



ACIDIFICAÇÃO DE FILÉS DE TILÁPIA PELO MÉTODO DE IMPREGNAÇÃO A VÁCUO

Ingrid Altino **Pereira**¹; Marcia Regina Cucatti **Alves**²; Marcia Mayumi Harada **Haguiwara**³; José Ricardo **Gonçalves**⁴

Nº 18240

RESUMO – *O pescado é um alimento de baixa acidez cujo pH favorece o desenvolvimento de patógenos, dentre os quais o Clostridium botulinum, capaz de produzir uma toxina letal para o ser humano. Para modificar essa condição foi utilizado o método tradicional por imersão em salmoura acidificada, abaixando o pH a níveis seguros, isto é, igual ou menor que 4,5. A salmoura foi preparada com 5% de cloreto de sódio e duas concentrações de ácido fumárico: 0,3 e 0,6%. Também foram estudadas duas proporções entre amostra e salmoura: 1:2 e 1:4. Para fins de comparação foi avaliado o método de acidificação por impregnação a vácuo. Os resultados revelaram que a concentração do ácido e a proporção entre amostra e salmoura tem influencia no tempo de imersão para o abaixamento do pH. O método de impregnação a vácuo proporcionou uma rápida queda de pH, mas não atingiu os valores esperados.*

Palavras-chaves: ácido fumárico; salmoura acidificada; tempo de imersão.

1 Autor, Bolsista CNPq (PIBITI): Graduação em Engenharia Alimentos, UNICAMP, Campinas-SP, ingridpaltino@gmail.com

2 Colaborador, Assistente Técnico de Pesquisa: Instituto de Tecnologia de Alimentos/ITAL, Campinas – SP, marcia@ital.sp.gov.br.

3 Pesquisador Científico: Instituto de Tecnologia de Alimentos/ITAL, Campinas-SP.

4 Orientador: Pesquisador Científico: Instituto de Tecnologia de Alimentos/ITAL, Campinas-SP, jricardo@ital.sp.gov.br



ABSTRACT – *Fish is a low acidity food whose pH affects the growth of pathogens, including Clostridium botulinum, which produces a lethal toxin to humans. To modify this condition was used the traditional method by immersion in acidified brine to decrease pH to safe levels, that is, equal to or less than 4.5. The brine was prepared with 5% sodium chloride and two concentrations of fumaric acid: 0.3 and 0.6%. Two sample:acidified brine ratios were also analyzed: 1: 2 and 1: 4. The method of acidification by vacuum impregnation was studied too. The results proved that the concentration of the acid and the sample to brine ratio influenced the time to lower the pH. The vacuum impregnation method provided a rapid reduction of initial pH but did not reach the expected values.*

Keywords: fumaric acid, acidified brine, immersion time.

1. INTRODUÇÃO

A transferência de uma fase líquida do meio externo para o interior dos alimentos sólidos com o objetivo de preservação e/ou melhoria da qualidade é uma técnica muito antiga que funciona por um processo de osmose. É um mecanismo lento que pode demorar vários dias para a conclusão. Dentre os exemplos mais comuns estão a salga de carnes e pescados, seja por imersão ou contato direto do sal com a matéria-prima. O aumento da concentração da fase líquida ou da proporção entre a fase líquida e o sólido pode reduzir o tempo de transferência, mas, ainda assim, é um processo demorado (CAPACCIONI et al., 2011).

Mais recentemente surgiu um processo conhecido como impregnação a vácuo, que utiliza um mecanismo descrito por Chiralt e Fito (2003). É um método não destrutivo de introdução de uma fase líquida nos poros abertos de uma matriz sólida por meio de diferença de pressão e pode ser usado para reduzir o pH e atividade de água, modificar as propriedades térmicas, melhorar os atributos sensoriais, introduzir compostos bioativos em vários produtos, tais como vegetais, carnes, pescados e queijos (RADZIEJEWSKA-KUBZDELA et al., 2014; HOFMEISTER et al., 2005). Em linhas gerais, a amostra é imersa numa solução desejada e submetida ao vácuo por um período de tempo, seguido de um período de descanso no qual a pressão atmosférica é restabelecida. Esse procedimento pode ser repetido algumas vezes. Temperatura, concentração, proporção entre produto e solução e agitação da fase externa podem afetar os resultados. (FITO et al., 1996).

