersão. Da mesma forma, a redução do teor de proteína das amostras tratadas com aditivos umectantes pode ser explicada pelo aumento do teor de umidade das amostras submetidas a 2ª etapa de imersão quando comparadas às amostras submetidas apenas à 1ª etapa de imersão às duas etapas de imersão.

Quando comparados os resultados do teor de proteínas das amostras submetidas à 2ª imersão com os resultados observados após o 2º descongelamento, observou-se valores significativamente (p<0.05) iguais entre as amostras T3, T4, T5, T6 e T7, enquanto que na amostra Controle houve uma diminuição significativa dos teores de proteínas e nas amostras T1 (imersas em água) e T2 (tratadas com NaCl) os teores de proteínas aumentaram significativamente (p<0.05).

Relativo à perda de proteínas do camarão nas amostras durante a imersão e/ou armazenamento congelado, Damodaran et al. (2010) relatam que os nutrientes solúveis em água, incluindo proteínas, podem ser perdidos junto com o exsudato durante o descongelamento. Segundo os autores, essa perda pode ser atribuída à quebra de proteínas por enzimas proteolíticas que não são completamente inativadas durante o armazenamento congelado. Entretanto, a retenção de proteínas nas amostras tratadas pode ter ocorrido pelo efeito dos aditivos na redução da desnaturação das proteínas e, consequentemente, na diminuição da perda de gotejamento (MOAWAD et al., 2013).

Damasceno e Gonçalves (2019) encontraram valores de proteína de 26,57%, 23,19% e 22,44%, respectivamente, em camarão imerso por 60 minutos em Água, Tripolifosfato de sódio e *Blend* de fosfato. Apesar de os valores encontrados pelos pesquisadores terem sido diferentes dos encontrados na presente pesquisa, os autores relatam, também, que o teor de proteína possui relação com o teor de umidade. Moawad et al. (2013) encontraram 19,13% de proteína em camarão branco imerso em água e 18,94% em camarão branco tratado com solução de fosfato trissódico a 5%. Os resultados revelam que a carne do camarão possui um alto teor de proteínas. De forma geral, a carne possui em torno de 77% de água e 23% proteína. Usando esses dados para criar uma relação média de umidade/proteína tem-se um resultado de cerca de 3,35 (VAN-RUTH, et al., 2014). Esse cálculo da relação entre umidade total e proteína foi colocado como proposto para fornecer uma indicação da presença de água em excesso na carne (SEAFISH, 2012).

Na Tabela 3 (GRUPO I) pode-se verificar os resultados dos valores médios da relação umidade/proteína (RUP) das amostras. Observou-se que o valor encontrado para a amostra controle foi significativamente (p<0.05) menor que os observados para as amostras que foram submetidas à primeira imersão. O mesmo padrão foi observado em relação aos resultados obtidos para as amostras após o 1º e o 2º descongelamento.

Em relação aos valores de RUP das amostras submetidas à 2ª imersão (Tabela 3 – GRUPO II), observou-se que todos os tratamentos tiveram valores médios significativamente (p<0.05) maiores quando comparados com o controle. Além disso, observou-se que os valores de RUP das amostras submetidas à 2ª imersão foram significativamente (p<0.05) maiores que os das amostras submetidas às etapas de 1ª imersão e 1º descongelamento. Na etapa de 2º descongelamento, observou-se que as amostras Controle e T1 obtiveram os menores valores de RUP (3,28 e 3,47, respectivamente) quando comparadas às demais amostras. Relacionando-se os resultados das amostras após o 2º descongelamento com os resultados das amostras submetidas à 2ª imersão, constatou-se que as amostras T1, T2 e T5 tiveram valores significativamente (p<0.05) menores que as amostras T3, T4, T6 e T7, que apresentaram valores médios significativamente (p<0.05) iguais. Com isso, pôde-se constatar que pode haver um aumento na RUP quando o produto é imerso em soluções compostas por aditivos umectantes. Entretanto, após os descongelamentos, algumas amostras mantiveram seus

valores e em outras diminuíram, o que mostra que a variação nos valores depende do tempo, número de imersões, concentração e tipo de aditivo usado.

**Tabela 3**. Valores da Relação Umidade/Proteína do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento

GRUPO I  (Uma imersão em aditivo alimentar + dois ciclos de congelamento e descongelamento)								
Tratamentos  Camarão Após Após Após fresco 1ª imersão 1ª Descong.  Apó 2ª Desco								
Controle (C)	$3,19 \pm 0.02^{Aa}$	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$3,25 \pm 0,05^{Aa}$	-	$3,28 \pm 0,05^{Aa}$			
Água (T1)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$3,93 \pm 0.02^{\text{Bb}}$	$3,72 \pm 0,08^{Bc}$	-	$3,61 \pm 0,09^{Bc}$			
NaCl (T2)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$3,74 \pm 0,02^{Cb}$	$3,77 \pm 0,04^{\text{Bb}}$	-	$3,78 \pm 0,07^{\text{BDb}}$			
TPF (T3)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$3,92 \pm 0,13^{\text{BCbc}}$	$3,91 \pm 0,05^{Cb}$	-	$4,00 \pm 0,05^{\text{CEb}}$			
CARNAL 961 (T4)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$3,98 \pm 0,11^{\text{Bbc}}$	$3,96 \pm 0,03^{Cb}$	-	$3,97 \pm 0,06^{\text{Cb}}$			
NP-30 (T5)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$3,91 \pm 0,21^{BCb}$	$4,09 \pm 0,05^{DEb}$	-	$3,95 \pm 0,14^{\text{CDEb}}$			
BRIFISOL 450 (T6)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$4,01 \pm 0,24^{BCDb}$	$4,01 \pm 0.08^{\text{CDb}}$	-	$4,14 \pm 0,08^{\text{EFb}}$			
BRIFISOL S2 (T7)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$4,44 \pm 0,13^{Db}$	$4,22 \pm 0.07^{Eb}$	-	$4,25 \pm 0,11^{\text{Fb}}$			
		GRUPO	) II					
(Duas imersõe	s em aditivo alin	nentar + dois ci	clos de congela	amento e descon	gelamento)			
Tratamentos	Tratamentos  Camarão Após Após Após fresco 1ª imersão 1ª Descong. 2ª imersão 2							
Controle (C)	$3,19 \pm 0.02^{Aa}$	$3,19 \pm 0.02^{Aa*}$	$3,25 \pm 0,05^{Aa}$	$3,25 \pm 0,05^{Aa}$	$3,28 \pm 0,06^{Aa}$			
Água (T1)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$3,93 \pm 0.02^{\text{Bb}}$	$3,72 \pm 0,08^{Bc}$	$4,45 \pm 0,02^{Bd}$	$3,53 \pm 0,12^{Aac}$			
NaCl (T2)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$3,74 \pm 0.02^{Cb}$	$3,77 \pm 0.04^{\text{Bb}}$	$4,59 \pm 0.07^{\text{CDc}}$	$4,08 \pm 0,07^{Bd}$			
TPF (T3)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$3,92 \pm 0,13^{BCb}$	$3,91 \pm 0,05^{Cb}$	$4,42 \pm 0,13^{BCc}$	$4,48 \pm 0,26^{BCc}$			
CARNAL 961 (T4)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$3,98 \pm 0,11^{\text{Bb}}$	$3,96 \pm 0,03^{Cb}$	$4,54 \pm 0,19^{\text{BCDEc}}$	$4,50 \pm 0,14^{Cc}$			
NP-30 (T5)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$3,91 \pm 0,21^{BCb}$	$4,09 \pm 0,05^{DEb}$	$4,82 \pm 0.04^{Ec}$	$4,50 \pm 0,15^{Cd}$			
BRIFISOL 450 (T6)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$4,01 \pm 0,24^{BCDb}$	$4,01\pm0,08^{CDb}$	$4,69 \pm 0,10^{\mathrm{DEc}}$	$4,59 \pm 0,24^{Cc}$			
BRIFISOL S2 (T7)	$3,19 \pm 0,02^{Aa}$	$4,44 \pm 0,13^{Db}$	$4,22 \pm 0,07^{Eb}$	$5,08 \pm 0,36^{DEc}$	$4.98 \pm 0.35^{Cc}$			

<sup>\*</sup>Amostra sem imersão em aditivos. Valores apresentados com média ± desvio padrão (n = 3). Letras minúscula diferentes na mesma linha indicam diferença significativa (p<0.05) entre as etapas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0.05) entre os tratamentos de acordo com o teste de Tukey.

Os pesquisadores Van-Ruth et al. (2014) analisaram a relação entre umidade/proteína (RUP) de vários produtos comercializados e determinaram um valor médio de 4,8 em camarão resfriado. Em camarão congelado, os autores encontraram valores médios de 7,2, resultados superiores aos encontrados na presente pesquisa. Lemos e Gonçalves (2019) observaram que as variáveis concentração da solução de aditivo e tempo de imersão influenciam na relação umidade/proteína. Os pesquisadores verificaram que, quanto maior a concentração do aditivo, em cuja pesquisa foram utilizados os valores de 3%, 5% e 10%, a relação umidade/proteína aumentou de forma proporcional. Além disso, os autores constataram que quanto maior o tempo de imersão, que variou de 30 a 120 minutos, maior foi a relação umidade/proteína.

Para Gonçalves (2017), a relação umidade/proteína (U/P) parece ser um método simples para detecção excessiva de água no pescado. No entanto, a variabilidade da composição química do pescado, bem como a forma de como esse foi processado ou se foi submetido ao pré-tratamento com aditivos umectantes, pode comprometer os valores sobre a relação U/P. O uso de polifosfatos, em baixas concentrações, aumentam a capacidade de retenção de água, mesmo mantendo a relação U/P abaixo do limite legal. As espécies de peixes classificadas, de acordo com o percentual de gordura, apresentam um aumento na relação U/P de acordo com o incremento no percentual de gordura. Também deve-se levar em consideração se o peixe foi congelado ou congelado-descongelado, pode ter alguma influência nos resultados da relação U/P, o que demonstra possível dificuldade de se fixar um limite. Essas informações devem ser levadas em consideração quando se pretende utilizar esse parâmetro (relação U/P) como índice de qualidade ou de inspeção por parte dos fiscais agropecuários federais.

# 5.2.2 Capacidade de Retenção de Água (CRA)

Na Tabela 4 (GRUPO I), observou-se que as amostras tratadas com aditivos após a 1ª imersão não diferiram significativamente (p<0.05) da amostra Controle (Fresca).

Essa igualdade pode estar relacionada ao fato de a amostra controle ainda estar íntegra e com uma boa capacidade de retenção de água. Após o 1ª descongelamento, as amostras T2, T3, T4, T5 e T7 obtiveram valores de CRA significativamente (p<0.05) maiores que a amostra controle. Observou-se que a amostra controle (fresca) teve o valor de CRA reduzido significativamente (p<0.05) após o primeiro descongelamento. Quando relacionados os valores de CRA das amostras após a 1ª imersão com as amostras após o 1ª descongelamento, observou-se uma diminuição significativa apenas na amostra T6. Em relação aos resultados após o 2ª descongelamento, nas amostras T2, T3, T5 e T7 foram determinados valores significativamente (p<0.05) maiores que a amostra controle e T1, que foram significativamente (p<0.05) iguais entre si. Ao se relacionar os valores do 1ª descongelamento com o do 2ª descongelamento, observou-se uma diminuição significativa entre os resultados, exceto a amostra T1 (imersa em água), que obteve valores de CRA significativamente (p<0.05) iguais.

**Tabela 4.** Valores da Capacidade de Retenção de Água - CRA (%) do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento

Chinoi										
(Uma imers	GRUPO I  (Uma imersão em aditivo alimentar + dois ciclos de congelamento e descongelamento)									
Camarão Após Após Após Após										
Tratamentos	fresco	1ª imersão	1ª Descong.	-	2ª Descong.					
Controle (C)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$81,86 \pm 0.85^{ABa}*$	$78,55 \pm 0,43^{Ab}$	-	$76,76 \pm 0,38^{Ac}$					
Água (T1)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$80,25 \pm 1,00^{Aa}$	$79,17 \pm 1,88^{ABCab}$	-	$77,23 \pm 0,33^{Ab}$					
NaCl (T2)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$81,99 \pm 0,13^{Ba}$	$80,81 \pm 1,23^{BCa}$	-	$77,85 \pm 0,04^{\text{Bb}}$					
TPF (T3)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$80,53 \pm 0,14^{Aa}$	$80,80 \pm 1,14^{BCa}$	-	$78,86 \pm 0,20^{\text{Cb}}$					
CARNAL 961 (T4)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$81,86 \pm 0,98^{ABa}$	$80,45 \pm 0,63^{\text{Ca}}$	-	$77,60 \pm 0,13^{ABDb}$					
NP-30 (T5)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$82,84 \pm 1,53^{ABa}$	$80,60 \pm 0,22^{Ca}$	-	$78,25 \pm 0,11^{\text{Db}}$					
BRIFISOL 450 (T6)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$81,08 \pm 0,49^{Aa}$	$79,04 \pm 0,50^{ABb}$	-	$77,51 \pm 0,31^{ABDc}$					
BRIFISOL S2 (T7)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$82,73 \pm 1,49^{ABa}$	$80,89 \pm 0,30^{\text{Ca}}$	-	$78,27 \pm 0,37^{\text{BDCb}}$					
		GRUI	PO II							
(Duas imers	ões em aditivo	alimentar + dois	ciclos de congela	mento e descon	gelamento)					
T	Camarão	Após	Após	Após	Após					
Tratamentos	fresco	1ª imersão	1ª Descong.	2ª imersão	2ª Descong.					
Controle (C)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$81,86 \pm 0,85^{ABa}*$	$78,55 \pm 0,43^{Ab}$	$78,55 \pm 0,43^{Ab}$	$76,76 \pm 0,38^{Ac}$					
Água (T1)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$80,25 \pm 1,00^{Aa}$	$79,17 \pm 1,88^{ABCa}$	$79,71 \pm 1,13^{ABCa}$	$74,28 \pm 0,12^{\text{Bb}}$					
NaCl (T2)	$81,86 \pm 0,85^{Aab}$	$81,99 \pm 0,13^{\text{Ba}}$	$80,81 \pm 1,23^{\text{BCab}}$	$81,20 \pm 0,25^{Cb}$	$75,56 \pm 0,81^{ABc}$					
TPF (T3)	$81,86 \pm 0,85^{Aab}$	$80,53 \pm 0,14^{Aa}$	$80,80 \pm 1,14^{BCab}$	$81,27 \pm 0,37^{\text{Cb}}$	$77,61 \pm 0,35^{Cc}$					
CARNAL 961 (T4)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$81,86 \pm 0,98^{ABa}$	$80,45 \pm 0,63^{\text{Ca}}$	$81,54 \pm 0,42^{Ca}$	$77,68 \pm 0,41^{\text{Cb}}$					
NP-30 (T5)	$81,86 \pm 0,85^{Aab}$	$82,84 \pm 1,53^{ABab}$	$80,60 \pm 0,22^{Ca}$	$81,35 \pm 0,34^{\text{Cb}}$	$77,91 \pm 0,35^{Cc}$					
BRIFISOL 450 (T6)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$81,08 \pm 0,49^{Aa}$	$79,04 \pm 0,50^{ABb}$	$79,62 \pm 0,08^{\mathrm{Bb}}$	$76,82 \pm 0,52^{Ac}$					
BRIFISOL S2 (T7)	$81,86 \pm 0,85^{Aa}$	$82,73 \pm 1,49^{ABa}$	$80,89 \pm 0,30^{\text{Ca}}$	$80,99 \pm 0,17^{Ca}$	$78,15 \pm 0,12^{\text{Cb}}$					

<sup>\*</sup>Amostra sem imersão em aditivos. Valores apresentados com média  $\pm$  desvio padrão (n = 3). Letras minúscula diferentes na mesma linha indicam diferença significativa (p<0.05) entre as etapas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0.05) entre os tratamentos de acordo com o teste de Tukey.

