

# Influência do aquecimento sobre diferentes métodos de titulação de SO<sub>2</sub> residual em camarões *Litopenaeus vannamei* (Boone, 1931)

Karla Patrícia Brito de Araújo Vieira, Lílian Maria Nery de Barros Góes, Paulo de Paula Mendes, Alfredo Olivera Galvez e Emiko Shinozaki Mendes\*

Departamento de Medicina Veterinária, Universidade Federal Rural de Pernambuco, Av. Dom Manoel de Medeiros, s/n, 52171-900, Dois Irmãos, Recife, Pernambuco, Brasil. \*Autor para correspondência. E-mail: esmendes@yahoo.com.br

**RESUMO.** O metabissulfito de sódio é o conservante mais aplicado na carcinicultura, com uso amparado em legislações vigentes no país, todavia, seu resíduo, dióxido de enxofre (SO<sub>2</sub>), em concentrações altas, pode provocar reações adversas à saúde. Este estudo foi desenvolvido com a finalidade de observar a influência do aquecimento sob diferentes métodos de titulação de SO<sub>2</sub> residual em camarões *Litopenaeus vannamei*. Os camarões foram submetidos a nove concentrações de metabissulfito de sódio e avaliados com diferentes métodos de detecção de SO<sub>2</sub>. O método da titulação Adolfo Lutz adaptado apresentou grande sensibilidade para detecção de SO<sub>2</sub> residual. O método da titulação iodométrica com aquecimento possibilitou a detecção de maiores níveis de SO<sub>2</sub>, quando comparado ao método sem o aquecimento. O aquecimento interferiu negativamente no método da fita reativa. Conclui-se que o aquecimento influenciou positivamente a titulação iodométrica, não ocorrendo o mesmo com a fita reativa.

**Palavras-chave:** *Litopenaeus vannamei*, metabissulfito de sódio, titulação, aquecimento, dióxido de enxofre.

**ABSTRACT.** Influence of heating under different titration methods of residual SO<sub>2</sub> on shrimps *Litopenaeus vannamei* (Boone, 1931). Sodium metabisulfite is the most applied preservative in shrimp culture, with its use supported by current legislation; however, its residue, sulfur dioxide (SO<sub>2</sub>), in high concentrations can provoke adverse health reactions. This study evaluated the influence of heating under different methods of residual SO<sub>2</sub> titration in *Litopenaeus vannamei*. Shrimps were treated with nine concentrations of sodium metabisulfite and evaluated by different methods of SO<sub>2</sub> titration. The adapted Adolfo Lutz titration method presented the highest sensitivity for the detection of SO<sub>2</sub>. The method of iodometric titration with heating made possible the detection of higher levels of SO<sub>2</sub>, when compared to the same method without heating. The heating influenced negatively on the reactive ribbon method. It is concluded that the heating influenced positively on the iodometric titration, as opposed to the reactive ribbon.

**Key words:** *Litopenaeus vannamei*, sodium metabisulfite, titulation, heating, sulfur dioxide.

## Introdução

A carcinicultura marinha, no Brasil, representa atividade de grande rentabilidade, a fim de atrair investimentos e contribuir para o crescimento econômico do agronegócio. Esta atividade adquiriu caráter empresarial com a introdução e adaptação do camarão marinho (*Litopenaeus vannamei*) que garantiu em pouco mais de uma década um extraordinário crescimento, posicionando o Brasil entre os principais produtores mundiais. De acordo com Rocha *et al.* (2004), a região nordeste do Brasil destaca-se como principal produtor nacional, sendo responsável por 95,2% da produção. A carcinicultura incrementou a economia da região, principalmente quanto à geração de empregos e ao aumento das exportações do setor.