Derossi et al. (2010) utilizaram a técnica para acidificar pimenta em fatias a vácuo (200 e 400mbar) com ácido láctico durante 2 e 5 min. O nível de vácuo foi a variável mais importante na influencia sobre as variações de massa e pH da amostra. Os resultados mostraram que a utilização da técnica melhorou a acidificação do produto.

O método pode ser avaliado para reduzir o pH de filés de tilapia até o valor de 4,5 e comparado com o método tradicional de imersão usado para a fabricação de semi-conservas estáveis à temperatura ambiente, com a expectativa de reduzir o consumo de energia, o tempo para acidificação, a quantidade utilizada de ácido e o descarte de resíduos no meio ambiente.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Filés de tilapia fora de padrão comercial obtidos em regiões produtoras foram transportados congelados até o local do experimento, pré-selecionados, pesados, e armazenados a -18°C (Figura 1). Antes dos experimentos foram descongelados ($4^{\circ}\text{C}/24\text{h}$) e pesados para cálculo da perda de peso no descongelamento e determinações de pH, acidez total, umidade, cloretos e atividade de água. Posteriormente, foram executados ensaios para a determinação do tempo necessário para redução de pH das amostras com salmoura acidificada por ácido fumárico a fim de fazer a comparação entre dois métodos: a) imersão na salmoura acidificada ($4\pm 2^{\circ}\text{C}$) em duas concentrações do ácido (0,3 e 0,6%) e duas proporções amostra:salmoura em peso por volume (1:2 e 1:4); b) imersão na salmoura acidificada (23°C ; proporção 1:2 e 0,6% de ácido fumárico) por um sistema de impregnação a vácuo (40mbar) durante 10, 20, 30 e 40min (4 tratamentos) reproduzido em embalagens plásticas flexíveis (Poliamida/Polietileno), seguidas da abertura para restabelecimento da pressão atmosférica. As amostras acidificadas foram avaliadas quanto ao pH, acidez total, umidade, cloretos e atividade de água, conforme os métodos descritos a seguir.



Figura 1. Amostras de filé de tilapia utilizadas no experimento.



2.1 Preparo da salmoura acidificada

Foi preparada com 5% cloreto de sódio de uso doméstico e ácido e fumárico (grau alimentício) em concentrações já definidas.

2.2 Perda de peso no descongelamento

Foi determinada pela diferença de peso das amostras antes e após o descongelamento, expressando-se o resultado em porcentagem.

2.3 Determinação de pH

Foi determinado nas amostras antes e após acidificação utilizando o peagâmetro da marca Digimed, modelo DM2, com duas casas decimais, previamente calibrado na faixa 4,0-7,0.

2.4 Deteminação de cloretos

Foi realizada nas amostras antes e após acidificação segundo Ministério da Saúde (BRASIL, 2005). Os resultados foram expressos em em g/100g de amostra.

2.5 Determinação de acidez total

Foi realizada nas amostras antes e após acidificação segundo Instrução Normativa nº 20 de 21/07/99 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (BRASIL, 1999). Os resultados foram expressos em g/100g.

2.6 Determinação de atividade de água

Foi determinada nas amostras antes e após acidificação utilizando-se o medidor Aqualab modelo 4TE (Decagon, USA), operando a 25°C.

2.7 Determinação de umidade e substancias voláteis

Foi determinada nas amostras antes e após acidificação, conforme AOAC (HORWITZ, 2010).

2.8 Estimativa do nível de vácuo

Foi utilizada a seladora Selovac/Microvac com vacuômetro dotado de escala de 0 a -1 bar, subdividida em 0,5 bar para fechamento das embalagens. A pressão absoluta foi calculada pela diferença entre o valor médio anual da pressão atmosférica em Campinas (940 mbar; BRASIL, s.d) e o valor médio lido no vacuômetro (900 mbar) do equipamento.

Todas as determinações foram feitas em triplicata.



3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após o descongelamento das amostras observou-se uma perda de peso de 15,74%, que corresponde em grande parte à água adicionada durante o glazamento dos filés antes do congelamento e armazenamento para comercialização. Esse valor está dentro do limite permitido pela legislação brasileira que é de 20% (BRASIL, 2011).

