



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA

CENTRO TECNOLÓGICO

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA E ENGENHARIA DE ALIMENTOS



GDC Alimentos SA

ESTÁGIO CURRICULAR

GISELLE XAVIER DA ROSA

Itajaí, 2013

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA E ENGENHARIA DE ALIMENTOS
GDC ALIMENTOS SA

GISELLE XAVIER DA ROSA

ESTÁGIO CURRICULAR

PERÍODO: 21/01/2013 À 19/04/2013

Relatório referente às atividades realizadas durante o período de estágio na empresa GDC Alimentos SA como requisito para a conclusão do Estágio Curricular, sob supervisão de *Camila da Silva*, do professor orientador *Ariovaldo Bolzan* e do coordenador de estágio *José Miguel Muller*.

ITAJAÍ, 2013

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA E ENGENHARIA DE ALIMENTOS
COORDENADORIA DE ESTÁGIO/EQA

AVALIAÇÃO DO ESTÁGIO
(Para uso do Supervisor)

1. IDENTIFICAÇÃO:

Nome: Giselle Xavier da Rosa
Nº de Matrícula: 08145026 Fase: Décima primeira
Curso: Engenharia de Alimentos
Coordenador de Estágios: José Miguel Muller
Nome do Supervisor: Camila da Silva
Local do Estágio: GDC Alimentos SA
Endereço: Rua Eugênio Pezzini, 500
Fone: (47) 3341-2600 Cidade: Itajaí Estado: SC

2. AVALIAÇÃO (Nota de 01 a 10)

Conhecimentos Gerais: 10
Conhecimentos específicos: 10
Assiduidade: 9
Criatividade: 10
Responsabilidade: 10
Iniciativa: 10
Disciplina: 10
Sociabilidade: 10
Média: 9,675

Outras Observações:

Ao longo do período de estágio, a avaliada se destacou por habilidades analíticas e sua ótima capacidade relacionar-se com colegas com demandas analíticas e demonstrou excelente caráter perante situações quando questionada em seu período de estágio.

Data da Avaliação: 16/09/2013



Camila da Silva
Supervisor(a) do Estágio

Assinatura do Supervisor

AVALIACAO ORIENTADOR

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	7
1.1	A indústria	Erro! Indicador não definido. 7
1.2	O processo	7
2	ATIVIDADES REALIZADAS	Erro! Indicador não definido.
2.1	Análise de histamina.....	Erro! Indicador não definido. 7
2.2	Desenvolvimento de metodologia para análise de cloreto de sódio em atum	19
3	CONCLUSÃO.....	24
	REFERÊNCIAS	25
	APÊNDICE A - ANÁLISE DE CLORETO DE SÓDIO EM PESCADO PELO MÉTODO DE MOHR	Erro!
	Indicador não definido.	6

1 INTRODUÇÃO

1.1 A indústria

A Gomes da Costa é a líder do mercado brasileiro do segmento de atum enlatado. Fundada por Rubens Gomes da Costa no Rio de Janeiro, em 1954, atualmente a indústria é conhecida pela inovação em seus produtos de pescados enlatados.

Em 1998, a fábrica da Baía da Guanabara foi transferida para cidade catarinense Itajaí, que representa o maior complexo de captura, recepção e processamento de pescados da América Latina, produzindo diariamente mais de 1,2 milhões de latas. Em 2004, a GDC Alimentos foi adquirida pelo grupo espanhol Calvo, entrando para o ranking das cinco maiores indústrias de conserva de pescado do mundo.

1.2 O processo

Como a principal atividade realizada no estágio envolveu a linha de produção de atum enlatado, optou-se por descrever o processo a que esta matéria prima é submetida. O processo utilizado para produção de atum na GDC Alimentos segue a sequência de operações ilustrada na Figura 1.

Figura 1 - Fluxograma para produção de atum sólido enlatado (Fonte: Elaborada pelo autor)



Fonte: Elaborada pelo autor

A pesca do atum no Brasil envolve quase em sua totalidade grandes embarcações que utilizam o método de captura de vara com isca viva – sendo esta

usualmente a sardinha (ICCAT, 2000). Apesar de ser uma técnica antiga, é considerada mundialmente a mais sustentável e seletiva.

Após a realização da pesca, os peixes devem ser mantidos a temperaturas baixas de modo que postergue o processo de deterioração. Para tanto, as embarcações utilizam-se de dois procedimentos: imersão do pescado em tinas com salmoura e resfriamento do peixe com gelo. Na Figura 2 é possível observar o processo de recepção do pescado.

Figura 2 - Descarregamento da embarcação e tina com atum congelado



Fonte: Acervo pessoal do autor

1.2.1 Recepção do pescado

Mundialmente, as grandes empresas de enlatamento de atum recebem a matéria-prima congelada das embarcações. No Brasil, há grande predominância de realizar a recepção de atum resfriado com gelo.