Por ser um produto alimentar nobre e de alto custo, boa parte da produção nacional é voltada para o mercado externo. Esses mercados consumidores são muito rigorosos quanto aos aspectos organolépticos, carga microbiana, resíduo de antibiótico e concentrações residuais de metabissulfito de sódio. A melanose, também conhecida como mancha preta ou *black spot*, destaca-se como um dos principais defeitos na apresentação do produto, desvalorizando seu valor comercial e seu aspecto visual, apesar de não denotar contaminação microbiológica ou perda de qualidade nutricional. Para evitar o surgimento da melanose “*pos-mortem*” no camarão, bem como para outros produtos alimentares sujeitos ao enegrecimento oxidativo, faz-se necessária a adição de sulfitos.

O uso do metabissulfito de sódio está amparado em várias legislações vigentes no país. No entanto, o seu principal resíduo, o dióxido de enxofre (SO<sub>2</sub>), quando em concentrações altas no alimento pode provocar reações adversas à saúde dos consumidores sensíveis. Um limite máximo da concentração de SO<sub>2</sub> residual é estipulado pelos países importadores, variável de acordo com o mercado, situando-se na faixa de 40 a 100 ppm (Brasil, 1976; Brasil, 1978; Anvisa, 2001; FDA, 1998).

Por não haver um consenso a respeito da concentração mais eficaz e que resulte em uma concentração residual dentro dos limites estabelecidos por lei, a aplicação de metabissulfito de sódio em camarões, após a despesca, varia muito de um produtor para outro. Essa falta de uniformidade na aplicação resulta em camarões com níveis variados de SO<sub>2</sub>, que, quando elevado, pode ser rejeitado pelas exigências do mercado e, quando baixo, perder a qualidade pela melanose. Métodos de detecção de SO<sub>2</sub> residual de baixo custo, de fácil execução e que garantam resultados rápidos e confiáveis devem ser aprimorados, no intuito de possibilitar maior controle do processo e possíveis ações corretivas antes da comercialização, a fim de evitar desperdícios e diminuir os prejuízos da produção. Diante do exposto, analisou-se a sensibilidade dos diferentes métodos de detecção de SO<sub>2</sub> residual, assim como a interferência do aquecimento das amostras sobre os resultados.

## Material e métodos

Camarões marinhos *L. vannamei* de classificação 81/100, obtidos de um viveiro de cultivo comercial do estado de Pernambuco, foram submetidos à aplicação de diferentes concentrações do metabissulfito de sódio durante o choque térmico. Utilizaram-se concentrações 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5; 4; 4,5 e 5% do conservante, durante os tempos de exposição 10, 15, 20, 25 e 30 min. Após a imersão no conservante, os camarões foram armazenados e acondicionados, individualmente, em caixas térmicas com gelo reciclável a, aproximadamente, 5°C. As amostras foram, imediatamente, transportadas ao Laboratório de Inspeção de Carne e Leite (LICAL) do Departamento de Medicina Veterinária da Universidade Federal de Pernambuco (UFRPE), onde permaneceram armazenadas em congelador doméstico até a realização das análises, totalizando 49,5 kg de camarões marinhos, divididos em 45 amostras de 1.100 g cada. As análises laboratoriais foram realizadas no LICAL (UFRPE) e no Laboratório de Experimentação e Análise de Alimentos (LEAAL) do Departamento de Nutrição

da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE).

Foram realizados três métodos de análise para detecção do dióxido de enxofre residual: titulação iodométrica (sem aquecimento - MTIs/a e com aquecimento - MTIc/a), método adaptado da titulação de SO<sub>2</sub> em suco descrito no Instituto Adolfo Lutz (São Paulo, 1985) (MTAL), método da fita reativa (sem aquecimento - MFRs/a e com aquecimento - MFRc/a). Todas as amostras foram analisadas, totalizando 90 amostras, das quais 45 foram analisadas no LEAAL, pelo método MTAL, e 45 no LICAL, pelos métodos MTIs/a, MTIc/a, MFRs/a e MFRc/a.