A Tabela 1 mostra os dados de determinação físico-química dos filés utilizados no experimento. A umidade é comparável ao valor de 75,71% encontrado por Simões et al. (2007). O teor de cloretos quase não difere daquele apresentado por André et al. (2014), que foi de 0,08 g/100g. Em relação ao pH o resultado é parecido com o encontrado na literatura, que foi de 6,3 a 6,4 (BATISTA, 2005; ANDRÉ et al., 2014). A acidez total está próxima do valor de 3,12 g/100g relatada por Magalhães et al., (2017). O elevado valor da atividade de água está associado à alta perecibilidade da matéria prima e é típico de alimentos *in natura* (FRAZIER, 2009). Pequenas diferenças nos teores podem ser típicas das condições de produção do peixe, tais como alimentação e outros fatores.

Tabela 1. Determinações físico-químicas em filés de tilápia.

Determinações	Resultados ¹
pH	6,35 ± 0,04
Umidade e substâncias voláteis (g/100g)	79,54 ± 0,14
Cloretos (g/100g)	0,09± 0,01
Acidez total (g/100g)	3,04± 0,11
Atividade de água	0,991±0,000

1: Resultados expressos como média±desvio padrão.

Observando-se a Figura 2 nota-se que em nenhum dos ensaios as amostras atingiram o pH=4,5, mesmo depois de 32 horas de imersão na salmoura acidificada. O tratamento B foi o que chegou mais próximo (pH= 4,65), mostrando que a proporção entre amostra e salmoura acidificada tem efeito na queda dessa variável ao longo do tempo. Nos dois casos, nota-se ainda a tendência de estabilização do pH da salmoura acidificada, sugerindo que o processo de transferência de íons hidrogênio está entrando em equilíbrio entre os sistemas.