Após a recepção do pescado, é realizada uma avaliação prévia da qualidade dos peixes. Neste processo, é coletada a temperatura de pelo menos dez indivíduos por lote. Caso a temperatura esteja em desacordo com o estabelecido pelo Sistema de Inspeção Federal, o descarregamento não é realizado. Para peixes que foram mantidos em salmoura, a temperatura deve estar próxima a $-8\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Já o pescado que foi resfriado com gelo pode encontrar-se a temperaturas mais elevadas, sendo aceitáveis valores próximos a $-2\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

1.2.2 Armazenamento

Após o descarregamento os peixes passam por um processo de classificação de acordo com seu tamanho e são dispostos em estantes de ferro, como está ilustrado na Figura 3. Em seguida, o pescado segue para um túnel de congelamento com ar forçado.

Figura 3 - Classificação do pescado após a recepção na indústria



Fonte: Acervo pessoal do autor

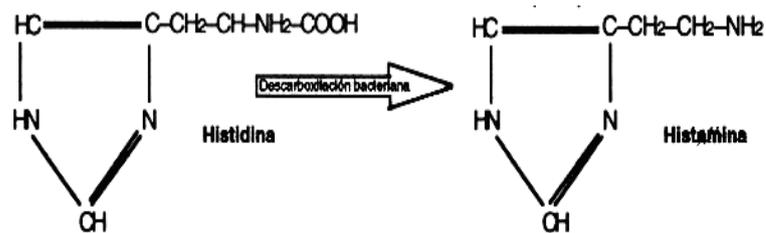
Posteriormente ao congelamento, a matéria-prima segue para uma câmara de estocagem com temperatura constante de aproximadamente $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Esta irá permanecer na câmara até liberação mediante laudos provenientes de análises físico-químicas do Controle de Qualidade da empresa.

1.2.3 Controle de qualidade: análises físico-químicas

No laboratório físico-químico são realizadas análises de histamina, bases voláteis totais e índice de mercúrio, além da quantificação de sal presente na salmoura, quando este for o caso. O resultado limitante para liberação do lote é o teor de histamina. Caso este se encontre maior do que o permitido pela legislação, o peixe é devolvido para o fornecedor – que só recebe o pagamento após a aquisição do laudo.

A análise de histamina é de extrema importância, pois a histamina é oriunda de processo de deterioração. A histamina é uma amina bioativa formada por ação de enzimas presentes na matéria-prima. Estas enzimas atuam sobre os aminoácidos livres quando em presença de microrganismos de descarboxilase positiva. Desta forma, ocorre a remoção do grupo carboxila do aminoácido precursor – a histidina.

Figura 4 - Ilustração do processo de remoção do grupo carboxila do aminoácido



Fonte: MÁRSICO, 2012

A ingestão de pescado com teor maior do que o indicado pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária pode ocasionar intoxicação histamínica.

Tabela 1–Limites aceitáveis de histamina para consumo de pescado sob diferentes legislações

Atuação	Limite aceitável
Brasil	100mg/100g de amostra
União Européia	Entre 100 e 200mg/100g de amostra
Estados Unidos	10mg/100g de amostra

Fonte: Gonçalves, 2011

Os sintomas são variáveis de acordo com a intolerância do consumidor, podendo variar entre irritações cutâneas, distúrbios gastrointestinais e neurológicos, e até casos mais graves – como choque cardiovascular e bronco espasmo. Logo, a matéria-prima não pode seguir a linha de produção antes da liberação realizada mediante as análises do laboratório físico-químico.

1.2.4 Descongelamento

O lote de pescado liberado segue para o processo de descongelamento. Os peixes, dispostos em containeres metálicos, são imersos em água a temperatura de 20 °C ± 2 °C por duas horas.

Figura 5 - Descongelamento por imersão em água



Fonte: Acervo pessoal do autor

1.2.5 Evisceração

Após o descongelamento, o atum é eviscerado. As vísceras seguem para a estação de tratamento de resíduos, que são destinados à ração animal.

1.2.6 Cozimento

O cozimento pode ser feito de duas maneiras distintas: imersão em água quente ou fornos com vapor direto. Na GDC Alimentos utiliza-se do segundo tipo de procedimento. O vapor é utilizado à temperatura de 101 °C a 103 °C.

A qualidade do processo de cozimento depende de dois pontos fundamentais: garantir a uniformidade de cozimento em todo o lote e atingir a temperatura ideal no centro do pescado sem que ocorra a falta de cozimento ou o cozimento em excesso em algum ponto da matéria-prima. O atum classificado como 3/4, ou seja, que possui entre 3 e 4 quilos, deve atingir 61 °C no ponto mais distante da superfície.

1.2.7 Resfriamento

Devido à alta temperatura que o pescado se encontra ao sair do forno de cozimento, este deve ser submetido a um processo de arrefecimento. O procedimento consiste de expor o pescado à vapor d'água por aproximadamente 6 horas em uma câmara denominada "chillroom". A permanência do peixe nesta câmara não deve exceder 8 horas em razão do processo de deterioração iminente.

1.2.8 Toaleta

Entrementes a limpeza do atum cozido é retirada a pele, a espinha e a carne escura – denominada sangacho, além da cabeça e da cauda. Esta é uma operação inteiramente manual, e exclusivamente realizada por mulheres.