Determinou-se a concentração residual de SO<sub>2</sub> pelo método de titulação para sucos, conforme descrito nas normas analíticas (São Paulo, 1985), adaptado para o camarão no LEAAL da UFPE. Cada amostra, constituída de 50 g de camarão inteiro, foi ligeiramente triturada e homogeneizada com 50 mL de metanol e 15 mL de ácido fosfórico concentrado (84-85%) no balão I. No balão II, adicionaram-se 50 mL de solução 0,1 N hidróxido de sódio (NaOH). Foram preparadas duas soluções com 60 mL de água destilada, 10 mL de peróxido de hidrogênio a 0,2% (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) e cinco gotas de uma mistura de indicadores (vermelho de metila 0,03% e azul de metileno a 0,05%), ambos em etanol absoluto na proporção 1:1. Acondicionaram-se as soluções em dois balões (III e IV) acoplados ao aparelho e, posteriormente, realizou-se a titulação destas com hidróxido de sódio a 0,1 N até a viragem para a cor verde.

Quando o aparelho estava completamente montado (Figura 1), foram ligados o gás nitrogênio e o aquecimento (bico de Bunsen). Após o início da ebulição e a viragem da solução para a coloração roxa, contaram-se 15 min.. As soluções dos balões III e IV foram transferidas para um erlenmeyer de 500 mL para titulação com hidróxido de sódio 0,1 N até a viragem para a cor verde. A concentração de SO<sub>2</sub>, em ppm, foi obtida utilizando-se a seguinte fórmula:

$$C_{SO_2} = V \times F \times E_g \times N/P \quad (1)$$

em que:

$C_{SO_2}$  - concentração de SO<sub>2</sub> residual em ppm;

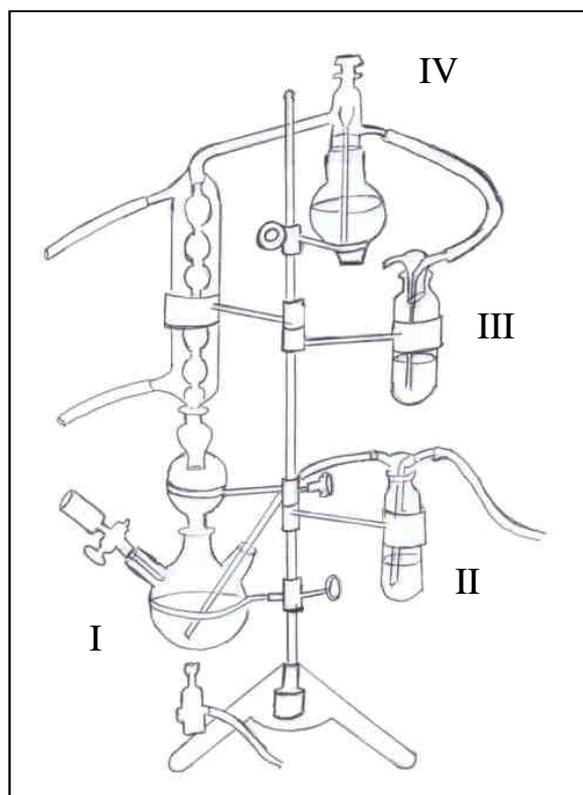
V - volume em mililitro gasto na titulação com NaOH 0,1 N;

F - fator da solução de NaOH;

$E_g$  - equivalente grama do enxofre (3,2);

N - normalidade da solução NaOH;

P - peso em grama da amostra.



**Figura 1.** Desenho esquemático do aparelho de destilação.

*Figure 1.* Schematic drawing of distillation device.

