



ANÁLISE EXPLORATÓRIA DAS CONCENTRAÇÕES DE ESPÉCIES IÔNICAS EM AMOSTRAS DE SUCOS DE FRUTAS COMERCIALIZADOS NA REGIÃO SUDOESTE DA BAHIA¹

Vitor Silva Souza², Rafael Alves Neiva da Silva², Douglas Gonçalves da Silva³, Nadja Ferreira Rabelo de Melo³

¹ Apoio financeiro: FAPESB e UESB.

² Discente do Curso de Ciências Biológicas/ UESB/ Vitória da Conquista, BA.
vitorsouza810@gmail.com, randsa1992@gmail.com

³ Departamento de Ciências Naturais/UESB – Estrada do Bem Querer, Km 04, Caixa Postal 95, 45083-900, Vitória da Conquista, BA. douglasquimico@hotmail.com, nadjarabelo@yahoo.com.br

Resumo

Este trabalho propõe a identificação e determinação de cátions (Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) e ânions (Cl^- , NO_3^- , PO_4^{3-} e SO_4^{2-}) em amostras de sucos industrializados empregando cromatografia iônica. Os resultados analíticos foram avaliados por meio de técnicas quimiométricas como, análise por componentes principais (PCA). Analisou-se 24 amostras de sucos de frutas comercializados em diferentes cidades do estado da Bahia – Brasil. As amostras foram, inicialmente, submetidas à filtração quantitativa e, posteriormente, diluídas com água a volume apropriado. Os desvios padrão relativos das concentrações encontradas foram menores do que 2,3%. A exatidão do método empregado foi confirmada utilizando testes de recuperação com resultados entre 88,45% e 109,8%. Os resultados expressos em miligramas por litro demonstraram que as concentrações médias de íons nas amostras foram: 743,67 a 1125,16 para K^+ ; 30,09 a 106,34 para Mg^{+2} , 28,36 a 85,61 para Ca^{+2} , 149,56 a 362,32 para Na^+ , 67,54 a 124,12 para Cl^- , 2,40 a 9,52 para NO_3^- , 5,12 a 34,34 para PO_4^{3-} , 52,67 a 115,23 para SO_4^{2-} . A análise por componentes principais demonstrou que as amostras de suco são agrupadas de acordo com as diferenças nas concentrações de cátions e ânions.

Palavras-chave: íons; cromatografia iônica; PCA.

ANALYSIS OF EXPLORATORY IONIC SPECIES CONCENTRATION IN FRUIT JUICE SAMPLES IN THE REGION SOUTHWEST OF BAHIA

Abstract



This paper proposes the identification and determination of cations (Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) and anions (Cl^- , NO_3^- , PO_4^{3-} and SO_4^{2-}) in samples of processed juice using ion chromatography. The analytical results were evaluated by chemometric techniques such as, principal component analysis (PCA), hierarchical data analysis (HCA). It analyzed 24 samples of fruit juices marketed in different cities of the state of Bahia - Brazil. The samples were initially subjected to quantitative filtration and subsequently diluted with water to the appropriate volume. The relative standard deviations of the concentrations found were lower than 2.3%. The accuracy of the method was confirmed by recovery tests with results between 88.45% and 109.8%. The results expressed in milligrams per liter showed that the average ion concentrations in the samples were: to 743.67 to 1125.16 K^+ ; 30.09 to 106.34 for Mg^{+2} , 28.36 to 85.61 for Ca^{+2} , 149.56 to 362.32 for Na^+ , from 67.54 to 124.12 for Cl^- , 2.40 to 9 52 to NO^{3-} , for PO_4^{3-} 5.12 to 34.34, 52.67 to 115.23 for SO_4^{2-} . The principal component analysis, and hierarchical data analysis demonstrated that the juice samples are grouped according to differences in the concentrations of cations and anions.

Key words: ions; ion chromatography; PCA

Introdução

Os sucos de frutas têm sido consumidos e apreciados em todo o mundo, não só pelo seu sabor, mas, também, por serem fontes de minerais e vitaminas (Shils, et al., 1994). A composição química desses produtos pode variar de acordo com as condições proporcionadas ao crescimento da fruta, como a composição do solo, uso de fertilizantes e herbicidas (Marcos, et al., 1998).

Assim, o consumo de sucos de frutas vem causando preocupação no que diz respeito à concentração de espécies químicas presentes nessas bebidas. Neste caso, quando excedem o limite máximo permitido, podem causar intoxicação aguda e crônica levando a doenças graves, redução da qualidade de vida, e até mesmo a morte (World Health Organization, 1996).

Nesse contexto, a análise química de espécies iônicas em amostras de sucos industrializados constitui um importante parâmetro para o controle de qualidade destes produtos, pois ajuda a garantir características relevantes à saúde do consumidor e a autenticidade dos mesmos, considerando-se a grande variedade disponível no mercado (Latorre, et al., 2000).