No GRUPO II (Tabela 4), observou-se que após a 2ª imersão, os valores de CRA das amostras T2, T3, T4, T5, T6 e T7 foram superiores à amostra controle, porém iguais à amostra T1. Quando relacionados os valores da 2ª imersão com a primeira etapa de descongelamento, observou-se que apenas a amostra T5 aumentou o valor de CRA. Entre as amostras submetidas ao 2º descongelamento, as amostras T3, T4, T5 e T7 tiveram valores de CRA significativamente (p<0.05) maiores quando comparados com a amostra Controle. Além disso, a amostra T1 obteve valor significativamente (p<0.05) menor que a amostra Controle. Quando comparados os valores de CRA das amostras após a 2ª imersão com as amostras após o 2º descongelamento, observou-se que houve uma diminuição significativa entre os resultados de todas as amostras. Observou-se que o tempo (60 minutos) e a concentração dos aditivos (5%) foram capazes de manter a CRA da maioria das amostras imersas em aditivos após um ciclo de congelamento-descongelamento.

Segundo Kingwascharapong e Benjakul (2016), o processo de congelamento-descongelamento causa desnaturação proteica e danos às fibras musculares. O aumento no número de ciclos de congelamento e descongelamento causa espaçamento nas fibras musculares da carne de camarão. Após análises histológicas, os autores verificaram que até dois ciclos de congelamento e descongelamento o espaçamento entre as fibras musculares foi semelhante à amostra fresca, observando-se modificações quando as amostras de camarão foram congeladas e descongeladas por mais de dois ciclos, quando a fibra muscular é rasgada e os arranjos tornaram-se desordenados. Essas mudanças são provocadas por danos mecânicos causados aos tecidos, o que gera maiores perdas de água durante o descongelamento das amostras (BOONSUMREJ et al., 2007). Segundo as pesquisas de Carneiro et al. (2013), o aditivo tripolifosfato de sódio causa mudanças na estrutura muscular da carne de camarão, o que explica os diferentes valores de CRA encontrados na presente pesquisa.

As diferenças entre os valores de CRA encontrados na presente pesquisa corroboram os valores encontrados por Sampaio et al. (2001), que verificaram a ação de diferentes soluções de fosfato em camarão de água doce e encontraram valores significativamente diferentes de CRA e redução do exsudato. Os autores verificam que nem sempre os fosfatos que acarretam maior retenção de água são os mais eficientes na redução do exsudato de camarões congelados e descongelados.

Segundo Karlsdottir (2009), a capacidade de retenção de água no músculo depende principalmente das condições das proteínas miofibrilares, do espaço entre os filamentos e de quanta água está localizada intracelularmente. Carneiro et al. (2013) encontraram valores de CRA de 87,1g/100g e de 92,7g/100g em amostras de camarão *in natura* e amostras tratadas com solução de tripolifostafo de sódio a 5%, respectivamente, indicando que o aditivo influencia na retenção de água no músculo do camarão. Os autores observaram, ainda, que ao se aumentar o tempo de contato com o aditivo de 60 para 120 minutos, houve um aumento na CRA de amostras. Assim, variações no tempo de imersão provocam modificações nos valores de CRA. Um dos efeitos causados pelos fosfatos na retenção de água está relacionado com as mudanças no pH muscular causadas pelo aditivo, alterando, assim, a capacidade de retenção de água das proteínas. Outra explicação sobre o aumento da capacidade de retenção de água causado pelo fosfato, deve-se ao fato desse aditivo dissociar a actomiosina da actina e da miosina, bem como a despolimerização de filamentos espessos e finos e, consequentemente,

aumentar a solubilidade protéica, a CRA, a maciez e a água ligada (GONÇALVES et al., 2008). De acordo com Wachirasiri et al. (2016), o fosfato age como poliânion para aumentar a CRA da carne e contribui para a estabilização das proteínas contra a desnaturação durante o congelamento e armazenamento congelado.

### 5.2.3 Potencial Hidrogeniônico (pH)

Em relação aos resultados de pH (Tabela 5 – GRUPO I) das amostras submetidas à 1<sup>a</sup> imersão, observou-se que as amostras T4 e T5 tiveram valores significativamente (p<0.05) superiores à amostra Controle. Quando comparados os resultados da 1<sup>a</sup> imersão com os resultados após o 1<sup>o</sup> descongelamento, observou-se um aumento significativo (p<0.05) no valor de pH de todas as amostras. Comparando-se os resultados das amostras após o 1<sup>o</sup> descongelamento com os dados das amostras após o 2<sup>o</sup> descongelamento, verificou-se que as amostras T4 e T5 tiveram valores significativamente (p<0.05) menores.

**Tabela 5.** Valores de pH do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento

GRUPO I									
(Uma imersão em aditivo alimentar + dois ciclos de congelamento e descongelamento)									
Tratamentos	Camarão Após Após								
Controle (C)	$6.56 \pm 0.13^{Aa}$	$6.56 \pm 0.13^{ABCa}*$	$7.02 \pm 0.09^{ACb}$	-	$6.96 \pm 0.14^{ABDb}$				
Água (T1)	$6.56 \pm 0.13^{Aa}$	$6.61 \pm 0.05^{Aa}$	$6.97 \pm 0.03^{Ab}$	-	$6.99\pm0.05^{ABb}$				
NaCl (T2)	$6.56 \pm 0.13^{Aa}$	$6.46 \pm 0.02^{Ba}$	$6.84 \pm 0.06^{Bb}$	-	$6.95\pm0.08^{ABb}$				
TPF (T3)	$6.56 \pm 0.13^{Aa}$	$6.58 \pm 0.11^{ABCa}$	$7.08 \pm 0.01^{Cb}$	-	$7.07 \pm 0.06^{ABb}$				
CARNAL 961 (T4)	$6.56 \pm 0.13^{Aa}$	$6.82 \pm 0.04^{Db}$	$7.14 \pm 0.05^{Cc}$	-	$6.99 \pm 0.01^{Bd}$				
NP-30 (T5)	$6.56 \pm 0.13^{Aa}$	$7.44 \pm 0.17^{Eb}$	$7.87 \pm 0.05^{Dc}$	-	$7.58 \pm 0.02^{Cb}$				
BRIFISOL 450 (T6)	$6.56 \pm 0.13^{Aac}$	$6.49 \pm 0.07^{ABa}$	$6.82 \pm 0.02^{Bb}$	-	$6.77 \pm 0.04^{\mathrm{Dbc}}$				
BRIFISOL S2 (T7)	$6.56 \pm 0.13^{Aa}$	$6.79 \pm 0.08^{\text{CDa}}$	$7.05 \pm 0.03^{Cb}$	-	$7.06 \pm 0.03^{Ab}$				
		GRUPO	II						
(Duas imersões	s em aditivo ali	mentar + dois cic	los de congelame	ento e desconge	lamento)				
Tratamentos	Camarão	Após	Após	Após	Após				
Tratamentos	fresco	1ª imersão	1ª Descong.	2ª imersão	2ª Descong.				
Controle (C)	$6,56 \pm 0,13^{Aa}$	$6,56 \pm 0,13^{ABDa}*$	$7,02 \pm 0,09^{ACb}$	$7,02 \pm 0,09^{Ab}$	$6,96 \pm 0,14^{ADb}$				
Água (T1)	$6,56 \pm 0,13^{Aa}$	$6,61 \pm 0,05^{Aa}$	$6,97 \pm 0,03^{Ab}$	$6,79 \pm 0,07^{Bc}$	$6,95 \pm 0,07^{Ab}$				
NaCl (T2)	$6,56 \pm 0,13^{Aac}$	$6,46 \pm 0,02^{Ba}$	$6,84 \pm 0,06^{\text{Bb}}$	$6,67 \pm 0,02^{Cc}$	$6,68 \pm 0,06^{Bc}$				
TPF (T3)	$6,56 \pm 0,13^{Aa}$	$6,58 \pm 0,11^{ABDa}$	$7,08 \pm 0,01^{\text{Cb}}$	$7,07 \pm 0,09^{ADbc}$	$7,14 \pm 0,02^{Dc}$				
CARNAL 961 (T4)	$6,56 \pm 0,13^{Aa}$	$6,82 \pm 0,04^{\text{Eb}}$	$7,14 \pm 0,05^{Cc}$	$7,21 \pm 0,04^{\text{Dcd}}$	$7,27 \pm 0,05^{Ed}$				
NP-30 (T5)	$6,56 \pm 0,13^{Aa}$	$7,44 \pm 0,17^{\text{Fb}}$	$7,87 \pm 0,05^{Dc}$	$8,62 \pm 0,05^{Ed}$	$8,24 \pm 0,06^{\text{Fe}}$				
BRIFISOL 450 (T6)	$6,56 \pm 0,13^{Aac}$	$6,49 \pm 0,07^{ABa}$	$6,82 \pm 0,02^{\text{Bb}}$	$6,74 \pm 0,03^{Bc}$	$6,98 \pm 0,05^{Ad}$				
BRIFISOL S2 (T7)	$6,56 \pm 0,13^{Aa}$	$6,79 \pm 0,08^{DEa}$	$7,05 \pm 0,03^{\text{Cb}}$	$7,11 \pm 0,11^{\text{ADbc}}$	$7,21 \pm 0,01^{Ec}$				

<sup>\*</sup>Amostra sem imersão em aditivos. Valores apresentados com média ± desvio padrão (n = 3). Letras minúscula diferentes na mesma linha indicam diferença significativa (p<0.05) entre as etapas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0.05) entre os tratamentos de acordo com o teste de Tukey.

No GRUPO II (Tabela 5), entre as amostras submetidas à 2ª imersão e ao 2º descongelamento, verificou-se que o valor de pH da amostra T5 foi significativamente (p<0.05) superior às demais amostras. Porém, verificou-se que houve um aumento significativo (p<0.05) dos resultados das amostras após a 2ª imersão e após o 2º descongelamento quando comparados com os da 1ª imersão. O valor inicial de pH do camarão tratado com aditivos aumentou de 6,56 (amostra fresca) até 8,62 (amostra tratada com aditivos) e pequenas alterações nos valores de pH foram encontradas ao longo do período da pesquisa. Em comparação com a amostra fresca e a imersa em água, os valores de pH das amostras imersas em fosfatos foram maiores devido à capacidade de tamponamento dos fosfatos. Sampaio et al. (2001) encontraram na carne do camarão de água doce fresco um pH próximo da neutralidade (7,38), inferior ao encontrado na presente pesquisa.

Moawad et al. (2013) obtiveram em camarão branco após tratamento com fosfato valores que variaram de 6,83 para 6,95 em amostras imersas em água e em fosfato, respectivamente. De acordo com os resultados encontrados pelos autores, o pH do camarão aumentou acentuadamente após 6 meses de armazenamento congelado a -20°C. Nesse contexto, Hui et al. (2006) afirmam que as enzimas microbianas liberadas antes do congelamento podem contribuir para mudanças no pH e perda de qualidade durante o armazenamento congelado. Sundararajan (2010) relatou um valor inicial de pH de 7,0, que aumentou para 7,4 após 180 dias de armazenamento congelado de camarão branco a -21°C. O aumento do pH pode está relacionado ao acúmulo de compostos alcalinos, como TMA, TVB, aminas voláteis e amônia (SRIKET et al., 2007).

Wachirasiri et al. (2016) encontraram o valor de pH de 6,5 em amostras de camarão branco *in natura* e 7,0 em amostras tratadas apenas com a solução de NaCl (3%). Os pesquisadores encontraram valor de pH igual a 8,5 em amostras de camarão branco tratadas com o aditivo tripolifosfato (4%) adicionado de NaCl (3%). Esses resultados são semelhantes aos resultados obtidos no presente estudo. Ao analisarem camarão *L. Vannamei*, Carneiro et al. (2013) encontraram um pH médio de 6,4 em camarão *in natura* e de 7,2 em camarão tratado com tripolifosfato de sódio. Os resultados citados por esses autores são comparáveis aos resultados obtidos na presente pesquisa. O aumento do valor de pH é um fator de extrema importância na retenção de água do pescado, pois desloca a proteína para distante do ponto isoelétrico (pH 5,1). Assim, há um aumento da distância entre as cadeias dos polipeptídios e

um aumento no espaço para retenção de água (CARNEIRO et al., 2013). O aumento do pH associado à utilização de fosfato aumenta a força de repulsão e, consequentemente, a solubilização de proteínas musculares (RATTANASATHEIRN et al., 2008).