O toaleta é uma etapa fundamental para a qualidade do produto final e para que a produção apresente bom rendimento. A qualidade da limpeza, o rendimento de músculo próprio para enlatar, a velocidade da operação e a avaliação da matéria-prima cozida são quatro pontos fundamentais para realização desta operação (GONÇALVES, 2011).

Esta etapa é realizada com auxílio de uma faca sem fio, a partir da raspagem para retirada da pele externa e da carne escura. Cada operadora recebe uma bandeja com a matéria-prima e outras duas bandejas: uma para o músculo destinado a atum sólido, e outra para produção de carne mecanicamente separada (CMS). Os manipuladores passam por um treinamento de três meses para trabalhar nesta etapa da linha de produção, devido à sua importância e à necessidade de ser realizada de forma ágil. Além disso, são instruídas a avaliar a consistência do

pescado e a aparência do mesmo – comumente são identificados peixes ditos “favados”, sendo esta aparência consequente de processo de decomposição.

A carne mecanicamente separada (CMS) do pescado é agregada a uma porção de atum tailandês ralado. A mistura entra na linha de produção de atum ralado de acordo com a proporção de 60 % atum tailandês e 40 % carne mecanicamente separada. O processo de enlatamento ocorre obrigatoriamente imediatamente após o processo de uniformização da estrutura muscular e da mistura com o atum tailandês. Nas Figuras 6 e 7 abaixo é possível constatar o funcionamento do processo para obtenção de CMS.

Figura 6 - Processo de limpeza do atum após o cozimento (a). Matéria-prima para CMS (b)



Fonte: Acervo pessoal do autor

Figura 7 - Carne mecanicamente separada (a). Espinhas separadas da matéria-prima (b).



Fonte: Acervo pessoal do autor

Após a limpeza completa do pescado, estes são mantidos em câmeras de armazenamento à temperatura de aproximadamente $16\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. O atum limpo segue para o enlatamento. Todavia, o músculo do atum deve ser enlatado o mais rápido possível para evitar reações de oxidação e alteração da coloração e do sabor.

1.2.9 Enlatamento

O produto proveniente da limpeza do atum apresenta estrutura muscular não uniforme, variando entre grandes pedaços compactos a pequenas lascas. A aparência do produto final enlatado depende da estrutura muscular que é submetida ao processo de enlatamento (GONÇALVES, 2011).

A GDC Alimentos comercializa atum enlatado sob três formas de apresentação. Estas seguem a norma padrão estabelecida pelo *Codex Alimentarius* atum sólido, atum em pedaço e atum ralado.

Figura 8 - Variações de apresentação de atum da Gomes da Costa



Fonte: Gomes da Costa, 2013

O enlatamento do músculo do atum limpo é realizado por equipamento de alta velocidade e de pressão moderada que realiza o corte e a compactação do produto no fundo das latas. Desta forma, o atum é colocado nas latas sob forma de pastilhas levemente prensadas.

Figura 9 - Equipamento utilizado para envase de atum sólido; Produto após o enlatamento



Fonte: Acervo pessoal do autor

1.2.10 Adição do líquido de cobertura

As propriedades organolépticas do produto final dependem de fatores influenciados por diferentes etapas da linha de produção. Uma das mais importantes é o líquido de cobertura, pois é essencial que este penetre efetivamente no músculo antes de chegar ao consumidor.

Como o atum encontra-se na lata de forma compacta, o líquido – previamente dosado - é despejado sob o músculo e a lata segue em um transportador de velocidade variável que a encaminha até a recravadeira.

Quando o atum que está sob processo de enlatamento é proveniente de matéria-prima que sofreu estocagem por salmoura, é necessário avaliar o teor de sal adicionado ao líquido de cobertura. Em vista disso, torna-se extremamente necessária a rastreabilidade eficiente do produto e da matéria-prima utilizada.

O mercado pesqueiro americano e europeu estabelecem que não há necessidade de adição de sal em conservas de atum em que os peixes foram congelados pelo sistema de salmoura na embarcação (GONÇALVES, 2011). Estes mercados atendem consumidores já habituados a consumo de teor de sódio reduzido, algo que órgãos como AVISA e Ministério da Saúde tendem a estabelecer nos próximos anos no Brasil.

Além do sal, são adicionados outros insumos. Pode-se encontrar no mercado produtos com óleo comestível, água - produto light, denominado “natural” pela Gomes da Costa -, molho de tomate, molho rose, caldo vegetal, entre outros. As formulações são mantidas em sigilo entre poucos funcionários de confiança.

Figura 10 - Atum enlatado com diferentes líquidos de cobertura



Fonte: Gomes da Costa, 2013

A relação de dosagem entre músculo e molho de cobertura depende dos padrões definidos por cada indústria. O Brasil não possui definido em sua legislação uma proporção permitida para este tipo de produto. Em geral, uma conserva de atum de qualidade deve obedecer à proporção de mínimo de 70 % músculo e 30 % líquido de cobertura, aproximadamente (GONÇALVES, 2011).