As titulações iodométricas, com e sem aquecimento, foram realizadas seguindo-se o método descrito pela Empresa de Armazenamento Frigorífico – Empaf (Empaf, 2003). Para a titulação iodométrica sem aquecimento (MTIs/a), 45 amostras de camarão inteiro (cefalotórax e cauda), variando de 45 a 50 g, foram trituradas com tesoura em uma placa de Petri, pesadas e, posteriormente, transferidas para um erlenmeyer de 250 mL. Adicionaram-se 100 mL de água destilada e após 10min de descanso com homogeneizações intermitentes a cada 3 min., transferiram-se 10 mL da solução para um béquer, onde foram adicionados 1,4 mL de ácido clorídrico 1 N e 1 mL de solução de amido a 1%. A titulação foi realizada com iodo e bicarbonato 0,02 N até a viragem para a coloração azul.

Para a titulação iodométrica com aquecimento (MTIc/a), seguiu-se o mesmo procedimento supracitado; todavia, após a retirada da alíquota para realização do MTIs/a, as mesmas amostras homogeneizadas em água destilada foram aquecidas com bico de Bunsen durante 10 min. depois de atingir o ponto de fervura. No total, foram realizadas 90 titulações, visto que as amostras depois de analisadas pelo método de titulação iodométrica sem

aquecimento (MTIs/a) foram aquecidas e tituladas novamente, seguindo o método da titulação iodométrica com aquecimento (MTIc/a). Obteve-se a concentração de SO<sub>2</sub>, em ppm, pela seguinte fórmula:

$$C_{SO_2} = 5000 V/P \quad (2)$$

em que:

$C_{SO_2}$  - concentração de SO<sub>2</sub> residual em ppm;

V - volume em mililitro gasto na titulação com solução de bicarbonato e iodo N/63;

P - peso em grama da amostra.

A análise do dióxido de enxofre residual utilizando a fita reativa Merckoquant® da Merck foi realizada a partir da mesma amostra processada na titulação iodométrica sem aquecimento (MTIs/a) e com aquecimento (MTIc/a). A fita foi imersa na solução de camarão e água destilada contida no erlenmeyer, por 30 s. A reação colorimétrica obtida foi comparada com a escala contida no produto, seguindo as recomendações do fabricante.

Utilizou-se o modelo matemático abaixo descrito para correlacionar a concentração de SO<sub>2</sub> residual nos camarões, em função das concentrações de metabissulfito de sódio testadas na solução de imersão, do tempo de imersão dos camarões nas soluções e dos métodos de detecção realizados (fita reativa com e sem aquecimento, titulação adaptada do Instituto Adolfo Lutz e titulação iodométrica com e sem aquecimento).

$$C_{SO_2i}^\lambda = \beta_0 + \beta_1 MFRs/a_i + \beta_2 MFRc/a_i + \beta_3 MTIs/a_i + \beta_4 MTIc/a_i + \beta_5 Timer_i + \beta_6 CMeta_i + \varepsilon_i \quad (3)$$

em que:

$C_{SO_2}$  - concentração de dióxido de enxofre residual no camarão;

$\lambda$  - fator de transformação de Box e Cox (1964);

$\beta_0, \beta_1 \dots \beta_6$  - parâmetros do modelo;

MFRs/a - método da fita reativa sem aquecimento;

MFRc/a - método da fita reativa com aquecimento;

MTIs/a - método da titulação iodométrica sem aquecimento;

MTIc/a - método da titulação iodométrica com aquecimento;

Timer - Tempo de imersão;

CMeta - concentração do metabissulfito de sódio na solução;

$\varepsilon_i$  - erro associado a i-ésima observação.

Os diferentes métodos de detecção de SO<sub>2</sub>, MFR

com e sem aquecimento, MTAL e MTI com e sem aquecimento, foram inseridos no modelo em forma de sistema binário. Utilizou-se o processo de *Stepwise*, estabelecendo-se como padrão a estatística “F” de Snedecor de entrada e saída em quatro para selecionar as variáveis dependentes significativas no modelo. Associado ao processo de *Stepwise*, utilizou-se o transformador de Box e Cox (Box e Cox, 1964) à variável resposta, objetivando minimizar a soma dos quadrados dos resíduos. Utilizou-se o teste de D’Agostino e Pearson, de acordo com Zar (1999), para verificar se as pressuposições de normalidade não foram violadas em decorrência das transformações. Os parâmetros dos modelos e o uso de diferentes testes de normalidade foram estimados pelo programa computacional Syseapro, versão  $\beta$ . Também foi utilizado o programa Excel para obtenção de gráficos.