### 5.2.4 Análise de fosfato

A Tabela 6 expõe os resultados do teor de fosfato da amostra controle após dois ciclos de congelamento e descongelamento e das amostras imersas em aditivos alimentares após dois ciclos de congelamento e descongelamento.

**Tabela 6**. Teores de fosfato (g/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento

GRUPO I									
(Uma imersão em aditivo alimentar + dois ciclos de congelamento e descongelamento)									
Tratamentos	fresco l'a imersao l'a Descong. 2º Desco								
Controle (C)	$0.29 \pm 0.01^{Aa}$	$0.29 \pm 0.01^{Aa*}$	$0.63 \pm 0.05^{Ab}$	-	$0.66 \pm 0.00^{Ab}$				
Água (T1)	$0.29\pm0.01^{Aa}$	$0.31 \pm 0.02^{Aa}$	$0.61\pm0.01^{Ab}$	-	$0.59 \pm 0.05^{ABb}$				
NaCl (T2)	$0.29 \pm 0.01^{Aa}$	$0.35 \pm 0.11^{Aab}$	$0.53 \pm 0.07^{Abc}$	-	$0.59 \pm 0.03^{Bc}$				
TPF (T3)	$0.29\pm0.01^{Aa}$	$0.95 \pm 0.11^{BDb}$	$0.98\pm0.02^{Bb}$	-	$0.92 \pm 0.05^{Cb}$				
CARNAL 961 (T4)	$0.29\pm0.01^{Aa}$	$0.95\pm0.05^{Bbc}$	$1.01 \pm 0.01^{Bb}$	-	$0.93 \pm 0.02^{Cc}$				
NP-30 (T5)	$0.29 \pm 0.01^{Aa}$	$0.58 \pm 0.01^{Cb}$	$0.61 \pm 0.00^{Ac}$	-	$0.57 \pm 0.04^{\mathrm{Bbc}}$				
BRIFISOL 450 (T6)	$0.29\pm0.01^{Aa}$	$1.12 \pm 0.03^{Db}$	$1.03 \pm 0.07^{BCb}$	-	$0.85 \pm 0.01^{Cc}$				
BRIFISOL S2 (T7)	$0.29\pm0.01^{Aa}$	$1.11 \pm 0.02^{Db}$	$1.07 \pm 0.03^{Cb}$	-	$0.81 \pm 0.06^{Cc}$				
		GRUPO	II						
(Duas imersões	em aditivo alii	mentar + dois cio	clos de congelar	nento e desconge	elamento)				
Tratamentos	Camarão	Após	Após	Após	Após				
Tratamentos	fresco	1ª imersão	1ª Descong.	2ª imersão	2ª Descong.				
Controle (C)	$0.29 \pm 0.01^{Aa}$	$0.29 \pm 0.01^{Aa*}$	$0.63 \pm 0.05^{Ab}$	$0.63 \pm 0.05^{Ab}$	$0.66 \pm 0.00^{Ab}$				
Água (T1)	$0,29 \pm 0,01^{Aa}$	$0.31 \pm 0.02^{Aa}$	$0,61 \pm 0,01^{Ab}$	$0,44 \pm 0,00^{Bc}$	$0.51 \pm 0.02^{Bd}$				
NaCl (T2)	$0,29 \pm 0,01^{Aa}$	$0.35 \pm 0.11^{Aabc}$	$0.53 \pm 0.07^{Ab}$	$0,26 \pm 0,01^{Cc}$	$0,52 \pm 0,00^{\text{Bb}}$				
TPF (T3)	$0,29 \pm 0,01^{Aa}$	$0.95 \pm 0.11^{\text{BDb}}$	$0.98 \pm 0.02^{\text{Bb}}$	$1,24 \pm 0,05^{DEc}$	$1,32 \pm 0,03^{Cc}$				
CARNAL 961 (T4)	$0,29 \pm 0,01^{Aa}$	$0.95 \pm 0.05^{\text{Bb}}$	$1,01 \pm 0,01^{\text{Bb}}$	$1,33 \pm 0,03^{Dc}$	$1,28 \pm 0,07^{Cc}$				
NP-30 (T5)	$0,29 \pm 0,01^{Aa}$	$0.58 \pm 0.01^{\text{Cb}}$	$0,61 \pm 0,00^{Ac}$	$0,45 \pm 0,03^{Bd}$	$0,47 \pm 0,01^{De}$				
BRIFISOL 450 (T6)	$0,29 \pm 0,01^{Aa}$	$1,12 \pm 0,03^{\text{Dbc}}$	$1,03 \pm 0,07^{BCb}$	$1,21 \pm 0,04^{Ec}$	$1,22 \pm 0,07^{Cc}$				
BRIFISOL S2 (T7)	$0,29 \pm 0,01^{Aa}$	$1,11 \pm 0,02^{\text{Db}}$	$1,07 \pm 0,03^{Cb}$	$1,24 \pm 0,05^{DEc}$	$1,33 \pm 0,01^{Cd}$				

<sup>\*</sup>Amostra sem imersão em aditivos. Valores apresentados com média  $\pm$  desvio padrão (n = 3). Letras minúscula diferentes na mesma linha indicam diferença significativa (p<0.05) entre as etapas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0.05) entre os tratamentos de acordo com o teste de Tukey.

O valor médio de fosfato na amostra fresca (Controle) foi de 0,29g/100g, valor significativamente (p<0.05) igual às amostras T1 (0,31 g/100g) e T2 (0,35 g/100g), imersas em água e em solução com NaCl, respectivamente e significativamente (p<0.05) menor que

os demais tratamentos. Em relação aos resultados após o 1º descongelamento, os resultados das amostras Controle, T1, T2 e T5 foram significativamente (p<0.05) iguais entre si, porém menores que as amostras T3, T4, T6 e T7. Entre os resultados da análise de fosfato das amostras após o 2º descongelamento, observou-se que as amostras T3, T4, T6 e T7 obtiveram os maiores valores, o que se justifica pelo fato de essas amostras terem sido tratadas com aditivos que continham fosfato em sua composição. Em relação à amostra Controle, verificou-se que após o 1º descongelamento o valor médio de fosfato aumentou quando comparado com o teor de fosfato da amostra fresca. Esse aumento pode ser explicado devido à perda de água da amostra e, com isso, aumento da concentração do fosfato natural.

No GRUPO II (Tabela 6), após a 2ª imersão, observou-se que as amostras T1, T2 e T5 obtiveram os menores valores de fosfato, fato que se justifica pelo fato de as amostras terem sido tratadas com soluções com aditivos sem fosfato na sua composição. Após o 2º descongelamento, verificou-se o mesmo comportamento nessas amostras, que tiveram valores significativamente (p<0.05) menores que as demais. O resultado de fosfato (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) da amostra fresca foi próximo do valor observado por Gonçalves et al. (2008), que encontraram 0,32% de fosfato em camarão vermelho cru. Os pesquisadores determinaram 0,42% de fosfato em amostras imersas em solução a 5% de tripolifosfato e 0,46% em amostras imersas em *blend* de fosfato, valores inferiores aos encontrados nas amostras tratadas com aditivos na presente pesquisa. Segundo os autores, soluções a 5% de tripolifosfato e *blend* de fosfato podem ser usadas para evitar perdas no descongelamento de pescado, além de perdas relacionadas com o cozimento. A fim de reduzir a prática de fraudes na indústria pesqueira, o tratamento com fosfatos deve ser suficiente apenas para produzir o efeito tecnológico.

De acordo com Kaufmann et al. (2005), a presença de traços de polifosfatos inorgânicos em pescado é um indicativo de que as amostras foram submetidas a prévio tratamento com polifosfatos. Os autores declararam que a prática de tratamento de pescado com fosfatos é legal, porém os benefícios econômicos criados pela introdução de água em produtos de alto valor de mercado parece ser a principal justificativa para o uso de polifosfatos, de forma que o uso desses aditivos deve ser declarado. O *Codex Alimentarius* (2018) estabelece o limite de 2200 mg/kg de fósforo (0,22 g P/100g ou ~0,5 g P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> /100g) em camarões crus ou congelados. Os níveis de fosfato no camarão dependem da temperatura, do pH, das condições de armazenamento, das espécies analisadas e da localização geográfica (OMAR et al., 2016).

Os fosfatos têm efeitos mais pronunciados no rendimento após as amostras serem descongeladas e submetidas a tratamento térmico. Os resultados observados na presente pesquisa corroboram os resultados encontrados por Gonçalves et al. (2008), que informaram que os fosfatos possuem ações diferentes para cada espécie de pescado e observaram que a perda de gotejamento após o descongelamento é maior em amostras não tratadas com aditivos umectantes. Os pesquisadores informaram, ainda, que o pescado de boa qualidade, devidamente congelado e frio, desenvolve pouco gotejamento, entretanto, em temperaturas muito altas pode haver grande perda por degelo. Assim, o tratamento com fosfatos antes do congelamento pode reduzir a perda de líquido, mas não impede a deterioração do pescado.

### 5.2.5 Análise de sódio

Na Tabela 7 (GRUPO I), após a 1ª imersão, observou-se que as amostras T2, T3, T4, T5, T6 e T7 tiveram valores de sódio que variaram de 133,56mg/100g (T4) a 485,44mg/100g (T5), valores significativamente (p<0.05) superiores às amostras Controle e T1. Isso pode ser explicado pelo fato de as primeiras amostras terem sido tratadas com aditivos que continham sódio em sua composição. A amostra T1 obteve o menor teor de sódio (86,53mg/100g), inclusive quando comparada com a amostra controle (Fresca), que obteve um valor médio de 117,84mg/100g. Isso pode ser explicado pelo fato de a amostra T1 ter sido imersa apenas em água e, assim, ocorreu uma diluição dos íons sódio presentes na carne do camarão. Após o 1º e o 2° descongelamento, observou-se que a amostra T1 obteve os menores valores de sódio, com 111,54 e 101,69mg/100g, respectivamente. Após essas duas etapas, verificou-se que as amostras T2 e T5 obtiveram os maiores teores de sódio. Comparando-se os resultados entre as etapas 1ª imersão e 1º descongelamento (Tabela 7 – GRUPO I), constatou-se que houve um aumento no teor de sódio em todas as amostras, o que pode ser explicado por uma possível concentração de sódio nas amostras após a perda de água durante o descongelamento. Relacionando-se os valores encontrados após o 1º descongelamento com os resultados após o 2º descongelamento, observou-se que houve uma diminuição significativa do teor de sódio de todas as amostras. Isso pode ter ocorrido por uma possível saída de sódio durante o *drip* no 2° descongelamento, ocasionado por prováveis danos à estrutura da carne do camarão devido ao processo de recristalização e desestabilização das proteínas.

**Tabela 7.** Teores de sódio (mg/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos depois de dois ciclos de congelamento/descongelamento

		GRU	JPO I								
(Uma imer	(Uma imersão em aditivo alimentar + dois ciclos de congelamento e descongelamento)										
	Camarão Após Após Após Após										
Tratamentos	fresco	1ª imersão	1ª Descong.	-	2ª Descong.						
Controle (C)	$117.84 \pm 1.11^{Aa}$	117.84 ± 1.11 <sup>Aa</sup> *	$128.23 \pm 1.50^{Ab}$	_	$119.18 \pm 2.93^{Aa}$						
Água (T1)	$117.84 \pm 1.11^{Aa}$	$86.53 \pm 1.31^{\text{Bb}}$	$111.54 \pm 2.26^{Bc}$	_	$101.69 \pm 0.49^{\text{Bd}}$						
NaCl (T2)	$117.84 \pm 1.11^{Aa}$	$393.43 \pm 1.15^{\text{Cb}}$	$572.63 \pm 12.58^{\text{Cc}}$	-	$400.60 \pm 7.65^{Cb}$						
TPF (T3)	$117.84 \pm 1.11^{Aa}$	$274.39 \pm 6.67^{Db}$	$314.13 \pm 3.87^{Dc}$	-	$265.08 \pm 2.43^{Db}$						
CARNAL 961 (T4)	$117.84 \pm 1.11^{Aa}$	$133.56 \pm 2.40^{Eb}$	$191.42 \pm 3.13^{Ec}$	-	$120.08 \pm 0.59^{Ad}$						
NP-30 (T5)	$117.84 \pm 1.11^{Aa}$	$485.44 \pm 24.52^{Fb}$	$558.07 \pm 1.33^{Cc}$	-	$390.69 \pm 4.23^{Cd}$						
BRIFISOL 450 (T6)	$117.84 \pm 1.11^{Aa}$	$228.03 \pm 2.43^{\text{Gb}}$	$279.74 \pm 0.32^{Fc}$	-	$262.32 \pm 0.32^{Dd}$						
BRIFISOL S2 (T7)	$117.84 \pm 1.11^{Aa}$	$264.75 \pm 0.33^{Db}$	$404.59 \pm 1.91^{Gc}$	-	$288.32 \pm 1.36^{Fd}$						
		GRU	PO II								
(Duas imer	sões em aditivo	alimentar + dois	ciclos de conge	lamento e desco	ongelamento)						
Tratamentas	Camarão	Após	Após	Após	Após						
Tratamentos	fresco	1ª imersão	1ª Descong.	2ª imersão	2ª Descong.						
Controle (C)	$117,84 \pm 1,11^{Aa}$	$117,84 \pm 1,11^{Aa}$	$128.23 \pm 1.50^{Ab}$	$128,23 \pm 1,50^{Ab}$	$119,18 \pm 2,93^{Aa}$						
Água (T1)	$117,84 \pm 1,11^{Aa}$	$86,53 \pm 1,31^{\text{Bb}}$	$111.54 \pm 2.26^{Bc}$	$95,87 \pm 0,70^{\text{Bd}}$	$91,84 \pm 1,38^{\text{Be}}$						
NaCl (T2)	$117,84 \pm 1,11^{Aa}$	$393,43 \pm 1,15^{\text{Cb}}$	$572.63 \pm 12.58^{\text{Cc}}$	$840,55 \pm 2,51^{\text{Cd}}$	$826,85 \pm 3,72^{\text{Ce}}$						
TPF (T3)	$117,84 \pm 1,11^{Aa}$	$274,39 \pm 6,67$ <sup>Db</sup>	$314.13 \pm 3.87^{Dc}$	$522,56 \pm 1,57^{\text{Dd}}$	$481,89 \pm 1,82^{De}$						
CARNAL 961 (T4)	$117,84 \pm 1,11^{Aa}$	$133,56 \pm 2,40^{\text{Eb}}$	$191.42 \pm 3.13^{Ec}$	$274,24 \pm 3,05^{Ed}$	$227,80 \pm 2,97^{\text{Ee}}$						
NP-30 (T5)	$117,84 \pm 1,11^{Aa}$	$485,44 \pm 24,52^{\text{Fb}}$	$558.07 \pm 1.33^{Cc}$	$626,90 \pm 3,19^{\text{Fe}}$	$617,75 \pm 1,81^{\text{Fd}}$						
BRIFISOL 450 (T6)	$117,84 \pm 1,11^{Aa}$	$228,03 \pm 2,43^{\text{Gb}}$	$279.74 \pm 0.32^{Fc}$	$391,53 \pm 1,46^{Gd}$	$385,65 \pm 9,68^{Ge}$						
BRIFISOL S2 (T7)	$117,84 \pm 1,11^{Aa}$	$264,75 \pm 0,33^{\text{Db}}$	$404.59 \pm 1.91^{Gc}$	$638,22 \pm 0,79^{Hd}$	$534,22 \pm 6,49^{He}$						

<sup>\*</sup>Amostra sem imersão em aditivos. Valores apresentados com média ± desvio padrão (n = 3). Letras minúscula diferentes na mesma linha indicam diferença significativa (p<0.05) entre as etapas de acordo com o teste de Tukey. Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0.05) entre os tratamentos de acordo com o teste de Tukey.