1.2.11 Recravação

O fechamento hermético das latas é realizado por equipamentos de alta velocidade que podem operar até 1.000 latas por minuto. A formação do vácuo é realizada por injeção de vapor na superfície do produto imediatamente antes do recebimento da tampa e da realização da recravação. Devido à uniformidade na dosagem do músculo, na dosagem do molho de cobertura e na formação do *head*

space, a obtenção do vácuo ocorre de forma efetiva. Logo após o fechamento das latas é feita a impressão dos dados do lote produzido em cada lata de forma automatizada.

A Gomes da Costa utiliza-se métodos simplificados para o controle de qualidade das latas recém recravadas. Devido ao processamento térmico que as latas serão submetidas posteriormente, as espinhas presentes no produto tornam-se mais macias e inofensivas à saúde do consumidor. Apesar de não haver a eliminação completa das espinhas do pescado, esta não é uma reclamação recorrente do Serviço de Atendimento ao Consumidor da indústria em questão (DA SILVA, 2013).

A detecção de defeitos visíveis da recravação é realizada manualmente por um operador que separa as latas com aspecto visual fora do padrão estabelecido. Além disso, testes destrutivos de pressão interna e verificação dos ganchos e sobreposição entre corpo e tampa da lata são realizados diariamente no laboratório de controle de qualidade da fábrica (DA SILVA, 2013).

2.2.1.12 Esterilização

A carne cozida de atum encontra-se em contato direto e levemente sob pressão na embalagem metálica. Por conseguinte, certas precauções devem ser tomadas para que não ocorra queima da carne e/ou formação de sabor indesejável devido ao excesso do tratamento térmico.

Na GDC Alimentos, as latas de um determinado lote são dispostas em baús de ferro e estes são inseridos em grandes autoclaves, como pode ser observado na Figura 11.

Figura 11 - Processo de esterilização em indústria pesqueira



Fonte: Gomes da Costa, 2013

O binômio tempo-temperatura é de extrema importância para garantir uma redução adequada da carga microbiana, de forma que o produto esteja seguro para

posterior consumo, além de manter propriedades sensoriais e nutricionais adequadas como mencionado anteriormente (AZEREDO, 2004).

Para definir o tempo e a temperatura a que o produto deve ser submetido, um estudo aprofundado é para cada tipo de produto. Na Tabela 3 abaixo é possível observar os binômios utilizados na indústria Gomes da Costa para seus produtos:

Tabela 2 – Binômio tempo temperatura para esterilização

Produto GDC	Tempo	Temperatura
Atum sólido óleo	51 minutos	118,5°C
Atum sólido natural	51 minutos	118,5°C
Atum ralado óleo	51 minutos	118,5°C
Atum ralado natural	35 minutos	118,5°C

Fonte: DA SILVA, 2013

Posteriormente à esterilização, são retiradas amostras de todos os lotes produzidos e estas são submetidas à análise sensorial. O laudo emitido pelo controle de qualidade é o fator limitante para o andamento do lote produzido para as etapas seguintes.

1.2.13 Embalagem secundária

Depois de esterilizadas, as latas são embaladas em caixas de papel cartão reciclável de forma semi-automatizada. Em seguida estas caixas são identificadas com lote, data de fabricação e data de validade (DA SILVA, 2013).

1.2.14 Armazenamento

As latas devem permanecer em um período de quarentena para que o líquido de cobertura seja completamente absorvido pelo produto. Em consequência, após este período, amostras devem ser retiradas do lote para realização de análises físico-químicas do produto final, além de análise sensorial – avaliando o peso drenado e se o produto atingiu seu sabor pleno, de maneira uniforme na lata e entre amostras do mesmo lote. Além disso, pode-se verificar se a embalagem encontra-se íntegra ou não, sugerindo atividade microbiana caso esta esteja estufada.

A Gomes da Costa realiza o período de quarentena “sob rodas”. Após a aprovação feita pelos analistas sensoriais, os produtos seguem para a expedição sem realização de análises após a quarentena (DA SILVA, 2013).

2 ATIVIDADES EXECUTADAS

2.1 Análise de histamina

A análise de histamina é realizada em toda matéria-prima de pescado que é recebida na empresa, ou seja, é feita em atum, sardinha, cavalinha, salmão e arenque. Além disso, a análise é feita em produtos finais que levam o nome da Gomes da Costa provenientes de fábricas terceirizadas, como empanado de merluza, lasanha de atum, torta de atum, mexilhão, e pizza de atum. O procedimento e a análise dos resultados encontram-se explanados abaixo.

Preparo do extrato:

1. Separar uma porção de músculo até obtenção de uma pasta homogênea;
2. Colocar em sacos plásticos identificados de acordo com a amostra;
3. Pesar em um tubo de ensaio $1 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ de amostra;
4. Adicionar 2 mL de metanol;
5. Homogeneizar as amostras no agitador de tubos;
6. Aquecer em banho-maria até fervura;
7. Centrifugar por aproximadamente 2 minutos em rotação de 300 rpm;
8. O líquido límpido sobrenadante é o que será aplicado na placa.