## Resultados e discussão

Ao correlacionar a concentração de SO<sub>2</sub> residual em função das concentrações de metabissulfito de sódio na solução de imersão (1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5; 4; 4,5 e 5%), do tempo de imersão dos camarões nas soluções (10, 15, 20, 25 e 30 min.) e dos métodos de detecção de SO<sub>2</sub> residual utilizados (MFRc/a, MFRs/a, MTAL, MTIc/a e MTIs/a), verificou-se a minimização da soma dos quadrados dos resíduos ou maximização R<sup>2</sup> ao utilizar o transformador logaritmo. Portanto, pode-se escrever a equação da seguinte forma:

$$\hat{C}_{SO_2} = e^{(5,4152 - 1,5005 MFRs/a - 1,9643 MFRc/a - 0,8846 MTIs/a - 0,8897 MTIc/a + 0,1632 CMeta)} \quad (4)$$

$$R^2 = 81,68\%$$

em que:

C<sub>SO<sub>2</sub></sub> - concentração de dióxido de enxofre residual no camarão;

MFRs/a - método da fita reativa sem aquecimento;

MFRc/a - método da fita reativa com aquecimento;

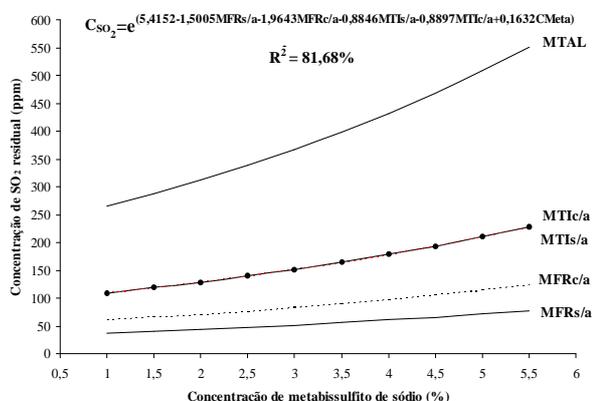
MTIs/a - método da titulação iodométrica sem aquecimento;

MTIc/a - método da titulação iodométrica com aquecimento;

CMeta - concentração do metabissulfito de sódio na solução.

Por conseguinte, ao se considerar estatisticamente apropriada a relação entre a concentração de SO<sub>2</sub> residual em função das concentrações de metabissulfito de sódio na solução de imersão, do tempo de imersão

dos camarões nas soluções e dos métodos de detecção de SO<sub>2</sub> residual utilizados, pode-se representá-la graficamente (Figura 2).



**Figura 2.** Relação entre a concentração de SO<sub>2</sub> residual e as concentrações de metabissulfito de sódio e os diferentes métodos de detecção de SO<sub>2</sub> residual.

**Figure 2.** Relation between the residual SO<sub>2</sub> concentration and the sodium metabisulfite concentrations with different methods of residual SO<sub>2</sub> detection.

Verificou-se que dentre as variáveis incluídas no modelo (CMeta, Timer, MFRs/a, MFRc/a, MTIs/a, MTIc/a e MTAL), apenas a concentração de metabissulfito na solução de imersão e os métodos de detecção de SO<sub>2</sub> foram significativos ( $p < 0,05$ ), pois permaneceram os mesmos. Ressalta-se que existiu diferença entre os métodos avaliados, em que para uma mesma amostra, a concentração de SO<sub>2</sub> residual assumiu valores diferenciados (Tabela 1).

**Tabela 1.** Médias dos valores de SO<sub>2</sub> residual (ppm), determinados pelos diversos métodos em camarões marinhos *Litopenaeus vannamei*, submetidos a nove diferentes concentrações de metabissulfito de sódio.