Na Tabela 7 (GRUPO II), observou-se que nas etapas de 2ª imersão e 2º descongelamento, todas as amostras obtiveram valores de sódio significativamente (p<0.05) diferentes. Na amostra T1, encontrou-se os menores valores (95,87mg/100g e 91,84mg/100g, respectivamente), o que pode ter ocorrido pela diluição dos componentes da carne de camarão, incluindo o sódio, em virtude de a amostra ter sida imersa em água. A amostra T2, tratada com solução de NaCl, obteve os maiores teores de sódio (840,55 e 826,85mg/100g, respectivamente).

O NaCl é adicionado à carne para melhorar a sua ligação e aumentar a retenção de água e quando sofre dissociação, os íons Cl<sup>-</sup> podem entrar no músculo, neutralizando, assim, as cargas positivas. Como consequência, as interações iônicas entre os filamentos de actina e miosina são reduzidas. Isso poderia aumentar a migração de água para o músculo e, simultaneamente, o NaCl poderia entrar no músculo, como indicado pelo aumento do teor de sódio e cloreto das amostras de camarão tratado (KINGWASCHARAPONG; BENJAKUL, 2016). Segundo Wangtueai e Vichasilp (2015), o NaCl penetra na carne durante a imersão e,

geralmente, tem efeito sinérgico com o fosfato na melhoria da qualidade do camarão. De acordo com Jiang et al. (2019), utilizado em uma concentração ótima, o NaCl aumenta a CRA e a estabilidade do pescado durante o armazenamento congelado. Após o descongelamento, a perda de líquido da carne de camarão geralmente ocorre devido à desnaturação das proteínas durante o congelamento. Segundo Wachirasiri et al. (2016), o NaCl pode aumentar a CRA da carne e melhorar a textura em produtos cozidos após congelamento-descongelamento.

De acordo com os resultados no presente trabalho, as amostras controle (Fresca) e T1 (tratada com água) apresentaram a menor concentração de sódio. Enquanto que as amostras imersas em soluções com aditivos a 5% (60 min) obtiveram o maior teor de sódio entre os tratamentos. Possivelmente, isso se deve à composição química do aditivo e seu tempo de contato com a amostra. Andrade et al. (2009) encontraram um teor de sódio de 163,20g/100g em amostras de camarão *Penaeus brasiliensis* congelado, valor superior aos encontrados na presente pesquisa.

Damasceno e Gonçalves (2019) determinaram o teor de sódio em amostras de camarão fresco e tratado com aditivos umectantes. Os pesquisadores encontraram o valor de 50mg/100g em camarão imerso em água e 250mg/100g em amostras tratadas com tripolifosfato após o tempo de 60 minutos, valores inferiores aos encontrados na presente pesquisa. Essa diferença pode ser explicada pelo fato de as amostras analisadas neste trabalho terem sito tratadas previamente com metabissulfito de sódio. Segundo Wangtueai e Vichasilp (2015), que analisaram a ação do fosfato e do NaCl nas propriedades físicas de filés de Tilápia do Nilo, a concentração dos fosfatos, a concentração de NaCl e o tempo de imersão são fatores significativos para as propriedades físicas de pescado congelado.

### **5.2.6** Análise de Componentes Principais (ACP)

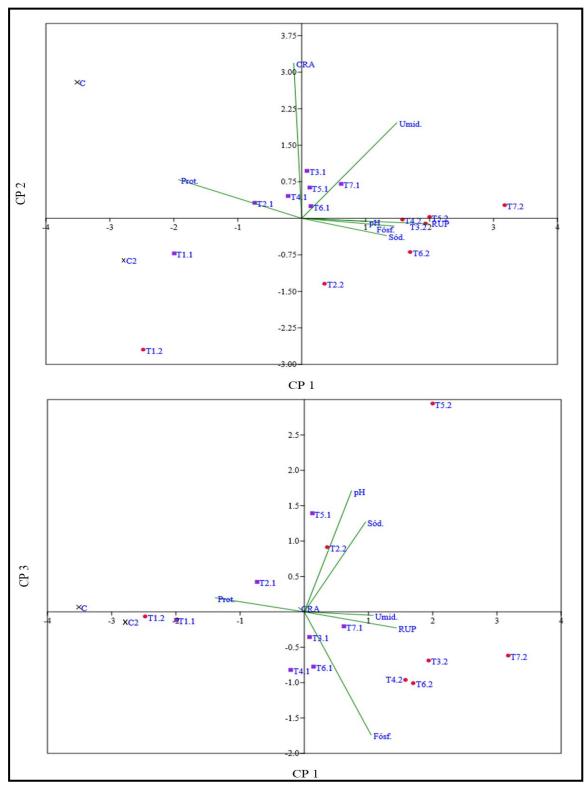
A Análise de Componentes Principais (ACP) foi usada para resumir e analisar os resultados mais expressivos entre as amostras dos seguintes grupos: **Grupo 1** (amostras submetidas a uma etapa de imersão e 2 etapas de congelamento-descongelamento) e **Grupo 2** (amostras submetidas a duas etapas de imersão e 2 etapas de congelamento-descongelamento). Os três primeiros componentes descreveram 86,96% da variação total das amostras no conjunto de dados. O 1º componente principal (CP1), que representou 51,91% da variabilidade, descreveu com mais representatividade as variáveis RUP e umidade, com as

quais apresentou associação positiva, e apresentou associação negativa com a variável proteína. O 2° componente principal (CP2), representando 19,90% da variabilidade, demonstrou com maior representatividade as variáveis CRA e umidade. Em relação ao 3° componente principal (CP3), que explicou 15,15% das informações, a maior representatividade foi observada nas variáveis pH e sódio (correlação positiva) e fosfato (correlação negativa) (APÊNDICE K).

Na Figura 5, observou-se que uma única imersão das amostras em aditivos associou-se aos maiores valores de CRA, umidade e proteína, enquanto que duas imersões estiveram associadas aos maiores valores de RUP, pH, fosfato e sódio. No Componente 1, as amostras tratadas com aditivos fosfatados associaram-se aos maiores valores de RUP (correlação positiva) e aos menores valores de proteína (correlação negativa), indicando que o ganho de água associado ao uso desses aditivos ocasionou uma menor concentração de proteínas nas amostras. Analisando-se o Componente 2 (lado positivo), constatou-se que as amostras T3, T5 e T7, submetidas a apenas uma imersão em aditivos, demonstraram maior expressividade para a variável CRA, confirmando que, de acordo com a presente pesquisa, uma imersão em aditivos umectantes é suficiente para manter e/ou aumentar a CRA das amostras.

No lado positivo do Componente 3 estão agrupadas as amostras tratadas com NaCl e NP-30. O tratamento com esses aditivos mostrou uma maior expressividade em relação às variáveis pH e sódio. No lado negativo do Componente 3 estão agrupadas todas as unidades amostrais referentes aos tratamentos com aditivos fosfatados, mostrando que o tratamento com esses aditivos foi capaz de aumentar a concentração de fosfato das amostras.

As amostras Controle, após ser submetida ao segundo descongelamento, e T1 (imersa em água) não demonstraram expressividade em relação às variáveis analisadas. De modo geral, de acordo com a presente pesquisa, observou-se que duas imersões em aditivos não são necessárias para melhorar as características físico-químicas do camarão. Gudjónsdóttir et al. (2011) analisaram amostras de camarão *Pandalus borealis* tratadas com NaCl e polifosfato e usaram a análise de componentes principais para investigar possíveis semelhanças e diferenças entre algumas variáveis, como pH, umidade, fosfato e proteína. Semelhante ao observado no presente estudo, os pesquisadores verificaram correlação entre as variáveis umidade e pH (correlação positiva) e proteína (correlação negativa). Os autores observaram, ainda, correlação negativa entres as variáveis pH e fosfato.



**Figura 5.** Análise de Componentes Principais (ACP) dos parâmetros físico-químicos avaliados das amostras Controle e das tratadas em água (T1), NaCl (T2), TPF (T3), CARNAL 961 (T4), NP-30 (T5), BRIFISOL 450 (T6), BRIFISOLS2 (T7), após dois ciclos de descongelamento. CP 1, CP 2 e CP 3 descrevem 51,91%, 19,90% e 15,15% da variação total, respectivamente. Os números 1 e 2 ao final dos tratamentos referem-se às amostras que foram tratadas com uma ou duas imersões nas soluções com aditivos, respectivamente.

### 5.2.7 Limites x Legislação

Observou-se que os resultados de RUP, pH, Fosfato e Sódio das amostras tratadas com soluções de aditivos variaram durante as diversas etapas da pesquisa. Os resultados considerados dentro e fora dos limites estabelecidos pela legislação estão sumarizados no Quadro 2.

**QUADRO 2.** Resultados considerados dentro e fora dos padrões de RUP, pH, Fosfato e Sódio nas amostras de camarão após dois ciclos de imersão em aditivos umectantes e dois de congelamento/descongelamento

GRUPO I																
(Uma ime	(Uma imersão em aditivo alimentar + dois ciclos de congelamento e descongelamento)															
		RU	$\mathrm{JP}^{(1)}$			рF	$I^{(2)}$			Fosf	ato <sup>(3)</sup>			Sódi	o <sup>(4)</sup>	
Tratamento			6,0				7,85				1%		<	202m		g
	1I	1D	-	2D	1 I	1D	-	2D	1 I	1D	-	2D	1I	1D	-	2D
Controle (C)	✓	✓		✓	✓	✓		✓	✓	✓		✓	✓	✓		✓
Água (T1)	✓	$\checkmark$		✓	✓	✓		$\checkmark$	✓	$\checkmark$		✓	✓	$\checkmark$		✓
NaCl (T2)	✓	✓		✓	✓	✓		$\checkmark$	✓	✓		✓	×	×		×
TPF (T3)	✓	✓		✓	✓	✓		$\checkmark$	✓	✓		✓	×	×		×
CARNAL 961 (T4)	✓	✓	-	✓	✓	✓	_	$\checkmark$	✓	×	-	✓	✓	✓		✓
NP-30 (T5)	✓	✓		$\checkmark$	✓	×		$\checkmark$	✓	✓		$\checkmark$	×	×		×
BRIFISOL 450 (T6)	✓	✓		$\checkmark$	✓	$\checkmark$		$\checkmark$	×	×		$\checkmark$	×	×		×
BRIFISOL S2 (T7)	✓	✓		✓	✓	✓		✓	×	×		✓	×	×		×
						GRU	U <b>PO</b>	II								
(Duas imer	sões	em a	ditiv	o alim	entar	+ doi	s cicle	os de c	conge	lamer	ito e d	descon	gelan	nento)	)	
		RU	$\mathrm{JP}^{(1)}$			рŀ	$I^{(2)}$			Fosf	ato <sup>(3)</sup>			Sódi	$o^{(4)}$	
Tratamento			6,0				7,85			$\leq 1\%$ $\leq 202 \text{mg}/100 \text{g}$				g		
	1I	1D	2I	2D	1I	1D	2I	2D	1I	1D	2I	2D	1I	1D	2I	2D
Controle (C)	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Água (T1)	✓	✓	✓	$\checkmark$	✓	$\checkmark$	$\checkmark$	✓	✓	$\checkmark$	✓	$\checkmark$	✓	$\checkmark$	$\checkmark$	✓
NaCl (T2)	✓	$\checkmark$	$\checkmark$	✓	✓	✓	$\checkmark$	$\checkmark$	✓	$\checkmark$	$\checkmark$	✓	×	×	×	×
TPF (T3)	✓	$\checkmark$	$\checkmark$	✓	✓	✓	$\checkmark$	$\checkmark$	✓	$\checkmark$	×	×	×	×	×	×
CARNAL 961 (T4)	✓	✓	$\checkmark$	✓	✓	✓	$\checkmark$	$\checkmark$	✓	×	×	×	<b>✓</b>	✓	×	×
NP-30 (T5)	✓	$\checkmark$	$\checkmark$	✓	✓	×	×	×	✓	✓	✓	✓	×	×	×	×
BRIFISOL 450 (T6)	✓	$\checkmark$	$\checkmark$	$\checkmark$	✓	✓	$\checkmark$	✓	×	×	×	×	×	×	×	×
BRIFISOL S2 (T7)	✓	1	*	✓	_/	✓	✓	✓	x	×	×	×	x	×	x	×

<sup>(✓)</sup> Dentro dos padrões; (☒) Fora dos padrões; RUP = Relação Umidade/Proteína; 1I = Após 1ª imersão; 2I = Após 2ª imersão; 1D = Após 1ª descongelamento; 2D = Após 2ª descongelamento. (1) - BRASIL (2017b); (2) - BRASIL, (2017a); (3) - Codex Alimentarius (2018); (3) - TACO (2011).