Preparo da placa:

1. Marcar as dimensões com lápis, tocando o menos possível na sílica;
 - i. Tudo que tocar a superfície da sílica deve ser limpo com álcool, como a régua, o estilete, entre outros
 - ii. O tamanho máximo da placa deverá ser de 10 cm x 10 cm
 - iii. Aplicar na placa: 10 μL de amostra/extrato, 3 μL de solução padrão, 5 μL de solução padrão e 10 μL de solução padrão
2. A cada aplicação feita deve-se secar a placa com secador de cabelo para realizar a evaporação do solvente.

Desenvolvimento da cromatografia:

1. Colocar acetona e hidróxido de amônia (proporção de 20 partes de acetona para 1 parte de amônia) no tanque de cromatografia;
 - i. A quantidade da mistura deve ser suficiente para cobrir o fundo do tanque com uma camada de aproximadamente 0,5 cm.
 - ii. A mistura deve ser preparada imediatamente antes de sua utilização

2. Adicionar graxa de silicone na tampa para evitar a entrada de umidade;
3. Deixar o tanque fechado, por alguns minutos para equilibrar a atmosfera;
4. Colocar a placa na cuba em contato com a mistura e fechar o recipiente;
5. Esperar até que o solvente tenha subido até aproximadamente 2 cm do topo da placa, este processo dura aproximadamente 20 minutos;
6. Retirar a placa com pinça metálica;
7. Secar a placa com secador de cabelo até eliminação completa de resíduos de amônia (sem odor de amônia), colocando também na estufa a 50 °C;

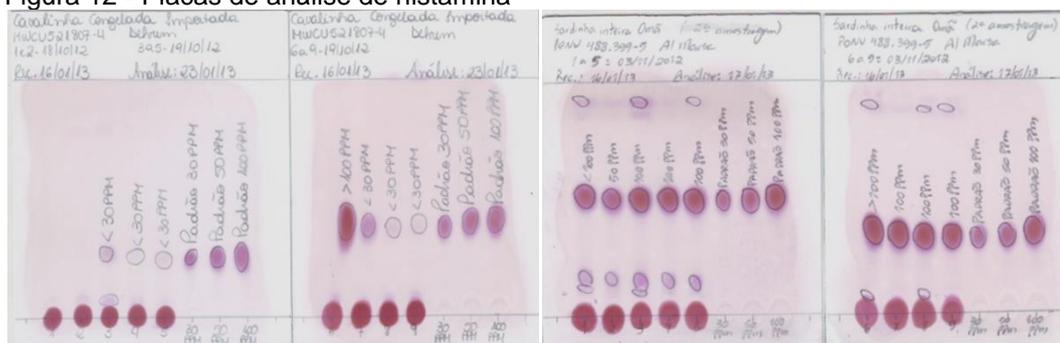
Visualização das aminas:

1. Pendurar a placa com pinça pela extremidade superior;
2. Borrifar solução de ninidrina 0,5 % em metanol;
3. Secar com secador até que se obtenha uma boa visualização da mancha correspondente ao padrão de amina.
 - i. As manchas correspondentes às aplicações de 3, 5 e 10 µL de padrão correspondem respectivamente a concentrações de 30, 50 e 100 ppm
 - ii. A cor das manchas na placa modifica-se rapidamente

Interpretação dos resultados:

1. As manchas dos padrões de 30, 50 e 100 ppm de histamina correm pela placa até determinada altura;
2. A presença de histamina na amostra é determinada se aparecer mancha na mesma altura do padrão;
3. A presença de aminas é determinada se na amostra aparecer manchas em alturas diferentes da correspondente à histamina;
4. A quantificação de histamina é feita em função da intensidade da cor da mancha, de forma comparativa aos padrões;

Figura 12 - Placas de análise de histamina



Fonte: DA SILVA, 2013

2.2 Desenvolvimento de metodologia para análise de cloreto de sódio em atum

Para realização da quantificação de sódio em pescado, a coleta de amostras foi executada na indústria Gomes da Costa, localizada na cidade de Itajaí.

Ao recepcionar uma embarcação que utiliza congelamento com salmoura como método de conservação do pescado, uma tina foi selecionada para realização da coleta. Peixes de diferentes estratificações da tina foram selecionados: três indivíduos do topo da tina, três indivíduos que estavam na metade da tina e três indivíduos do fundo.

Após a descarga, os indivíduos eram identificados - com etiqueta e fitilho amarrados no rabo peixe - e em seguida tinham sua temperatura e massa medidas. A temperatura deve ser medida inserindo o termômetro no meio do lombo do peixe, atingindo aproximadamente o centro do indivíduo.

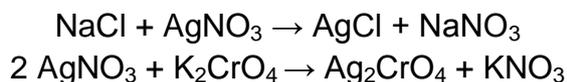
As amostras foram coletadas do lombo do pescado, de forma que a perfuração tivesse o menor diâmetro possível para minimizar a deterioração da carne exposta. As amostras foram acondicionadas em sacos plásticos previamente identificados com o código do indivíduo e com a etapa do processamento. Estes seguiram para um freezer, aonde permaneceram até a realização das análises.