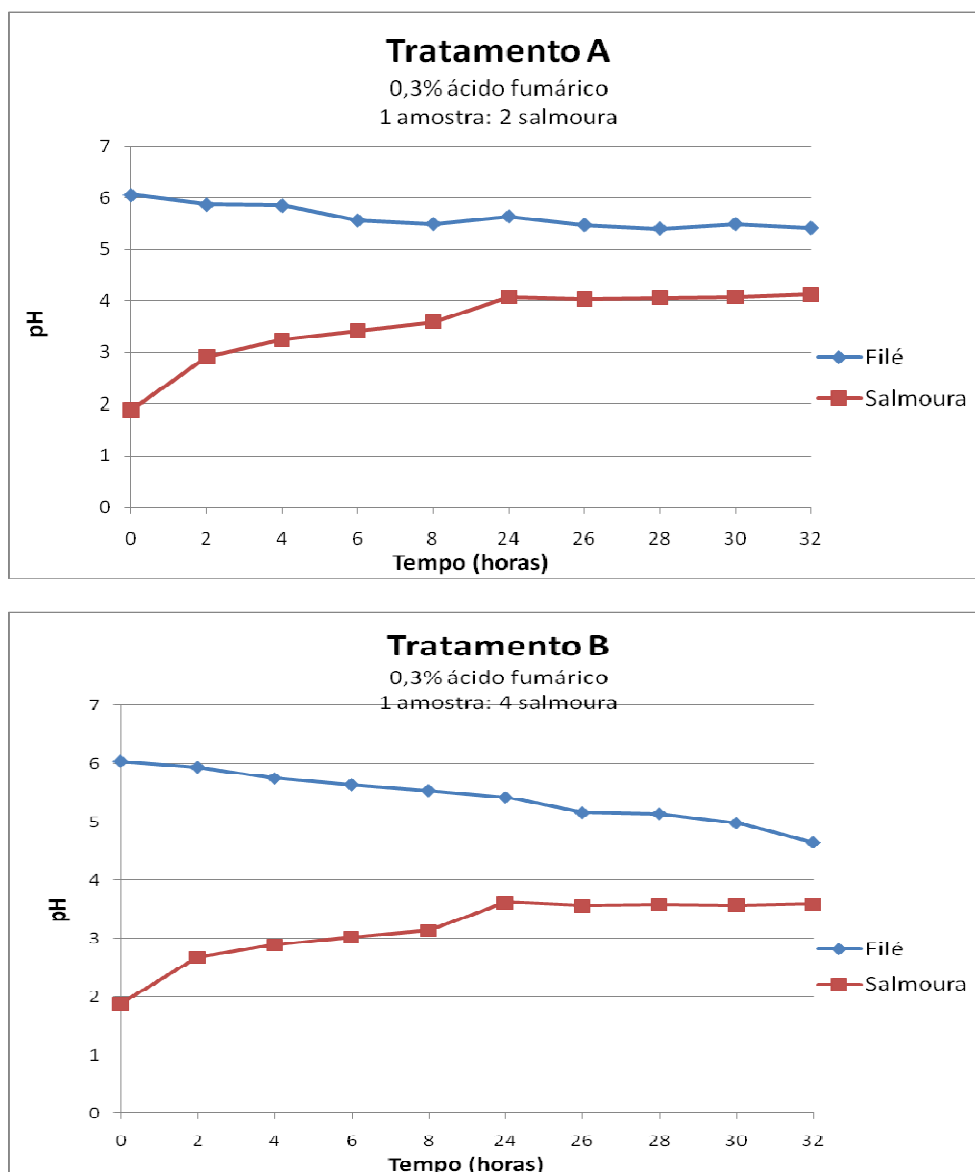


Figura 2. Queda de pH das amostras imersas em salmoura acidificada com 0,3% de ácido fumárico em função do tempo.

A Figura 3 mostra que no tratamento C o pH atingiu o valor de 4,53 ao final de 32 horas de imersão na salmoura acidificada, valor este muito próximo do pretendido. No mesmo período o tratamento D apresentou pH=3,64 e por interpolação da curva estima-se que o valor de 4,5 foi atingido com 16 horas de imersão. Na comparação entre esses dois tratamentos, novamente fica evidenciado que à medida que a proporção entre amostra e salmoura acidificada aumenta, a queda de pH se torna mais rápida.