No que se refere à RUP, a Instrução Normativa n° 21, de 31 de maio de 2017 (BRASIL, 2017b) limita em: máximo de 6,00 (seis inteiros), exceto para as espécies *Oreochromis* sp. e as espécies das famílias Salmonidae, Clupeidae e Scombridae, que deve ser no máximo 5,00 (cinco inteiros); e as espécies das famílias Paralichthyidae, Ophidiidae, Serranidae e Pleuronectidae, que deve ser no máximo de 6,50 (seis inteiros e cinquenta décimos).

Considerando o valor normatizado para a maioria do pescado (máximo 6,00), nenhuma amostra analisada ficou acima do estabelecido, visto que os resultados encontrados variaram de 3,19 a 5,08. Sendo assim, pôde-se verificar que mesmo após dois ciclos de imersão em aditivos umectantes, a RUP aumentou, mas não ultrapassou o limite estabelecido por lei.

Para os resultados de pH, apenas a amostra tratada com *blend* de sais (T5) ficou acima do limite estabelecido por lei no Brasil (7,85) (BRASIL, 2017a). Apesar de o aditivo fosfato ser um composto alcalino, na concentração de 5% e com tempo de imersão de 60 minutos não foi capaz de aumentar o pH a ponto de ultrapassar o limite determinado por lei.

No Brasil, não há limite para o uso de aditivos estabelecido em lei. No entanto, durante o glaciamento, pode-se utilizar água, adicionada ou não de aditivos, a fim de formar uma camada protetora de gelo na superfície do peixe congelado e evitar a oxidação e a desidratação (BRASIL, 2017).

De acordo com o *Codex Alimentarius* (2018), o nível máximo de fosfato tolerável em camarão congelado é de 1% no produto final (considerando-se o fosfato natural e o adicionado), expresso como P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Na presente pesquisa, os teores de fosfato nas amostras C, T1, T2, T3 e T5 (Quadro 2 primeira etapa), após uma etapa de imersão e após o primeiro ciclo congelamento/descongelamento, ficaram dentro do limite estabelecido. Após uma etapa de imersão e dois ciclos de congelamento/descongelamento, todas as amostras ficaram dentro do limite estabelecido por lei. Em relação às demais amostras que foram imersas em aditivos fosfatados, a amostra T4 ficou dentro do limite após a 1ª imersão e após o 2° descongelamento, enquanto que as amostras T6 e T7 ficaram dentro do limite estabelecido apenas após o 2° ciclo de congelamento/descongelamento. Após a 2ª imersão das amostras em aditivos que continham fosfato e após os dois ciclos de congelamento/descongelamento (ver Quadro 2 – GRUPO II), observou-se que todas as amostras tratadas com aditivos fosfatados ficaram acima do valor estabelecido pelo Codex Alimentarius (2018). No entanto, segundo a Agência Canadense de Inspeção de Alimentos (CFIA, 2014), o músculo do camarão contém fosfatos naturais na quantidade média de 1,6%. Essa legislação limita em 2,1% a quantidade máxima de fosfato em carne de camarão, considerando-se o fosfato natural e o adicionado. Na presente pesquisa, o teor de fosfato encontrado em todas as amostras ficou abaixo do estabelecido pela legislação canadense.

Em relação aos resultados do teor de sódio, o limite proposto aceitável na pesquisa foi baseado na Tabela Brasileira de Composição de Alimentos (TACO, 2011). Como todos os aditivos utilizados no estudo continham sódio, houve aumento em todos os resultados quando comparados ao Controle e à amostra T1 (imersa em água). Porém, a amostra T4, com apenas uma imersão no aditivo CARNAL 961, que continha a menor proporção de sódio em sua composição, foi a única amostra que após a 1ª imersão e após os dois ciclos de congelamento/descongelamento ficou dentro do limite estabelecido (Quadro 2 – GRUPO I). Após a segunda etapa de imersão e o segundo ciclo de congelamento/descongelamento, o teor de sódio de todas as amostras tratadas com aditivos ficou acima dos valores informados pela TACO (ver Quadro 2 – GRUPO II).

## 6. CONCLUSÃO

Todos os aditivos utilizados nesta pesquisa promoveram menor perda de água por gotejamento (*drip loss*) e mantiveram a capacidade de retenção de água após duas imersões e após o primeiro descongelamento. No entanto, após o segundo descongelamento, as perdas de exsudato foram maiores. Assim, o tratamento com fosfato melhorou a qualidade do camarão submetido a um ciclo de congelamento/descongelamento e, além disso, aditivos não fosfatados podem ser uma alternativa para melhorar a qualidade do camarão branco congelado.

Após imersão das amostras nos aditivos, os teores de umidade aumentaram e os valores de proteína diminuíram. Assim, a RUP agiu harmonicamente com os resultados de umidade e proteína. Para os valores de pH, teor de fosfato e de sódio, verificou-se que os valores aumentaram quando as amostras foram tratadas com aditivos umectantes após os 2 ciclos de congelamento/descongelamento.

A eficácia dos aditivos umectantes na retenção de água dependeu do número de ciclos de congelamento/descongelamento. Assim, verificou-se que os aditivos foram capazes de manter ou aumentar a CRA das amostras de camarão tratados. Os aditivos que proporcionaram os maiores valores de retenção de água nas amostras de camarão após os dois ciclos de imersão e dois ciclos de congelamento/descongelamento foram TPF, CARNAL 961, NP-30 e BRIFISOL S2.

Por meio da Análise de Componentes Principais, observou-se que duas imersões e os diferentes aditivos utilizados foram determinantes para o comportamento das variáveis umidade, proteína, RUP, CRA, pH, fosfato e sódio, evidenciando-se que a composição dos aditivos utilizados e o número de imersões influenciaram o conjunto de dados analisados.

Após os dois ciclos de congelamento/descongelamento, a RUP das amostras tratadas com aditivos umectantes aumentou em relação à amostra fresca. Mesmo utilizando os aditivos umectantes na concentração e tempo sugeridos na pesquisa, observou-se um aumento na relação umidade/proteína, porém essa relação não foi capaz de ser utilizada como parâmetro indicativo de fraude em camarão congelado tratado com aditivos umectantes, em virtude de os resultados estarem dentro dos limites estabelecidos pela legislação, demostrando que esse parâmetro deve ser reavaliado.

# REFERÊNCIAS

ABCC – Associação Brasileira dos Criadores de Camarão. **Os riscos que ameaçam a carcinicultura brasileira e as ações em curso para superá-los.** 2017. Disponível em <a href="http://abccam.com.br/wp-content/uploads/2017/12/Revista-da-ABCC-Edi%C3%A7ao-Fenacam-2017-Ano-XIX-N.-2-Novembro-2017.pdf">http://abccam.com.br/wp-content/uploads/2017/12/Revista-da-ABCC-Edi%C3%A7ao-Fenacam-2017-Ano-XIX-N.-2-Novembro-2017.pdf</a> Acesso em 19/12/2018.

ANDRADE, G. Q.; BISPO, E.S.; DRUZIAN, J. I. Avaliação da qualidade nutricional em espécies de pescado mais produzidas no Estado da Bahia. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.29, n.4, p.721-726, 2009.

AOAC. Association of Official Analytical Chemists. **Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL**. 19<sup>th</sup> Edition, AOAC International, Gaithersburg, MD, USA, www.eoma.aoac.org, 2011.

ARAUJO, D. F. S.; SILVESTRE, D. D. S.; DAMASCENO, K. S. F. S. C.; PEDROSA, L. F. C.; SEABRA, L. M. J. Composição centesimal e teor de colesterol do camarão branco do Pacífico. **Ciência Rural,** Santa Maria, v.42, n.6, p.1130-1133, 2012.

BOONSUMREJ, S.; CHAIWANICHSIRI, S.; TANTRATIAN, S.; SUZUKI, T.; TAKAI, R. Effects of freezing and thawing on the quality changes of tiger shrimp (*Penaeus monodon*) frozen by air-blast and cryogenic freezing. **Journal of Food Engineering**, v.80, p.292-299, 2007.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Guia de procedimentos para pedidos de inclusão e extensão de uso de aditivos alimentares e coadjuvantes de tecnologia de fabricação na legislação brasileira. Brasília-DF, 2ª Edição, abril de 2015.

BRASIL. Ministério da Saúde. Conselho Nacional de Saúde. Câmara Técnica de Alimentos. **RESOLUÇÃO NORMATIVA Nº 13, DE DEZEMBRO DE 1978**. Permitir o uso de dióxido de cloro (Cl O2) como coadjuvante tecnológico. Disponível em <a href="http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/cns/1978/res0013\_00\_12\_1978.html">http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/cns/1978/res0013\_00\_12\_1978.html</a> Acesso em 19/12/2018.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). RESOLUÇÃO CNS/MS N.º 04, DE 24 DE NOVEMBRO DE 1988. Brasília-DF, **Diário Oficial da União**, Seção 1, 1988.

BRASIL. Secretaria de Vigilância Sanitária do Ministério da Saúde. Portaria nº 540, de 27 de outubro de 1997, Aprova o Regulamento Técnico: Aditivos Alimentares - definições, classificação e emprego. **Diário Oficial da União**, Brasília, 28 de outubro de 1997.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Decreto n° 9.013, de 29 de março de 2017, aprova o novo Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal – RIISPOA. Brasília, DF: **Diário Oficial da União**, Seção 1, No. 62, p.3-27, 30 de março de 2017(a).

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). INSTRUÇÃO NORMATIVA N° 21, DE 31 DE MAIO DE 2017. Aprova o Regulamento Técnico que fixa a identidade e as características de qualidade que deve apresentar o peixe congelado. **Diário Oficial da União.** Seção 1. N° 108, p.5-6, 7 de junho de 2017(b).

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Manual de métodos oficiais** para análise de alimentos de origem animal. Brasília, 140p., 2017(c).

BRECK, J.E. Body composition in fishes: body size matters. **Aquaculture**, v.433, p.40-49, 2014.

BURNS, T. D.; WALKER, M.; ELAHI, S.; COLWELL, P. Nitrogen factors as a proxy for the quantitative estimation of high value flesh foods in compound products, a review and recommendations for future work. **Analytical Methods**, v.3, p.1929-1935, 2011.

CADUN, A.; KISLA, D.; ÇAKLI, S. Marination of deep-water pink shrimp with rosemary extract and the determination of its shelf-life. **Food Chemistry**, v.109, p.81–87, 2008.

CARNEIRO, C. D. S.; MÁRSICO, E. T.; RIBEIRO, R. D. O. R.; CONTE JÚNIOR, C. A.; ÁLVARES, T. S.; DE JESUS, E. F. O. Quality attributes in shrimp treated with polyphosphate after thawing and cooking: A study using physicochemical analytical methods and low-field 1H NMR. **Journal of Food Process Engineering**, v.36, n.4, p.492–499, 2013a.

CARNEIRO, C. D. S.; MÁRSICO, E. T.; RIBEIRO, R. D. O. R.; CONTE JÚNIOR, C. A.; ÁLVARES, T. S.; DE JESUS, E. F. Studies of the effect of sodium tripolyphosphate on frozen shrimp by physicochemical analytical methods and Low Field Nuclear Magnetic Resonance (LF 1H NMR). **LWT - Food Science and Technology**, v.50, n.2, p.401–407, 2013b.

CARVALHO, R. A. A.; MARTINS, P. C. C. Caracterização da atividade de carcinicultura no vale do Rio Açu, Rio Grande do Norte, Brasil. **Holos,** v.2, p.96-107, 2017.

CFIA. Canadian Food Inspection Agency. **Additional Information - List of Permitted Additives in Fish and Fish Products (28.10.2014).** Disponível em: <a href="http://www.inspection.gc.ca/food/fish-and-seafood/product-inspection/additives/additional-information/eng/1414520861545/1414520931807">http://www.inspection.gc.ca/food/fish-and-seafood/product-inspection/additives/additional-information/eng/1414520861545/1414520931807</a>> Accesso em 19.12.18.

CHANTARASUWAN, C.; BENJAKUL, S.; VISESSANGUAN, W. The effects of sodium bicarbonate on conformational changes of natural actomyosin from Pacific white shrimp (*Litopenaeus vannamei*). **Food Chemistry**, v.129, p.1636–1643, 2011.

CHOULJENKO, A.; CHOTIKO, A.; BONILLA, F.; MONCADA, M.; REYES, V.; SATHIVEL, S. Effects of vacuum tumbling with chitosan nanoparticles on the quality characteristics of cryogenically frozen shrimp. **LWT - Food Science and Technology**, v.75, p.114-123, 2017.

CIRILO, A. T. O.; SANTOS, M. C.; NUNES, M. L. Caracterização física e nutricional do camarão "saburica" (*Macrobrachium jelskii*, Miers, 1877) e de produtos derivados. **Scientia Plena**, v.7, n.7, p.1-6, 2011.

CODEX ALIMENTARIUS. General Standard for Food Additives. Food Category –  $N^{\circ}$  09.0 – Fish and Fish Products. CODEX STAN 192-1995, Adopted in 1995, Revision 2018. Roma: FAO/OMS, 2018. 475 p.

DABÉS, A. C. Propriedades da carne fresca. **Revista Nacional da Carne**, v.25, n.288, p.32-40, 2001.

DAMASCENO, M. S. P.; GONÇALVES, A. A. The effect of the food grade additive phosphate pre-treatment prior to the industrial cooking process in the quality of cooked peeled shrimp (*Litopenaeus vannamei*). **Journal of Science of Food and Agriculture**, 2019, DOI: 10.1002/jsfa.9543

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Química de Alimentos de Fennema**. 4ª Edição. Artmed, 2010. 900p.

ESTEVES, E.; DILER, A.; GENÇ, I. Y. General Introduction to Seafood Quality and Safety Maintenance and Applications. In: Genç, I. Y.; Esteves, E.; Diler, A. (eds). **Handbook of seafood: quality and safety maintenance and applications.** Hauppauge, New York: Nova Science Publishers, p. 1-11, 2016.

EVERSTINE, K.; SPINK, J.; KENNEDY, S. Economically Motivated Adulteration (EMA) of Food: Common Characteristics of EMA Incidents. **Journal of Food Protection**, v.76, n.4, p.723-735, 2013.

FAO. Food and Agriculture Organization of the United Nations. **The State of World Fisheries and Aquaculture 2018 - Meeting the sustainable development goals**. Rome. 227p., 2018.