Posteriormente à recepção do pescado, os indivíduos seguiram para a linha de produção separadamente dos demais lotes, de forma que a identificação permanecesse fixada a cada peixe. Após a recepção, foram coletadas amostras de cada indivíduo após o descongelamento e após o cozimento.

Para realização do enlatamento, a matéria-prima foi consubstanciada já que o equipamento requer uma grande quantidade de pescado para que o processo seja efetuado. Em seguida, o líquido de cobertura foi adicionado e a lata foi hermeticamente fechada. O produto esterilizado foi drenado por dois minutos – para retirada de excesso do óleo comestível - e em seguida era coletada uma amostra de $3\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$.

A metodologia adotada para a avaliação do teor de cloreto de sódio presente no pescado nas diferentes etapas do processamento foi Mohr. O método de Mohr é baseado na titulação de uma solução de sal de um halogênio – no caso, o cloreto de sódio – com solução de nitrato de prata (AgNO_3) em presença de cromato de potássio (K_2CrO_4) como indicador (Aleséev, 1981 *apud* DA CRUZ, 2010).

Ao final da titulação, todos os íons Ag^+ encontram-se depositados sob a forma de AgCl , seguido pela precipitação do cromato de prata (Ag_2CrO_4). A deposição do cromato de prata confere a coloração vermelho-tijolo, característica do fim da reação. Este processo ocorre de acordo com as reações sucessivas apresentadas a seguir (CRO, 2010).



O procedimento, passo a passo, pode ser constatado abaixo:

1. Pesar aproximadamente $3,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ da amostra, previamente homogeneizada, em cadinho de porcelana em duplicata;
2. Colocar cadinhos em estufa a $105 \text{ }^\circ\text{C}$ por 2 horas para realização de secagem;
3. Carbonizar amostra em chapa de aquecimento a $320 \text{ }^\circ\text{C}$ até não haver desprendimento de fumaça;
4. Incinerar amostra em forno mufla a $550 \text{ }^\circ\text{C}$ até obter cinzas de coloração uniforme;
 - i. As cinzas não podem apresentar pontos de carvão;
 - ii. O fim da incineração é identificado pela coloração branca;
 - iii. Anotar a disposição que os cadinhos se encontram na mufla ou identificá-los no fundo do cadinho com grafite, pois a tinta é removida à alta temperatura;

Figura 13 - Cadinhos dentro da mufla (a) e amostra após incineração (b)



Fonte: Acervo pessoal do autor

5. Deixar os cadinhos resfriando a temperatura ambiente;
6. Adicionar 2 a 3 gotas de ácido nítrico 10 % para realizar dissolução das cinzas e em seguida agitar;
7. Adicionar 10 mL de água deionizada quente;

8. Agitar e filtrar recebendo o filtrado em balão volumétrico de 100 mL;
9. Lavar cadinho com água deionizada, despejando a água no filtro;
10. Completar volume do balão volumétrico com água deionizada;
11. Agitar e homogeneizar bem a solução;
12. Transferir a solução para um béquer de 250 mL;
13. Levar béquer à geladeira para resfriar;
14. Medir o potencial hidrogeniônico (pH) da solução;
 - i. A temperatura deve estar em aproximadamente 20 °C;
 - ii. Caso o pH esteja menor do que 7,0 adicionar hidróxido de sódio 0,1 N e medir o pH novamente;
15. Transferir solução para erlenmeyer de 250 mL;
16. Adicionar 1 mL de solução de cromato de potássio 5 % em massa e agitar;
17. Titular solução com nitrato de prata 0,1 N até ocorrer viragem da coloração;
 - i. A viragem de cor amarela para cor laranja é muito branda, portanto é importante adicionar AgNO_3 lentamente e agitar constantemente;

Figura 14 – Coloração das soluções antes e após o processo de titulação



Fonte: Acervo pessoal do autor

18. Anotar o volume de AgNO_3 gasto na titulação;
19. Com os dados coletados da análise, é possível quantificar o teor de sódio da amostra de acordo com a seguinte equação (1):

$$\text{Teor de cloretos de NaCl} = \frac{V \times f \times 0,585}{m} \quad [\text{g NaCl}/100 \text{ g amostra}] \quad (1)$$

Onde,
 V = volume gasto de AgNO_3 na titulação (mL);
 f = fator de correção de AgNO_3 0,1 N;
 m = massa da amostra (g);

Os parâmetros coletados e os resultados obtidos nas análises realizadas encontram-se no Apêndice A deste trabalho.

O procedimento utilizado em laboratório foi submetido a duas comparações de resultados para fins de validação das alterações realizadas no procedimento. Na primeira comparação, foi enviado ao Laboratório de Análises Físico-Químicas LABCAL/NUFIQ, localizado na UFSC – que realiza a quantificação de sódio pelo método de Mohr - latas de atum ralado natural e atum ralado em óleo comestível. No processo de cotejo subsequente, amostras de cavalinha ao molho de tomate foram enviadas ao Centro Tecnológico de Análise de Alimentos – CETAL – localizado em Mogi das Cruzes, São Paulo, que utiliza como método analítico a espectrometria de absorção atômica.