**Table 1.** Averages of residual SO<sub>2</sub> (ppm) values determined by several methods in shrimps *Litopenaeus vannamei* submitted to nine different concentrations of sodium metabisulfite.

C. Mb <sup>1</sup> (%)	MFRs/a <sup>2</sup> (ppm)	MFRc/a <sup>3</sup> (ppm)	MTIs/a <sup>4</sup> (ppm)	MTIc/a <sup>5</sup> (ppm)	MTAL <sup>6</sup> (ppm)
1	80 ± 0	52 ± 22,24	129,26 ± 17,82	146,03 ± 75,87	140,11 ± 25,76
1,5	80 ± 0	30 ± 17,58	123,53 ± 34,14	152,41 ± 43,21	223,42 ± 111,71
2	80 ± 0	38 ± 5,56	135,44 ± 24,75	106,74 ± 46,74	322,25 ± 160,17
2,5	80 ± 0	42 ± 13,62	170,08 ± 37,10	130,10 ± 29,34	412,46 ± 183,38
3	80 ± 0	64 ± 27,24	166,31 ± 24,74	148,03 ± 45,88	371,28 ± 145,19
3,5	80 ± 0	64 ± 27,24	173,72 ± 23,00	150,27 ± 22,86	478,37 ± 101,17
4	80 ± 0	64 ± 27,24	120,83 ± 25,23	163,68 ± 132,06	590,07 ± 206,05
4,5	96 ± 32,42	72 ± 22,24	178,19 ± 47,89	220,97 ± 46,08	608,20 ± 279,89
5	84 ± 11,12	80 ± 0	201,37 ± 31,71	237,67 ± 75,31	675,98 ± 194,21

Em que: <sup>1</sup>C. Mb - concentração de metabissulfito de sódio; <sup>2</sup>MFRs/a - método da fita reativa sem aquecimento; <sup>3</sup>MFRc/a - método da fita reativa com aquecimento; <sup>4</sup>MTIs/a - método de titulação iodométrica sem aquecimento; <sup>5</sup>MTIc/a - método de titulação iodométrica com aquecimento; <sup>6</sup>MTAL - método adaptado de titulação do Instituto Adolfo Lutz.

Where: <sup>1</sup>C. Mb - sodium metabisulfite concentration; <sup>2</sup>MFRs/a - method of reactive ribbon without heating; <sup>3</sup>MFRc/a - method of reactive ribbon with heating; <sup>4</sup>MTIs/a - method of iodometric titration without heating; <sup>5</sup>MTIc/a - method of iodometric titration with heating; <sup>6</sup>MTAL - Adolfo Lutz Institute adapted titration method.

Analisando o gráfico da Figura 2 e os valores médios de SO<sub>2</sub> residual, obtidos pelos diferentes métodos de detecção (Tabela 1), observou-se que a maioria dos valores encontrados está acima do

permitido pela legislação (100 ppm). Destaca-se que as concentrações de metabissulfito de sódio testadas no experimento são usualmente consideradas “fracas” e ineficientes pelos produtores, sendo observado na prática o uso de concentrações muito superiores (cerca de 10%) para prevenção da melanose.

Os resultados do SO<sub>2</sub> residual, obtidos pelo método da fita reativa (MFRs/a e MFRc/a), foram uma exceção, pois praticamente todas concentrações de SO<sub>2</sub> residual permaneceram abaixo de 100 ppm. Não houve variação nos resultados, mesmo quando existiu aumento nas concentrações das soluções de metabissulfito de sódio, o que denota a pouca sensibilidade do teste.