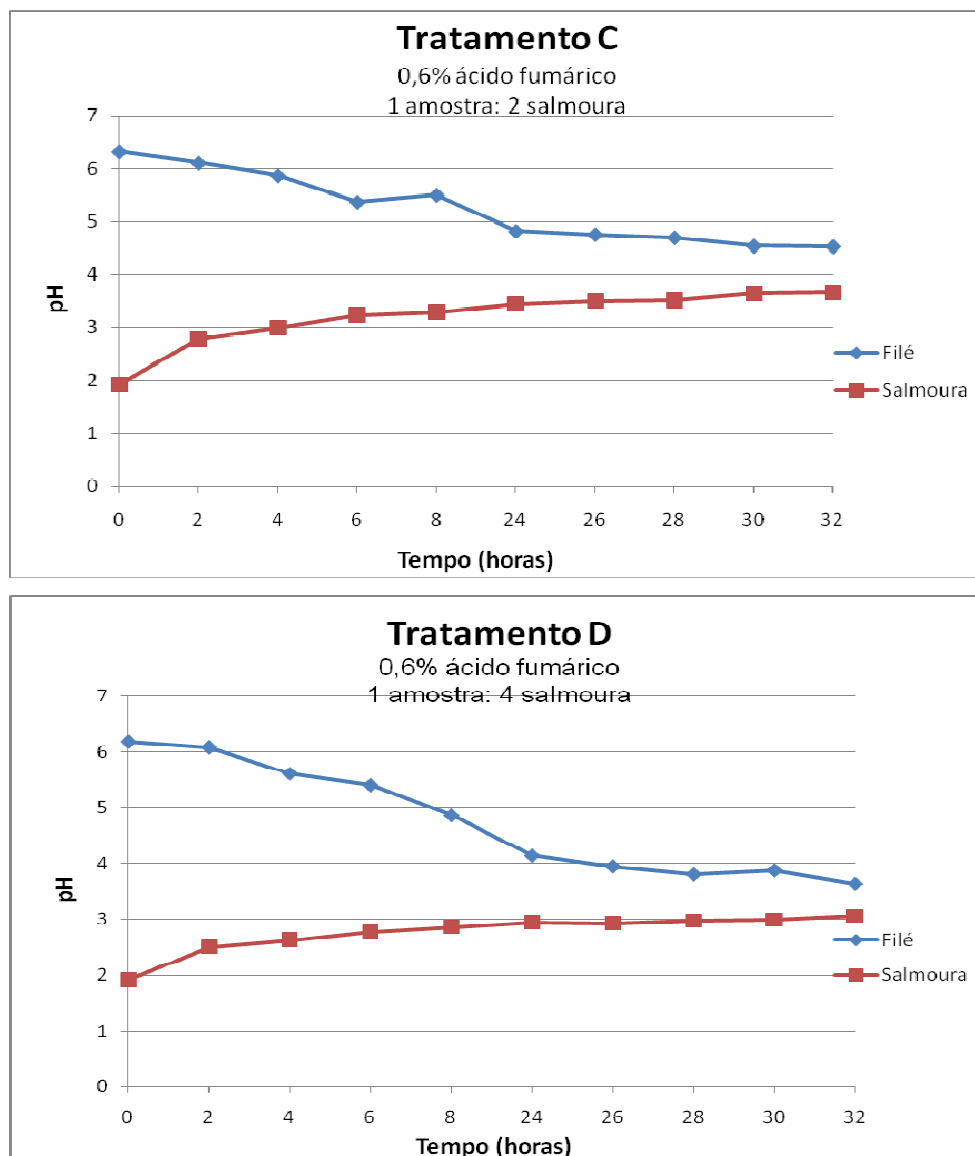


Figura 3. Queda de pH das amostras imersas em salmoura acidificada com 0,6% de ácido fumárico em função do tempo.

Ficou evidenciado que tanto a concentração do ácido quanto a proporção entre amostra e salmoura acidificada têm influencia na velocidade de abaixamento do pH da amostra. O efeito da proporção também foi relatado por Capaccioni et al. (2011) trabalhando com marinação de pescado em salmoura com 10% de cloreto de sódio e 3% de ácido acético nas proporções 0,77:1, 3:1 e 10:1 (respectivamente, entre amostra e salmoura acidificada), obtendo valores de pH entre 4,40 e 4,12 em 24h de imersão. Os autores concluíram que, embora a proporção entre amostra e



12º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2018
01 a 03 de agosto de 2018 – Campinas, São Paulo
ISBN 978-85-7029-145-5

salmoura acidificada acelere a penetração de sal e ácido, a proporção 10:1 resultou numa amostra com textura seca e fibrosa e um gosto ligeiramente salgado.

A Tabela 2 mostra que o método de impregnação a vácuo proporcionou uma rápida redução do pH em comparação com qualquer um dos métodos tradicionais de imersão apresentados nas Figuras 2 e 3. Porém, os valores obtidos foram reduzidos até uma faixa entre 5,35 e 5,40 e permaneceram estáveis, indicando que, a partir daí, a resposta não dependeu do período de tempo estudado. Uma hipótese para o ocorrido está na baixa solubilidade do ácido fumárico (0,6%) à temperatura ambiente (25°C), limitando a sua concentração na salmoura, que é uma das variáveis importantes para a queda de pH (CHIRALT; FITO, 2003). Esse detalhe em conjunto com a quebra repentina de vácuo (por ocasião da abertura da embalagem) pode ter levado a um fechamento dos poros da estrutura celular da amostra bloqueando o mecanismo de transferência de massa. Não foram encontrados trabalhos específicos com pescado sobre o tema. Mesmo no caso de vegetais alguns autores alegaram que a literatura é escassa quando se trata do emprego da impregnação a vácuo na redução de pH (DEROSSI; DE PILLI; SEVERINI, 2010) .

Tabela 2. Determinações físico-químicas em filés de tilápia após a impregnação a vácuo.

Determinações	Tempo (min.)			
	10	20	30	40
pH	5,40±0,36	5,35±0,47	5,37±0,46	5,35±0,34
Umidade e substâncias voláteis (g/100g)	79,26±0,15	80,81±2,69	80,10±2,43	79,19±1,15
Cloretos (g/100g)	0,77±0,20	0,91±0,25	0,91±0,01	0,92±0,10
Acidez total (g/100g)	6,28±1,34	5,37±0,17	6,98±1,61	7,37±1,48
Atividade de água	0,992±0,002	0,991±0,008	0,987±0,000	0,987±0,000



4 CONCLUSÃO

Com os dados obtidos experimentalmente foi verificado que tanto a concentração do ácido como a proporção entre amostra e salmoura acidificada têm influência na velocidade de queda do pH e conseqüentemente no tempo de imersão das amostras. Novos ensaios precisam ser realizados com o método de impregnação a vácuo ampliando o número de variáveis para a obtenção de resultados mais conclusivos.