O método analítico de Mohr sofreu alterações em suas etapas de acordo com a demanda do procedimento. As duplicatas das amostras apresentavam valores discrepantes entre si, que ratificava a pouca precisão das análises realizadas. No primeiro momento, as amostras incineradas eram diluídas em 250 ml. Porém, percebeu-se que esta poderia ser uma das etapas que originavam erro. Como o percentual de cloreto de sódio mostrou ser muito pequeno nas amostras em questão – menor do que 1% -, qualquer perda de amostra na solução diluída representaria um erro grande no resultado final. Desta forma, testou-se uma diluição menor, que demonstrou ser bem-sucedido já que a divergência entre as duplicatas diminuiu. Assim sendo, adotou-se a diluição em 100 ml.

Conjuntamente à diluição de 250 ml, a amostra de pescado pesada era de 2 gramas. Novamente, percebeu-se que qualquer perda da amostra durante o procedimento acarretaria em um erro embutido indesejável no teor de sódio ao fim da titulação. Testou-se realizar a análise com 5 gramas de amostra. Porém, a amostra carbonizada transbordou do cadinho de porcelana no forno mufla – devido ao tamanho reduzido do recipiente. Buscando um peso intermediário, para assim minimizar a possível perda de massa da amostra, explorou-se a possibilidade de pesar 3 gramas. Este peso mostrou-se efetivo, de forma que não ocorreu perda de massa para o exterior do cadinho e, juntamente à menor diluição conforme descrito anteriormente, demonstrou um desvio ínfimo entre os resultados obtidos.

O procedimento utilizado em laboratório foi submetido a duas validações. No primeiro processo, foi enviado ao Laboratório Físico-Químico LABCAL/UFSC latas de atum ralado natural e atum ralado em óleo comestível. No laboratório do controle de qualidade da GDC Alimentos realizou-se análise de cloreto de sódio, pelo método de Mohr de acordo as modificações apresentadas, de atum ralado natural e atum ralado em óleo comestível do mesmo lote. O resultado obtido e a comparação com o laudo encontram-se na Tabela 3 abaixo.

Tabela 3 - Validação do método utilizado em laboratório para as análises deste trabalho

Amostra	Laudo LABCAL UFSC	Laudo GDC Alimentos	Erro
Atum ralado em óleo	1,2g NaCl/100g produto	1,1g NaCl/100g produto	8,3%
Atum ralado natural	1,1g NaCl/100g produto	1,1g NaCl/100g produto	0,0%

Fonte: Elaborado pelo autor

No processo de validação subsequente, amostras de Cavalinha ao molho de tomate foram enviadas ao CETAL – Centro Tecnológico de Análise de Alimentos -, que utilizou como método analítico a espectrometria de absorção atômica. A metodologia usada para obtenção do laudo apresenta altíssima precisão em relação à quantificação de sódio, ao contrário do método analítico de Mohr. Este último apresenta diversos erros embutidos – como imprecisão de vidrarias, analista atuante, possíveis perdas de amostra, entre outros.

Além disso, ao utilizar a metodologia de Mohr quantifica-se o sódio que está ligado exclusivamente ao cloro. Para fins de comparação com o laudo do CETAL é necessário considerar que praticamente todo sódio presente na amostra encontra-se na configuração de cloreto de sódio. Com isso, abaixo na Tabela 4 é possível observar os resultados obtidos em ambas as análises e o erro percentual entre as diferentes metodologias.

Tabela 4 - Segundo processo de validação do método utilizado em laboratório para as análises deste trabalho

Amostra	Laudo CETAL	Laudo GDC Alimentos	Erro
Cavalinha - molho de tomate	0,27g Na/100g produto	0,22g Na/100g produto	18%

Fonte: Elaborado pelo autor

Em virtude à grande diferença de precisão entre as metodologias utilizadas no último processo de validação e à consideração de que todo sódio presente na amostra está ligado ao cloro – que engloba um erro no resultado final -, conclui-se que a metodologia utilizada nas análises para este estudo é aceitável e reproduz resultados satisfatórios.

3 CONCLUSÃO

O estágio curricular realizado na GDC Alimentos atingiu as expectativas iniciais. A vivência na indústria comprovou que os conhecimentos adquiridos na graduação são de grande valia. O contato com funcionários de diferentes formações e com operários auxiliou na visão da linha de produção sob diferentes pontos de vista. Os desafios do dia a dia colocaram em prova além de conhecimentos técnicos, como conhecimento de gestão e hierarquia.

A empresa não apresenta um programa de estágio pré-determinado, o que dificulta o aproveitamento do curto tempo de trabalho, pois muitas vezes o estagiário não desenvolve atividades coerentes com sua formação. Porém, há a possibilidade de demonstração de pró-atividade e uma maior liberdade para desenvolver atividades distintas.

REFERÊNCIAS

AZEREDO, Henriette Monteiro Cordeiro de. **Fundamentos de estabilidade de alimentos**. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2004.

CRO, K. **Determinação de Cloretos em Água (Método de Mohr)**. 2010.

DA CRUZ, Juliana Nogueira; CLAIN, Almir Faria. A Interferência do pH na Análise de Cloreto pelo Método de Mohr.