Os métodos de detecção residual de SO<sub>2</sub> realizados, nesta pesquisa, diferenciaram quanto à obtenção de sulfitos livres e combinados no camarão inteiro. Segundo Taylor *et al.* (1986), o sulfito livre é obtido quando a amostra é acidificada, procedimento este realizado no método da titulação iodométrica sem aquecimento (MTIs/a). Ainda de acordo com os mesmos autores, a acidificação combinada ao aquecimento mobiliza os sulfitos livres e parte dos sulfitos combinados. As amostras analisadas pelos métodos da titulação iodométrica com aquecimento (MTIc/a) e da titulação adaptada do Instituto Adolfo Lutz (MTAL) sofreram este tipo de tratamento.

Nos resultados (Figura 2 e Tabela 1), observou-se que as amostras que foram acidificadas e aquecidas (MTAL, MTIc/a) demonstraram, em média, maior detecção de SO<sub>2</sub> residual, quando comparadas ao método que usou apenas a acidificação (MTIs/a). Demonstrou-se que a obtenção do SO<sub>2</sub> residual aumentou em cerca de 4,09%, no MTIc/a, e em 177,81%, no MTAL, quando comparado ao MTIs/a, corroborando as afirmações de Pizzoferrato *et al.* (1998), que utilizaram a extração de sulfitos combinados apenas em métodos nos quais há junção do pH ácido com o aquecimento.

No método da fita reativa sem aquecimento (MFRs/a), as amostras não sofreram nenhum tipo de interferência e a obtenção de SO<sub>2</sub> residual foi praticamente constante, independentemente da concentração da solução de metabissulfito de sódio. Após o aquecimento da amostra, repetiu-se o método da fita reativa (MFRc/a) e constatou-se decréscimo de 31,62% nas obtenções de SO<sub>2</sub> residual. Acredita-se que por esta adaptação não estar de acordo com as especificações do produto (fita reativa Merckoquant<sup>®</sup> da Merck), o aquecimento da amostra tenha interferido negativamente na reação colorimétrica da fita.

Dentre os métodos utilizados, o MTAL foi considerado o método mais sensível à detecção de SO<sub>2</sub> residual nas amostras de camarão. Sua técnica é mais laboriosa e requer equipamentos específicos. Apesar de ter sido elaborado para titulação de sucos, foi adaptado para o camarão no LEAAL, sendo considerado um método muito confiável, uma vez que combina a acidificação com o aquecimento em circuito fechado.

É importante salientar que o limite de SO<sub>2</sub> residual (100 ppm) está mencionado na legislação apenas para a musculatura do camarão. Em alguns métodos, as amostras são preparadas de acordo com o solicitante, em função do tipo de beneficiamento aplicado, que varia de acordo com o mercado para o qual o camarão é destinado (camarão inteiro, camarão sem cabeça e descascado). No referido experimento, foram utilizados camarões marinhos de classificação 81/100, que normalmente são comercializados e consumidos inteiros, o que justifica a análise do camarão com cefalotórax e cutícula (camarão inteiro).

Inspeccionando amostras de camarões numa indústria de pescado, localizada em João Pessoa, Estado da Paraíba, Rêgo (2005) comparou dois métodos de detecção de SO<sub>2</sub> residual: o da titulação iodométrica a frio, realizado de forma rotineira na indústria, e o método Monier-Williams, realizado no Laboratório Nacional Agropecuário (Lanagro) em Recife, Estado de Pernambuco. Em seus resultados, os níveis de SO<sub>2</sub> residual foram bastante desiguais, quando comparados os dois métodos de detecção. Pelo método de Monier-Williams, analisou-se apenas a musculatura de camarão e todas as amostras não ultrapassaram 100 ppm, enquanto que na titulação iodométrica a frio utilizou-se o camarão inteiro e 66,6% das amostras ultrapassaram o limite preconizado de 100 ppm. O autor justificou esta desigualdade como consequência da diferença do material analisado, uma vez que o método de Monier-Williams é considerado o mais preciso na detecção do SO<sub>2</sub> residual, sendo o uso das vísceras do cefalotórax o fator diferencial, comprovando a grande concentração do conservante nas vísceras e cutícula.