AGRADECIMENTOS

O autor agradece ao CNPq pela bolsa concedida.

5 REFERÊNCIAS

ANDRÉ, T.; ANDRADE, J. C.; HAGUIWARA, M. M.; H; HASHIMOTO, J. M.; GONÇALVES, J. R. Aproveitamento de aparas da filetagem de tilapia para o desenvolvimento de produto em conserva. In: 8º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica. **Anais**. 2014. Campinas-SP, 12 a 14 de agosto.

BATISTA, L. X. **Tecnologia de produção de conserva de tilápia (*Oreochromis niloticus*, Linnaeus, 1758 – Linhagem chitralada)**. Pernambuco, 2005, 37p. Dissertação (Mestrado em Recursos Pesqueiros e Aquicultura). Univ. Fed. Rural de Pernambuco.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 25 de 2 de junho de 2011. **Métodos analíticos oficiais físico-químicos para controle de pescado e seus derivados**. Diário Oficial da União. Brasília, DF de 03 de junho 2011, Seção 1, p.27.

BRASIL. Ministério da Agricultura e Abastecimento. Instrução Normativa nº 20, de 21 de julho de 1999. **Oficializa métodos analíticos físico-químicos para controle de produtos cárneos e seus ingredientes – sal e salmoura – ANEXO**. Disponível em: <<http://w.w.w.agricultura.gov.br/sda/dipoa/instnorm20.html>>. Acesso em: 08 jan.2017.

BRASIL (s.d). Ministério da Agricultura e Abastecimento. **Instituto Nacional de Meteorologia**. Disponível em: <<http://www.inmet.gov.br/portal>>. Acesso em: 02 abr. 2018.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Métodos físico-químicos para análises de alimentos/Instituto Adolfo Lutz**. Brasília: Ministério da Saúde, 2005. 4ª Edição. Pág. 112-113.

CAPACCIONI, M. E.; CASALES, M. R.; YEANNES, M. I. **Acid and salt uptake during the marinating process of *Engraulis anchoita* fillets influence of the solution: fish ratio and agitation**. Ciênc. Tecnol. Aliment., Campinas, 31(4): 884-890, out.-dez. 2011.

CHIRALT, A., FITO, P. (2003). **Transport mechanisms in osmotic dehydration: the role of the structure**. *Food Science Technology International*, 9 (3), 179-186.

DEROSSI, A., DE PILLI, T., SEVERINI, C. (2010). **Reduction in the pH of vegetables by vacuum impregnation: A study on pepper**. *Journal of Food Engineering*, Vol. 99, p. 9-15.



12º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2018
01 a 03 de agosto de 2018 – Campinas, São Paulo
ISBN 978-85-7029-145-5

FITO, P.; A. A; CHIRALT, A.; PARDO, P. “**Coupling of Hydrodynamic Mechanism and Deformation-Relaxation Phenomena During Vacuum treatments in Solid Porous Food-Liquid Systems,**” *Journal of Food Engineering*, vol.21, pp:229-240, 1996.

FRAZIER, R. A. **Food chemistry.** In: CAMPBELL-PLATT, G.(ed.). Food Science and Technology. Blackwell Publishing Ltd, Singapore. Chapter 2, 2009.

HOFMEISTER, L.C.; SOUZA, J.A.R.; , PETRUS, J. C. C.; LAURINDO, J. B. Salga de queijo tipo Minas por impregnação a vácuo. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, Campinas, 25(3): 487-494, jul.-set. 2005

HORWITZ (ed.) ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMIST. **Official methods of analysis of AOAC international.** 18 ed.Washington: Gaithersburg, Maryland, AOAC International, 2010.

MAGALHÃES, G.C; MARQUEZINI, M. G.; BROMBERG, R; HAGUIWARA,; GONÇALVES, J. R. Produção de filés de tilapia acidificados, acondicionados a vácuo, cozidos e estáveis à temperatura ambiente. In: 11º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica. **Anais.** 2017. Campinas-SP, 02 a 04 de agosto.

RADZIEJEWSKA-KUBZDELA, E.; BIEGAŃSKA-MARECIK, R.; KIDÓN, M. Applicability of Vacuum Impregnation to Modify Physico-Chemical, Sensory and Nutritive Characteristics of Plant Origin Products—A Review,” *International journal of Molecular sciences*, vol.15 pp: 16577-16610, 2014.