FURLAN, E. F. Valoração da qualidade do camarão sete-barbas (*Xiphopenaeus kroyeri*) desembarcado no litoral de São Paulo, Brasil. **Boletim do Instituto de Pesca**, São Paulo, v. 37, v.3, p. 317-326, 2011.

GAVA, A. J.; SILVA, C. A. B.; FRIAS, J.R.G. **Tecnologia de Alimentos: Princípios e Aplicações.** São Paulo: Nobel, 2008. 511p.

GUDJÓNSDÓTTIR, M.; JÓNSSON, Á.; BERGSSON, A. B.; ARASON, S.; RUSTAD, T. Shrimp processing assessed by low field nuclear magnetic resonance, near infrared spectroscopy, and physicochemical measurements – The effect of polyphosphate content and length of pre-brining on shrimp muscle. **Journal of Food Science,** v.76, n.4, p.E357–E367, 2011.

GONÇALVES, A. A. **Estudo do processo de congelamento de camarão associado ao uso do aditivo fosfato**. 2005. 170 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Produção) — Programa de

- Pós-Graduação em Engenharia de Produção, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.
- GONÇALVES, A. A. Resfriamento e congelamento. In: Gonçalves, A. A (ed.). **Tecnologia do pescado: ciência, tecnologia, inovação e legislação**. São Paulo, SP: Atheneu, 2011. 608p.
- GONÇALVES, A. A. Relação água/proteína no pescado: uma nova ferramenta no combate à fraude econômica. **Aquaculture Brasil**, 4 (jan/fev)8, p.2-83, 2017.
- GONÇALVES, A. A.; RIBEIRO, J.L.D. Do phosphates improve the seafood quality? Reality and legislation. **Pan-American Journal of Aquatic Sciences**, v.3, n.3, p.237-247, 2008.
- 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**, n.3, n.3, p.248-258, 2008.
- GONÇALVES, A. A., RIBEIRO, J. L. D. Effects of phosphate treatment on quality of red shrimp (*Pleoticus muelleri*) processed with cryo-mechanical freezing. **LWT Food Science and Technology**, v.42, n.8, p.1435–1438, 2009.
- GONÇALVES, A. A.; SOUZA, M. A.; REGIS, R. C. P. Effects of different levels of food additives on weight gain, cook-related yield loss, physicochemical and sensorial quality of Nile tilapia fillets (*Oreochromis niloticus*). **International Food Research Journal**, v.25, n.5, p.2068-2080, 2018.
- GUALDA, I. P.; SANTOS, V. J.; FIGUEIREDO, I. L.; PETENUCI, M. E.; VISENTAINER, J. V. Centesimal composition, fatty acids profile and the nutritional quality index of four seafood species from the southern region of Brazil. **Acta Scientiarum**, **Technology**, v.40, p.1-8, 2018.
- HAMM, R. Biochemistry of meat hydration. **Advanced Food Research**, v.10, p.335–362, 1960.
- HAMMER, O. PAST: Paleontological Statistics, version 3.14. 2018. Disponível em: <a href="https://folk.uio.no/ohammer/past/">https://folk.uio.no/ohammer/past/</a>>
- HUFF-LONERGAN, E.; LONERGAN, S.M. Mechanisms of water-holding capacity of meat: The role of postmortem biochemical and structural changes. **Meat Science**, v.71, n.1, p.194-204, 2005.
- HUI, Y. H.; PEREZ, E. C.; CUNHA, L. M.; LEGARETTA, G.; LIANG, H.; LO, Y. M.; MARSHALL, D. L.; NIP, W. K.; SHAHIDI, F.; SHERKAT, K.; WINGER, R. J.; YAM, K. L. **Handbook of Food Science, Technology and Engineering**, v.4, CRC Press, 2005. 846p.
- HUSS, H. H. **Garantia de qualidade dos produtos da pesca**. Roma: FAO, Documento Técnico sobre Pesca, n. 334, 1997. 176p.

- HUSS, H. H. **Quality and quality changes in fresh fish**. Roma: FAO Fisheries Technical Paper, n. 348, 1995. 195p.
- JENSEN, K. N.; JØRGENSEN, B. M.; NIELSEN, H. H.; NIELSEN, J. Water distribution and mobility in herring muscle in relation to lipid content, season, fishing ground and biological parameters. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v.85, p.1259–1267, 2005.
- JIANG, Q.; JIA, R.; NAKAZAWA, N.; HU, Y.; OSAKO, K.; OKAZAKI, E. Changes in protein properties and tissue histology of tuna meat as affected by salting and subsequent freezing. **Food Chemistry**, v.271, p.550-560, 2019.
- KARLSDOTTIR, M. G. Application of additives in chilled and frozen whitefish fillets: Effects on chemical and physicochemical properties. Master' thesis in School of Health Sciences, Ed. University of Iceland, Reykjavik, Iceland, 2009. 118p.
- KAUFMANN, A.; MADEN, K.; LEISSER, W.; MATERA, M.; GUDE, T. Analysis of polyphosphates in fish and shrimps' tissues by two different ion chromatography methods: implications on false-negative and-positive findings. **Food Additives & Contaminants,** v. 22, n. 11, p. 1073-1082, 2005.
- KINGWASCHARAPONG, P.; BENJAKUL, S. Effect of strong alkaline solutions on yield and characteristics of Pacific white shrimp (*Litopenaeus vannamei*). **International Food Research Journal,** v.23, n.3, p.1136-1144, 2016.
- KIRSCHNIK, P. G.; MACEDO-VIEGAS, E. M. Efeito da lavagem e da adição de aditivos sobre a estabilidade de carne mecanicamente separada de tilápia do Nilo (*Oreochromis niloticus*) durante estocagem a –18°C. **Ciência e Tecnologia de Alimento**, v.29, n.1, p.200-206, 2009.
- KIRSCHNIK, P. G.; TRINDADE, M. A.; GOMIDE, C. A.; MORO, M. E. G.; VIEGAS, E. M. M. Estabilidade em armazenamento da carne de tilápia-do-Nilo mecanicamente separada, lavada, adicionada de conservantes e congelada. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v.48, n.8, p.935-942, ago. 2013.
- KIRSCHNIK, P. G.; VIEGAS, E. M. M. V.; VALENTI, W. C.; OLIVEIRA, C. A. F. Shelf-Life of Tail Meat of the Giant River Prawn, *Macrobrachium rosenbergii*, Stored on Ice. **Journal of Aquatic Food Product Technology**, v.15, n.2, p.57-71, 2006.
- KOBLITZ, M. G. B. **Matérias-primas alimentícias composição e controle de qualidade.** Rio de Janeiro, Guanabara Koogan, 2011. 314p.
- KYROVA, V.; SURMANOVA, P.; OSTRY, V.; REHURKOVA, I.; RUPRICH, J.; JECHOVA, M. Sea fish fraud? A confirmation of Gadoid species food labelling. **British Food Journal**, v.119, n.1, p.122–130, 2017.

- LEMOS, L. L. A.; GONÇALVES, A. A. Can pH and water-to-protein ratio be good instruments to evaluate the abusive water added in seafood by phosphate addition? **Journal of Aquatic Food Product Technology**, 2019, DOI:10.1080/10498850.2019.1580809
- MENEGASSI, M. Composição química e valor calórico das principais espécies de pescado do Brasil (Anexo II). In: Gonçalves, A.A (Ed.). **Tecnologia do pescado: ciência, tecnologia, inovação e legislação.** São Paulo, SP: Atheneu, 2011. 608p.
- MANHEEM, K.; BENJAKUL, S.; KIJROONGROJANA, K.; VISESSANGUAN, W. The effect of heating conditions on polyphenol oxidase, proteases and melanosis in pre-cooked Pacific white shrimp during refrigerated storage. **Food Chemistry**, v.131, p.1370–1375, 2012.
- MANTHEY-KARL, M.; LEHMANN, I.; OSTERMEYER, U.; REHBEIN, H.; SCHRÖDER, U. Meat Composition and Quality Assessment of King Scallops (*Pecten maximus*) and Frozen Atlantic Sea Scallops (*Placopecten magellanicus*) on a Retail Level. **Foods**, v.4, p.524-546, 2015.
- MANTHEY-KARL, M.; SCHRÖDER, U.; WAGLER, M. Wassergehalte tiefgefrorener Kammuscheln. **Inf. Fischereiforsch,** v.59, p.61-69, 2012.
- MAQSOOD, S; BENJAKUL, S; SHAHIDI, F. Emerging role of phenolic compounds as natural food additives in fish and fish products. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v.53, n.2, p.162-79, 2013.
- MOAWAD, R. K.; ASHOUR, M. M. S.; MOHAMED, G. F.; EL-HAMZY, E. M. A. Effect of Food Grade Trisodium Phosphate or Water Dip Treatments on Some Quality Attributes of Decapitated White Marine Shrimp (*Penaeus* spp.) During Frozen Storage. **Journal of Applied Sciences Research**, v.9, n.6, p.3723-3734, 2013.
- MOORE, J. C.; SPINK, J.; LIPP, M. Development and Application of a Database of Food Ingredient Fraud and Economically Motivated Adulteration from 1980 to 2010. **Journal of Food Science**, v.77, n.4, p.118-126, 2012.
- NATORI, M. M.; SUSSEL, F. R.; SANTOS, E. C. B.; PREVIERO, T. C.; VIEGAS, E. M. M.; GAMEIRO, A. H. Desenvolvimento da carcinicultura marinha no Brasil e no mundo: avanços tecnológicos e desafios. **Informações Econômicas**, v.41, n.2, p.61-73, 2011.
- OETTERER, M; GALVÃO, J. A; FURLAN, E. F. Qualidade do camarão: benefícios e industrialização. In: Galvão, J.A.; Oetterer, M. (Ed.), **Qualidade e Processamento do Pescado.** Elsevier Editora: Rio de Janeiro, 2014. 237p.
- OETTERER, M.; SAVAY-DA-SILVA, L. K.; GALVÃO, J. A. Congelamento é o melhor método para a conservação do pescado. **Visão agrícola**, n.11, p.137-139, 2012.
- OGAWA, N. B. P.; MAIA, E. L. **Manual de Pesca: ciência e tecnologia do pescado.** São Paulo: Livraria Varela, 1999. 430p.

- OMAR, S. D.; YANG, J.-E.; OH, S.-C.; KIM, D.-W.; LEE, Y.-B. Physiochemical changes and optimization of phosphate-treated shrimp (*Litopenaeus vannamei*) using response surface methodology. **Preventive Nutrition and Food Science**, v.21, n.1, 44-51, 2016.
- ORDÓÑEZ-PEREDA, J. A. **Tecnologia de Alimentos: Alimentos de Origem Animal.** v.2. Porto Alegre: Artmed, 2007. 280p.
- PARDI, M. C.; SANTOS, I. F.; SOUZA, E. R.; PARDI, H. S. Ciência, higiene e tecnologia da carne. 2ª ed. Goiânia, UFG, 2006, 623p.
- PARDO, M. Á.; JIMÉNEZ, E.; PÉREZ-VILLARREAL, B. Misdescription incidents in seafood sector. **Food Control**, v.62, p.277-283, 2016.
- PAUL, S.; REZA, M. S.; MANDAL, A. S. M. S.; AHMED, I. M.; KHAN, M. N. A.; ISLAM, M. N.; KAMAL, M. Effect of Sodium Tri Polyphosphate (STPP) and Foreign Materials on the Quality of Giant Freshwater Prawn (*Macrobrachium rosenbergii*) under Ice Storage Condition. **Food and Nutrition Sciences**, v.3, p.34-39, 2012.
- PIRES, D. R.; DE MORAIS, A. C. N.; COELHO, C. C. S.; MARINHO, A. F.; GÓES, L. C. D. S. A.; AUGUSTA, I. M., FERREIRA, F. S.; SALDANHA, T. Nutritional composition, fatty acids and cholesterol levels in Atlantic white shrimp (*Litopenaeus schimitti*). **International Food Research Journal**, v.25, n.1, p.151-157, 2018.
- RASMUSSEN, R. S.; MORRISSEY, M. T. DNA-Based Methods for the Identification of Commercial Fish and Seafood Species. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety,** v.7, p.280-295, 2008.
- RATTANASATHEIRN, N.; BENJAKUL, S.; VISESSANGUAN, W.; KIJROONGROJANA, K. Properties, Translucence, and Microstructure of Pacific White Shrimp Treated with Mixed Phosphates as Affected by Freshness and Deveining. **Journal of Food Science,** v.73, n.1, p. S31-S40, 2008.
- REBOUÇAS, L. O. S.; GONÇALVES, A. A. The effectiveness of official methods to measure the real glazing percentage in frozen seafood: An analysis with frozen Pacific white shrimp (*L. vannamei*). **Journal of Aquatic Food Product Technology**, v.26, n.8, p. 949-957, 2017.
- RIBEIRO, A. L. M. S.; OLIVEIRA, G. M.; FERREIRA, V. M.; PEREIRA, M. M. D.; SILVA, P.P.O. Avaliação microbiológica da qualidade do pescado processado, importado no estado do Rio de Janeiro. **Revista Brasileira de Ciência Veterinária**, v.16, n.3, p.109-112, 2009.
- SALASIAH, M. N.; JIRARAT, T. Effect of food additives on the quality of white shrimp (*Litopenaeus vannamei*). **Food Research**, v.2, n.6, p.546-554, 2018.