DA SILVA, Camila. Depoimento. 21 de janeiro, 2013. Depoimento concedido a Giselle Xavier da Rosa.

FAO/OMS, 1981. **Codex standart for canned tuna and bonito**. Codex Stan 70-1981. Disponível em: <http://codexalimentarius.org> Acesso em 28 abril de 2013.

Gomes da Costa. Disponível em <http://gomesdacosta.com.br>. Acesso em abril de 2013.

GONÇALVES, A. A. Tecnologia do Pescado—Ciência e Tecnologia, Inovação e Legislação. **Livraria Atheneu: São Paulo**, 2011.

APÊNDICE A – ANÁLISE DE CLORETO DE SÓDIO EM PESCADO PELO MÉTODO DE MOHR

1. Temperatura medida nos indivíduos de pescado coletados para análise logo após a etapa de recepção e anteriormente ao descongelamento e a massa de cada peixe

Localização	Indivíduo	Massa (g)	Temperatura na recepção (°C)	Temperatura anterior ao descongelamento (°C)
Topo da tina	1	4,015	- 10	- 12,2
	2	3,975	- 9,4	- 13,0
	3	3,893	- 10	- 12,0
	4	4,003	- 9,6	- 13,2
Meio da tina	5	3,883	- 9,4	- 11,8
	6	3,920	- 9,0	- 12,0
	7	3,889	- 9,4	- 11,8
Fundo da tina	8	4,037	- 9,6	- 12,1
	9	4,127	- 8,6	- 11,9

2. Parâmetros da amostras utilizadas nas análises e resultado obtido para teor de cloreto de sódio após a etapa de recepção do pescado

Indivíduo	Massa (g)	Volume gasto (mL)	g NaCl/100 g	Média g NaCl/100 g
1	3,019	2,1	0,41	0,42
1'	3,078	2,3	0,44	
2	3,139	1,2	0,22	0,21
2'	3,025	1,1	0,21	
3	3,086	0,9	0,17	0,16
3'	3,001	0,8	0,16	
4	3,098	0,4	0,08	0,08
4'	3,098	0,5	0,09	
5	3,187	1,0	0,18	0,18
5'	3,281	1,0	0,18	
6	3,144	0,8	0,15	0,15
6'	3,119	0,8	0,15	
7	3,001	0,5	0,097	0,096
7'	3,084	0,5	0,095	
8	3,032	0,3	0,058	0,058
8'	3,012	0,3	0,058	
9	3,157	0,8	0,15	0,17
9'	3,020	1,0	0,19	

3. Parâmetros da amostras utilizadas nas análises e resultado obtido para teor de cloreto de sódio após o descongelamento

Indivíduo	Massa (g)	Volume gasto (mL)	g NaCl/100 g	Média g NaCl/100 g
1	3,032	1,1	0,21	0,22
1'	3,044	1,2	0,23	
2	3,178	1,2	0,22	0,22
2'	3,081	1,2	0,23	
3	3,079	0,6	0,11	0,10
3'	3,181	0,5	0,09	
4	3,073	1,0	0,19	0,19
4'	3,145	1,1	0,20	
5	3,064	1,0	0,19	0,20
5'	3,103	1,1	0,21	
6	3,256	0,5	0,089	0,088
6'	3,312	0,5	0,088	
7	3,033	1,0	0,19	0,21
7'	3,052	1,2	0,23	
8	2,989	0,3	0,059	0,058
8'	3,023	0,3	0,058	
9	2,997	0,3	0,058	0,058
9'	2,997	0,3	0,059	

4. Parâmetros da amostras utilizadas nas análises e resultado obtido para teor de cloreto de sódio após a etapa do cozimento

Indivíduo	Massa (g)	Volume gasto (mL)	g NaCl/100 g	Média g NaCl/100 g
1	3,065	2,3	0,44	0,45
1'	3,109	2,5	0,47	
2	3,159	2,7	0,50	0,47
2'	3,166	2,4	0,44	
3	3,156	2,5	0,46	0,45
3'	3,123	2,4	0,45	
4	3,080	2,2	0,42	0,41
4'	3,060	2,1	0,40	
5	3,007	3,0	0,58	0,58
5'	3,121	3,1	0,58	
6	3,169	2,3	0,42	0,41
6'	3,091	2,1	0,40	
7	3,102	1,8	0,34	0,33
7'	3,143	1,7	0,32	
8	3,036	1,5	0,29	0,29
8'	3,131	1,6	0,30	
9	3,098	3,7	0,70	0,72
9'	3,059	3,9	0,75	

5. Quadro comparativo entre os resultados obtidos para as diferentes etapas a partir da média entre as duplicatas

Indivíduo	Recepção [g NaCl/100 g]	Descongelamento [g NaCl/100 g]	Cozimento [g NaCl/100 g]
1	0,14	0,36	0,095
2	0,17	0,24	0,20
3	0,21	0,25	1,0
4	0,12	0,13	0,61
5	0,24	0,28	0,89
6	0,15	0,39	0,72
7	0,11	1,0	0,66
8	0,25	0,29	0,57
9	0,17	0,57	0,66