Góes (2005) obteve resultados semelhantes analisando amostras de camarão marinho submetido a diferentes tempos e concentrações de metabissulfito de sódio. Em seu trabalho, o MTAL foi considerado o método de detecção de SO<sub>2</sub> residual mais sensível aos sulfitos livres e combinados, quando comparado ao método de titulação iodométrica a frio e ao método da fita reativa. Todavia, vale ressaltar que a autora não

utilizou o aquecimento das amostras destinadas às análises com titulação iodométrica e fita reativa.

### Conclusão

Ao avaliar a eficácia dos diferentes métodos de detecção de SO<sub>2</sub> residual e a interferência do aquecimento, conclui-se que:

- o método da titulação do Instituto Adolfo Lutz adaptado é o recomendado para a detecção de sulfitos livres e combinados em camarões, por ter sido o mais eficiente;

- o método da titulação iodométrica pode ser utilizado em indústria por fornecer resultado rápido e satisfatório, porém a análise deve ser realizada com a amostra submetida ao aquecimento e ter uma relação com os títulos obtidos pelo método mais preciso;

- o uso de fita reativa não é indicado, independentemente do tratamento térmico, uma vez que apresentou baixa sensibilidade na detecção do SO<sub>2</sub> residual em camarões.

### Referências

- ANVISA-Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução CNNPA n° 34, de 09 de março de 2001. Fixa para os alimentos, tolerâncias de 30 ppb (trinta partes por bilhão) para as Aflatoxinas, calculada pela soma dos conteúdos das aflatoxinas B1 e G1, determinadas segundo as técnicas que vierem a ser recomendadas pelo LCCDMA. D.O.U. *Diário Oficial da União*, Brasília, 19 jan. 1977.
- BOX, G.E.P.; COX, D.R. An analysis of transformations. *J. R. Stat. Soc. Ser. B, Methodol.*, London, v. 26, p. 211-243, 1964.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. *Ofício Circular n° 2031/76*, de 22 de setembro de 1976.
- BRASIL. Ministério da Saúde. Resolução n° 12 de 1978. *Diário Oficial da União*, Brasília, 15 maio 1978.
- EMPAF. *Controle de qualidade: método de determinação do resíduo de metabissulfito de sódio*. Recife, 2003.
- FDA-Food and Drug Administration. *Bacteriological analytical manual*. 8<sup>th</sup> ed. Gaithersburg: AOAC International, 1998.
- GÓES, L.M.N.B. *Uso do metabissulfito de sódio na pós-colheita do camarão marinho *Litopenaeus vannamei* (Boone, 1931)*. 2005. Dissertação (Mestrado em Recursos Pesqueiros e Aquicultura)-Departamento de Pesca e Aquicultura, Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife, 2005.
- PIZZOFERRATO, L. et al. Determination of free, bound and total sulfites in foods by indirect photometry-HPLC. *Food Chem.*, London, v. 63, n. 2, p. 275-279, 1998.
- RÊGO, M.J.P. *Estudo comparativo dos métodos de detecção do resíduo de metabissulfito de sódio em camarão marinho*. 2005. Monografia. (Graduação em Medicina Veterinária)-Departamento de Medicina Veterinária, Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife, 2005.
- ROCHA, I.P. et al. A carcinicultura brasileira em 2003. *Revista da Associação Brasileira de Criadores de Camarão*, Recife, ano 6, n. 1, p. 10-18, 2004.
- SÃO PAULO. Secretaria de Estado de Saúde. *Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz: métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 3. ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 1985.
- TAYLOR, S.L. et al. *Sulfites in foods: uses, analytical methods, residues, fate, exposure assessment, metabolism, toxicity, and hypersensitivity*. New Jersey: Academic Press, 1986.
- ZAR, J.H. *Biostatistical Analysis*. 4<sup>th</sup> ed. Englewood Cliffs: Prentice-Hall, 1999.

Received on February 28, 2007.

Accepted on March 17, 2008.