- SAMPAIO, G. R.; LOBÃO, V. L.; ROCCO, S. C. Uso de fosfatos como aditivos alimentares na redução de exsudato e nos atributos sensoriais da carne do camarão de água doce *Macrobrachium rosenbergii*. **Boletim do Instituto de Pesca**, v.27, n.1, p.97 107, 2001.
- SANTOS, C. H. A.; LOURENÇO, J. A.; BAPTISTA, R. B.; IGARASHI, M. A. Crescimento e sobrevivência do camarão-branco do Pacífico *Litopenaeus vannamei* (Boone, 1931) em diferentes salinidades. **Ciência Animal Brasileira**, v.10, n.3, p.783-789, jul./set. 2009.
- SEABRA, L. M. J.; PEDROSA, L.F.C. Astaxanthin: structural and functional aspects. **Revista de Nutrição,** v.23, n.6, p.1041-1050, 2010.
- SEAFISH. Review of polyphosphates as additives and testing methods for them in scallops and prawns. Campden BRI Report: BC-REP-125846-01, 2012. 46 p.
- SILVA, A. F.; GODOY, L. C.; FRANCO, M. L. S.; ASSIS, M. F.; SOUZA, N. E.; VISENTAINER, J. V. Avaliação sensorial e composição proximal de camarões de Água doce *Macrobrachium rosenbergii* defumados. **Ciência Animal Brasileira**, v.11, n.4, p.770-774, 2010.
- SPINK, J.; MOYER, D. C. Defining the Public Health Threat of Food Fraud. **Journal of Food Science**, v.76, n.9, p.R157-R163, 2011.
- SRIKET, P.; BENJAKUL, S.; VISESSANGUAN, W.; KIJROONGROJANA, K. Comparative studies on the effect of the freeze—thawing process on the physicochemical properties and microstructures of black tiger shrimp (*Penaeus monodon*) and white shrimp (*Penaeus vannamei*) muscle. **Food Chemistry**, v.104, p.113–121, 2007.
- SOLVAL, K. M..; RODEZNO, L. A. E.; MONCADA, M..; BANKSTON, J. D.; SATHIVEL, S. Evaluation of chitosan nanoparticles as a glazing material for cryogenically frozen shrimp. **LWT Food Science and Technology**, v.57, p.172-180, 2014.
- SUNDARARAJAN, S.; PRUDENTE, A.; BANKSTON, D.; KING, J. M.; WILSON, P.; SATHIVEL, S. Evaluation of Green Tea Extract as a Glazing Material for Shrimp Frozen by Cryogenic Freezing. **Journal of Food Science**, v.76, n.7, p.E511-E518, 2011.
- TACO. **Tabela Brasileira de Composição de Alimentos** / NEPA UNICAMP.- 4. ed. rev. e ampl.. -- Campinas: NEPAUNICAMP, 2011. 161 p.
- TAVARES, M.; GONÇALVES, A. A. Aspectos físico-químicos do pescado. In: Gonçalves, A.A. (ed.). **Tecnologia do pescado: ciência, tecnologia, inovação e legislação.** São Paulo, SP: Atheneu, 2011. 608p.
- TURAN, H.; KAYA, Y.; ERKOYUNCU, I. Effects of Glazing, Packaging and Phosphate Treatments on Drip Loss in Rainbow Trout (*Oncorhynchus mykiss* W., 1792) During Frozen Storage. **Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences,** v.3, p.105-109, 2003.

VAN-RUTH, S. M.; BROUWER, E.; KOOT, A.; WIJTTEN, M. Seafood and Water Management. **Foods**, v.3, n.4, p.622-631, 2014.

WACHIRASIRI, K.; WANLAPA, S.; UTTAPAP, D.; RUNGSARDTHONG, V. Use of amino acids as a phosphate alternative and their effects on quality of frozen white shrimps (*Penaeus vanamei*). **LWT - Food Science and Technology**, v.69, p.303-311, 2016.

WANGTUEAI, S.; VICHASILP, C. Optimization of phosphate and salt application to physical and sensory properties of frozen Nile tilapia fillet. **International Food Research Journal**, v.22, n.5, p.2002-2009, 2015.

XARGAYÓ, M.; LAGARES, J.; FERNÁNDEZ, E.; BORRELL, D.; JUNCÀ, G. Marinado por efecto "spray": Una solución definitive para mejorar la textura de la carne. Departamento Tecnológico de Metalquimia. p.193-204, 2010.

YEANNES, M. I.; ALMANDOS, M. E. Estimation of fish proximatecomposition starting from water content. **Journal of Food Composition and Analysis**, v.16, p.81-92, 2003.

ZEOLA, N. M. B. L.; SOUZA, P. A.; SOUZA, H. B. A.; SOBRINHO, A. G. S. Parâmetros qualitativos da carne ovina: um enfoque à maturação e marinação. **Revista Portuguesa de Ciências Veterinárias**, v.102, n.563-564, p.215-224, 2007.

# **APÊNDICES**

**APÊNDICE A.** Análise de Umidade: método – 950.46 (AOAC, 2011).

39.1.02

# AOAC Official Method 950.46 Loss on Drying (Moisture) in Meat First Action 1950

# A. Drying in vacuo at 95°-100°C (Final Action)\*

Proceed as in 934.01 (see 4.1.03). (Not suitable for high fat products such as pork sausage.)

 Codex Stan 166-1989, Rev. 1-1995, Codex Standard for Quick Frozen Fish Sticks (Fish Fingers), Fish Portions, and Fish Fillets-Breaded or in Batter. Codex Stan 190-1995, Codex General Standard for Quick Frozen Fish Fillets.

# B. Air Drying (Final Action 1991)

- (a) With lids removed, spread test portion out over base of dish and dry test portion containing ca 2 g dry material 16-18 h at 100°-102°C in air oven (mechanical convection preferred). Use covered Al dish ≥50 mm diameter and ≤40 mm deep. Cool in desiccator and weigh. Report loss in weight as moisture, g.
- (b) With lids removed, spread test portion out over base of dish and dry test portion containing ca 2 g dry material to constant weight (2-4 h depending on product) in mechanical convection oven or in gravity oven with single shelf at ca 125°C (particularly with high-fat samples). Use covered Al dish ≥50 mm diameter and ≤40 mm deep. Avoid excessive drying. Cover, cool in desiccator, and weigh. Report loss in weight as moisture, g. (Dried residue is not satisfactory for subsequent fat determination.)

References: JAOAC 33, 749(1950); 36, 279(1953).

# **APÊNDICE B.** Análise de Proteína: método – 940.25 (AOAC, 2011).

35.1.15

### AOAC Official Method 940.25 Nitrogen (Total) in Seafood First Action 1940 Final Action

See 955.04 (see 2.4.03).

2.4.03

AOAC Official Method 955.04 Nitrogen (Total) in Fertilizers

Kjeldahl Method First Action 1955 **Final Action** Codex-Adopted-AOAC Method

(Provide adequate ventilation in laboratory and do not permit accumulation of exposed Hg.)

- (a) Sulfuric acid.—93-98% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, N-free.
- (b) Mercuric oxide or metallic mercury.-HgO or Hg, reagent grade, N-free.
- (c) Potassium sulfate (or anhydrous sodium sulfate).-Reagent grade, N-free
  - (d) Salicylic acid.—Reagent grade, N-free.
- (e) Sulfide or thiosulfate solution.—Dissolve 40 g commercial K<sub>2</sub>S in 1 L H<sub>2</sub>O. (Solution of 40 g Na<sub>2</sub>S or 80 g Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O in 1 L
- (f) Sodium hydroxide.-Pellets or solution, nitrate-free. For solution, dissolve ca 450 g solid NaOH in H2O, cool, and dilute to 1 L. (Specific gravity of solution should be  $\geq$ 1.36.)
  - (g) Zinc granules.-Reagent grade.
  - (h) Zinc dust.—Impalpable powder.
- (i) Methyl red indicator.—Dissolve 1 g methyl red in 200 mL alcohol
- (j) Hydrochloric standard solution.—0.5 or 0.1M when amount of N is small, or (sulfuric acid.-0.25 or 0.05M when amount of N is small). Prepare as in 936.15 (see A.1.06) or 890.01A (see A.1.14).
- (k) Sodium hydroxide standard solution.-0.1M (or other specified concentration). Prepare as in 936.16 (see A.1.12)

Standardize each standard solution with primary standard (see Appendix A, standard solutions) and check one against the other. Test reagents before use by blank determination with 2 g sugar, which ensures partial reduction of any nitrates present.

[Caution: Use freshly opened H2SO4 or add dry P2O5 to avoid hydrolysis of nitriles and cyanates. Ratio of salt to acid (w:v) should be ca 1:1 at end of digestion for proper temperature control. Digestion may be incomplete at lower ratio; nitrogen may be lost at higher ratio. Each g fat consumes 10 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, and each g carbohydrate, 4 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> during digestion.]

#### B. Apparatus

(a) For digestion.—Use Kjeldahl flasks of hard, moderately thick, well-annealed glass with total capacity ca 500-800 mL. Conduct digestion over heating device adjusted to bring 250 mL H<sub>2</sub>O at 25°C to rolling boil in ca 5 min or other time as specified in method. To test heaters, preheat 10 min if gas or 30 min if electric. Add 3-4 boiling chips to prevent superheating.

(b) For distillation.-Use 500-800 mL Kjeldahl or other suitable flask, fitted with rubber stopper through which passes lower end of efficient scrubber bulb or trap to prevent mechanical carryover of NaOH during distillation. Connect upper end of bulb tube to condenser tube by rubber tubing. Trap outlet of condenser in such way as to ensure complete absorption of NH3 distilling over into acid in receiver.

#### C. Improved Method for Nitrate-Free Materials

Place weighed test portion (0.7-2.2 g) in digestion flask. Add 0.7 g HgO or 0.65 g metallic Hg, 15 g powdered K2SO4 or anhydrous Na2SO4, and 25 mL H2SO4. If test portion >2.2 g is used, increase H2SO4 by 10 mL for each g test portion. Place flask in inclined position and heat gently until frothing ceases (if necessary, add small amount of paraffin to reduce frothing); boil briskly until solution clears and then ≥30 min longer (2 h for materials containing organic material).

Cool, add ca 200 mL H2O, cool < 25°C, add 25 mL of the sulfide or thiosulfate solution, and mix to precipitate Hg. Add few Zn granules to prevent bumping, tilt flask, and add layer of NaOH without agitation. (For each 10 mL H2SO4 used, or its equivalent in diluted H2SO4, add 15 g solid NaOH or enough solution to make contents strongly alkaline.) (Thiosulfate or sulfide solution may be mixed with the NaOH solution before addition to flask.) Immediately connect flask to distilling bulb on condenser, and, with tip of condenser immersed in standard acid and 5-7 drops indicator in receiver, rotate flask to mix contents thoroughly; then heat until all NH3 has distilled (≥150 mL distillate). Remove receiver, wash tip of condenser, and titrate excess standard acid in distillate with standard NaOH solution. Correct for blank determination on reagents.

When standard HCl is used:

Percent  $N = [(mL \text{ standard acid} \times \text{ molarity acid})]$ - (mL standard NaOH × molarity NaOH)] × 1.4007/g test portion

When standard H2SO4 is used:

Percent N =  $[(mL \text{ standard acid} \times 2 \times \text{molarity acid})]$ - (mL standard NaOH × molarity NaOH)] × 1.4007/g test portion

Reference: JAOAC 38, 56(1955).

#### D. Improved Kjeldahl Method for Nitrate-Containing Materials (Not applicable to liquids or to materials with high Cl:NO2 ratio.)

Place weighed test portion (0.7-2.2 g) in digestion flask. Add 40 mL H2SO4 containing 2 g salicylic acid. Shake until thoroughly mixed and let stand, with occasional shaking, ≥30 min; then add (1) 5 g Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-5H<sub>2</sub>O or (2) 2 g Zn dust (as impalpable powder, not granulated Zn or filings). Shake and let stand 5 min; then heat over low flame until frothing ceases. Turn off heat, add 0.7 g HgO (or 0.65 g metallic Hg) and 15 g powdered K2SO4 (or anhydrous Na2SO4), and boil briskly until solution clears, then ≥30 min longer (2 h for materials containing organic material).

Proceed as in second paragraph of C.

Reference: JAOAC 51, 446(1968)

# **APÊNDICE C.** Análise de Sódio: método – 969.23 (AOAC, 2011).

35.1.21

#### **AOAC Official Method 969.23** Sodium and Potassium in Seafood

Flame Photometric Method First Action 1969 Final Action 1971

#### A. Apparatus and Reagents

- (a) Glassware.—Borosilicate glassware and intact Vycor, Pt, or Si crucible precleaned with dilute HNO3 and rinsed in distilled H2O immediately before use.
- (b) Distilled water.-H2O, free from Na and K; either double-distilled or deionized. Use for preparing standards and dilutions
- (c) Sodium standard solutions.—(1) Stock solution.—1 mg Na/mL. Dry reagent grade NaCl 2 h at 110°C; cool in desiccator. Weigh 2.5421 g into 1 L volumetric flask and dilute to volume with H2O. (2) Working solutions for flame emission.-0.01, 0.03, and 0.05 mg Na/mL. Pipet 1, 3, and 5 mL Na stock solution into separate 100 mL volumetric flasks; add 7 mL K stock solution and 2 mL HNO3 to each flask; dilute to volume with H2O. (3) Working

solutions for flame absorption.—0.00003, 0.0001, 0.0003, and 0.0005 mg Na/mL. Pipet 1 mL. Na stock solution into 100 mL volumetric flask and dilute to volume with H<sub>2</sub>O, Pipet 0.3, 1.9, 3.0, and 5.0 mL diluted stock solution into separate 100 mL volumetric flasks and dilute to volume with H<sub>2</sub>O.

(d) Potassium standard solutions.—(1) Stock solution.—1 mg K/mL. Dry and cool reagent grade KCl as in (c). Weigh 1.9068 g into 1 L volumetric flask and dilute to volume with H<sub>2</sub>O. (2) Working solutions for flame emission.—0.04, 0.07, and 0.10 mg K/mL. Pipet 4, 7, and 10 mL stock solution into separate 100 mL volumetric flasks, add 3 mL. Na stock solution to each flask; dilute to volume with H<sub>2</sub>O. (3) Working solutions for flame absorption.—0.0601, 0.0005, 0.0007, and 0.0010 mg K/mL. Pipet 1 mL K stock solution into 100 mL volumetric flask and dilute to volume with H<sub>2</sub>O. Pipet 1, 5, 7, and 10 mL diluted stock solution into separate 100 mL volumetric flasks and dilute to volume with H<sub>2</sub>O.

#### B. Wet Ashing

(Caution: See Appendix B, safety notes on distillation, wet oxidation, and nitric acid.)

Prepare test sample as in 937.07 (see 35.1.01) Weigh 1 g test portion into 50 mL Pyrex beaker. Dry 2.5 h at 110°C, cool, and weigh if percent solids is to be determined.

(a) Test samples with unknown or known high oil content.—Add ca 10 mL petroleum ether, and warm on steam bath or low temperature hot plate until oil is extracted. Decant and repeat until test portion is defatted. Proceed as in (b).

(b) Test samples with low oil content.—Add 5 mL HNO<sub>3</sub> (if total Cl content is desired, add enough 0.1M AgNO<sub>3</sub> to precipitate chlorides [3.0 mL]) to each beaker. Digest on steam bath or low temperature hot plate until test portion dissolves; evaporate to dryness. Add 5 mL HNO<sub>3</sub> and take to dryness. Repeat. Add 2 mL HNO<sub>3</sub> and warm to dissolve. Proceed as in (e) or (d).

(c) For flame emission.—Transfer digest to 25 mL volumetric flask with hot water, wash down sides of beaker 3 times with hot water, and add washings to flask. Cool, and dilute to volume with H<sub>2</sub>O. If particles are too finely dispersed to settle, centrifuge aliquot at 2000 rpm.

(d) For flame absorption.—Transfer digest to 100 mL volumetric flask and proceed as above. Dilute for direct readout as follows: Place 1 mL aliquot in 25 mL volumetric flask and dilute to volume with H<sub>2</sub>O for Na; place 2 mL aliquot in 10 mL volumetric flask and dilute to volume with H<sub>2</sub>O for K.

Prepare blank solution by diluting 2 mL HNO3 to 100 mL with

#### C. Dry Ashing

Prepare test sample as in 937.07 (see 35.1.01).

Weigh 4 g test portion into crucible, and char on electric hot plate or over low flame. Place in cold furnace and bring to 525°C. Ash 2 h to white ash. Cool, and weigh if total ash is desired.

Add 15 mL dilute HNO<sub>3</sub> (1 + 4) to crucible, breaking up ash with stirring rod if necessary. Filter through acid-washed quantitative paper into 100 mL volume to 10 mL volume to 10 mL volume to 100 mL volume to paper into 100 mL volumetric flask. Wash residue and paper 3 times with H2O. Dilute to volume. Proceed as in (a) or (b).

(a) For flame emission.—Read directly

(b) For flame emission.—Read directly.
(b) For flame absorption.—Dilute for direct readout as follows:
Place 1 mL aliquot in 100 mL volumetric flask and dilute to volume with H<sub>2</sub>O for Na; place 1 mL aliquot in 25 mL volumetric flask and dilute to volume with H O for Na. dilute to volume with H2O for K

Prepare blank solution by diluting 2 mL HNO3 to 100 mL with H,O.

#### D. Determination

(Caution: See Appendix B, safety notes on AAS and flame photometers.)

Follow manufacturer's directions for type of instrument available. Dilute test solution if necessary to bring Treadings within range of working standards. Read blank, standards, and test solutions at 589 nm for Na and 767 nm for K until results are reproducible; record percent T or percent absorption for each.

#### E. Calculations

For flame emission photometers not equipped with direct readout:

mg Na or K/100 g =
$$100 \times F \left[ \left[ \frac{(E_x + E_1)}{(E_2 - E_1)} \times (C_2 - C_1) \right] + C_1 \right] / \text{g test portion}$$

where  $E_r = (percent T of unknown) - (percent T of blank); E_1 =$ (percent T of standard of lower concentration than test solution) -(percent T of blank);  $E_2$  = (percent T of standard of higher concentration than test solution) – (percent T of blank);  $C_1 = mg Na$  or K/mL in standard of lower concentration than test solution;  $C_2 = mg$ Na or K/mL in standard of higher concentration than test solution; F =dilution factor.

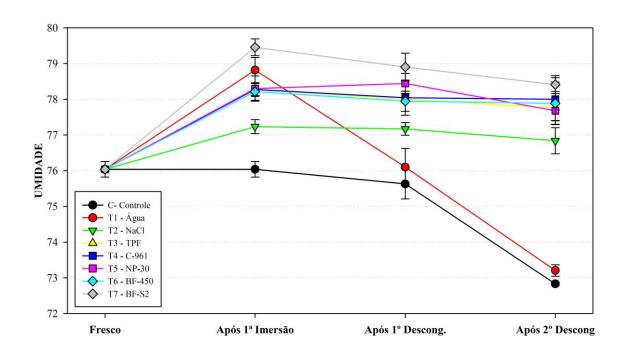
For flame absorption photometers: Convert percent absorption to absorbance (A). Plot standard curve of A against concentration. Read unknown concentrations.

> mg Na or K/100 g = (concentration unknown  $\times F \times 100$ )/g test portion

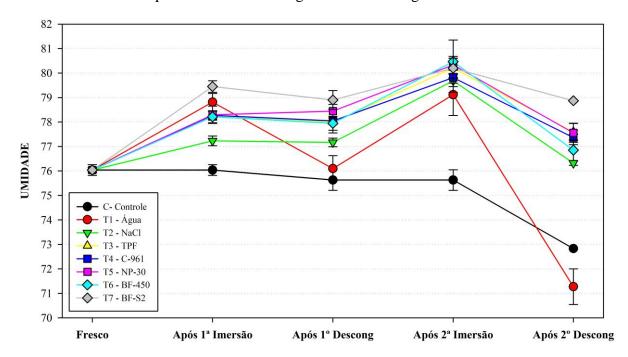
Reference: JAOAC 52, 55(1969).

CAS-7440-09-7 (potassium) CAS-7440-23-5 (sodium)

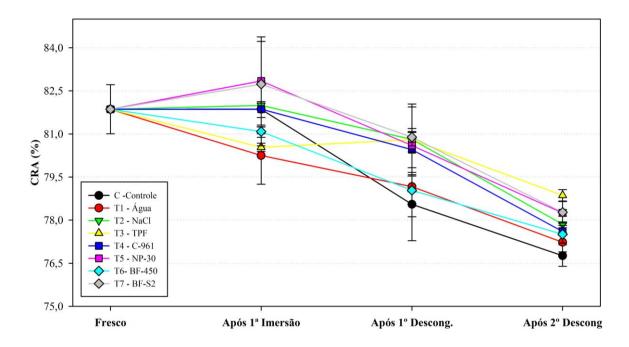
**APÊNDICE D.** Gráfico com os teores de umidade (%, g/100g) das amostras após dois ciclos de congelamento/descongelamento e com uma imersão



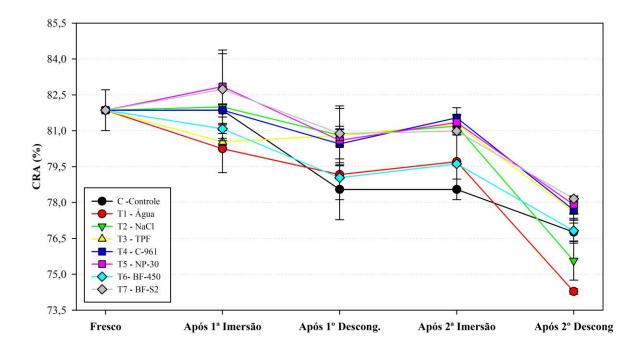
**APÊNDICE E.** Gráfico com os teores de umidade (%, g/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com duas imersões



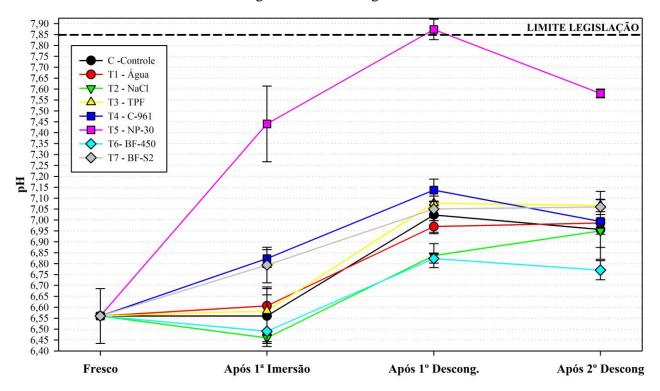
**APÊNDICE F.** Gráfico com os valores de CRA (%) do camarão fresco e tratado com aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com uma imersão



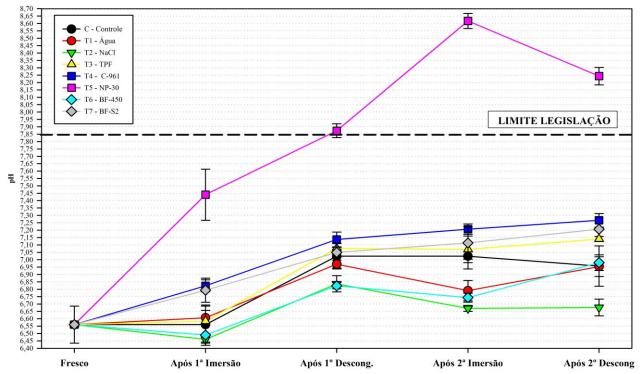
**APÊNDICE G.** Gráfico com os valores de CRA (%) do camarão fresco e tratado com aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com duas imersões



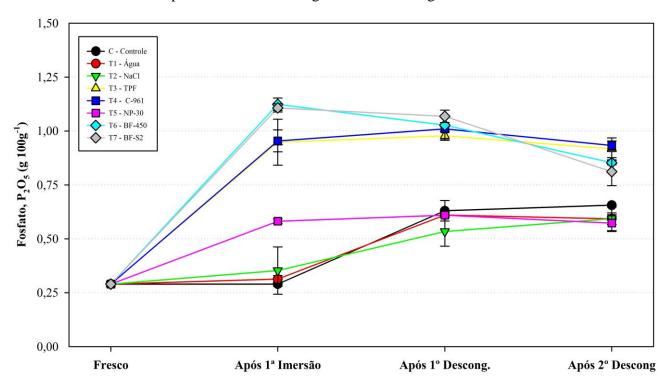
**APÊNDICE H.** Gráfico com os valores de pH do camarão fresco e tratado com aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com uma imersão



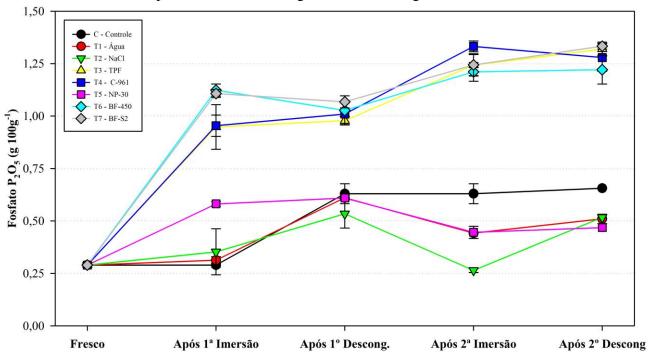
**APÊNDICE I.** Gráfico com os valores de pH do camarão fresco e tratado com aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com duas imersões



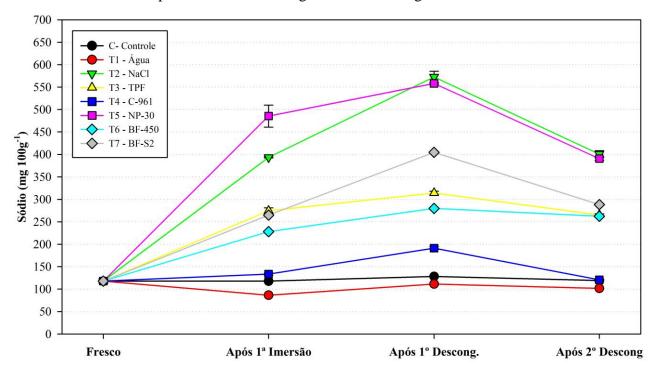
**APÊNDICE J.** Gráfico com os teores de fosfato (g/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com uma imersões



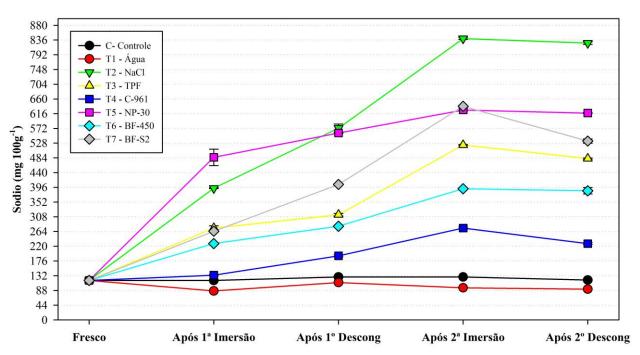
**APÊNDICE K.** Gráfico com os teores de fosfato (g/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com duas imersões



**APÊNDICE L.** Gráfico com os teores de sódio (mg/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com uma imersões

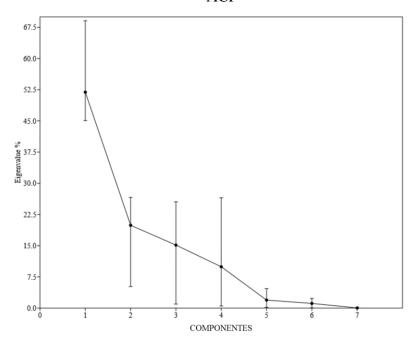


**APÊNDICE M.** Gráfico com os teores de sódio (mg/100g) do camarão fresco e tratado com aditivos após dois ciclos de congelamento/descongelamento com duas imersões



**APÊNDICE N.** Tabela sumarizando o percentual de variâncias explicadas por cada componente na ACP

PC	EIGENVALUE	% VARIANCE
1	3,63378	51,911
2	1,39324	19,903
3	1,0603	15,147
4	0,695788	9,9398
5	0,13501	1,9287
6	0,0785172	1,1217
7	0,00336772	0,04811



APÊNDICE P. Tabela com os valores de variâncias para cada componente na ACP

	<b>PC</b> 1	PC 2	PC 3	PC 4	PC 5	PC 6	PC 7
Umidade	0,38679	0,51026	-0,01769	-0,17691	-0,70154	0,25381	-0,04295
Proteína	-0,50082	0,20644	0,071954	-0,06639	0,025858	0,49239	0,67369
RUP	0,51768	-0,0296	-0,08176	0,023381	0,056019	-0,44125	0,7253
CRA	-0,03219	0,82801	0,022233	0,07604	0,48837	-0,23176	-0,1219
pН	0,26588	-0,01716	0,61814	0,69081	0,037949	0,26096	0,012772
Fosfato	0,37585	-0,04171	-0,62862	0,19017	0,34662	0,55141	-0,03826
Sódio	0,34437	-0,09222	0,45833	-0,66677	0,3794	0,26936	-0,04183