A interpretação e avaliação de dados analíticos objetivando extrair o máximo de informações tem sido possível utilizando a análise multivariada (Ferreira, et al., 2000). A ciência de alimentos vem se beneficiando com o uso destas metodologias, uma vez que um grande número de análises são requeridas a fim de controlar a qualidade dos produtos (Cámara, et al., 1995).

A análise de componentes principais (PCA) é um método exploratório empregado na elaboração de hipóteses gerais a partir dos dados coletados, contrastando com estudos direcionados nos quais hipóteses prévias são testadas. É também capaz de separar a informação importante da redundante e aleatória.



Assim, o objetivo deste trabalho consistiu em avaliar a concentração de espécies iônicas em amostras de sucos de frutas de diferentes sabores, comercializados na região sudoeste da Bahia, empregando a cromatografia de íons. Além disso, aplicar a análise de componentes principais para uma melhor interpretação dos resultados.

Material e Métodos

Foram analisadas 24 amostras de sucos industrializados de diferentes marcas adquiridas no mercado varejista de cidades do estado da Bahia, Brasil, entre os meses de março e abril de 2015. Os sucos analisados possuíam os seguintes sabores: pêssego, uva, maracujá, laranja, graviola, manga e abacaxi. Após aquisição, as amostras foram acondicionadas adequadamente e refrigeradas a 4°C.

Para identificação e quantificação das espécies químicas por cromatografia iônica, três alíquotas de cada amostra foram submetidas à filtração com auxílio de seringas e filtros de *nylon* com 0,45 µm de porosidade, tipo MillexR – HN (Millipore, Bedford, MA, EUA) e transferidas para balões volumétricos de 25 mL. Posteriormente as amostras foram diluídas com água ultrapura na proporção de 1:10 (v/v), sendo que, para algumas amostras fez-se necessário a diluição de 1:50 (v/v). As amostras foram armazenadas em balões volumétricos, sob refrigeração, à temperatura de 4 °C até o momento das determinações.

As soluções analíticas de referência dos íons determinados foram preparadas instantes antes do uso por meio de diluições sucessivas a partir de soluções de referência estoque.

As análises cromatográficas foram feitas utilizando um sistema cromatográfico Metrohm (modelo 883 Basic IC plus, Herisau, Suíça), composto por uma bomba de alta pressão inteligente (Ipump), um detector de condutividade com estabilizador de detecção controlado por um software MagIC Net Basic e um sistema de supressão química composto por 3 pequenas colunas que trabalham em revezamento.

A análise de componentes principais (PCA) foi aplicada à matriz de dados, utilizando o software *Statistic 6.0*. Foi empregado o auto-escalamento como técnica para pré-processamento dos dados em função das diferentes ordens de grandeza das variáveis estudadas.

Resultados e Discussão

Os cromatogramas característicos de uma solução padrão de cátions e ânions contendo 5 mg L⁻¹ de cada espécie e de uma amostra de suco industrializado foram obtidos. Desse modo, pôde-se verificar que as amostras apresentaram os sinais dos íons de interesse. Observou-se boa resolução dos picos e sensibilidade adequada para determinações simultâneas em amostras de sucos de frutas industrializados para as espécies iônicas determinadas.

Os tempos de retenção em minutos para os cátions e ânions foram próximos de: $T_R \text{Na}^+ = 3,14$, $T_R \text{K}^+ = 4,46$, $T_R \text{Mg}^{+2} = 9,02$, $T_R \text{Ca}^{+2} = 11,58$, $T_R \text{Cl}^- = 4,62$, $\text{NO}_3^{2-} = 6,94$, $\text{PO}_4^{2-} = 9,95$, $\text{SO}_4^{2-} = 10,80$.

Para uma maior avaliação dos resultados obtidos, o software *Statistic 6.0* foi usado e a análise por agrupamento principais (PCA). Pôde-se observar que as 3 primeiras componentes principais descrevem



81,24% da variância total dos dados. A primeira componente principal (PC1) representa 41,45% do total da variância e todos os elementos encontram-se correlacionados nessa PC. Dessa forma, a rotação varimax foi utilizada para facilitar a interpretação dos dados.

Os íons Mg^{2+} , Na^+ e Cl^- são as variáveis dominantes na primeira componente principal. A segunda componente principal representa 24,25% da variância total dos dados e os íons K^+ e Ca^{2+} se apresentam como as variáveis dominantes. Na terceira componente principal, o íon PO_4^{3-} apresentou-se como única variável dominante.

A Figura 1 mostra o gráfico de *scores* e *loadings* para as duas primeiras componentes principais. Observa-se que o íon Cl^- apresenta maior peso, contribuindo mais para a PC1, refletindo a maior variabilidade deste íon no agrupamento dos sucos. Pelo gráfico de *scores* observa-se a separação entre as amostras de sucos de uva, maracujá, manga e granola na primeira componente principal. A segunda componente principal separa os sucos de caju e pêssago dos demais.

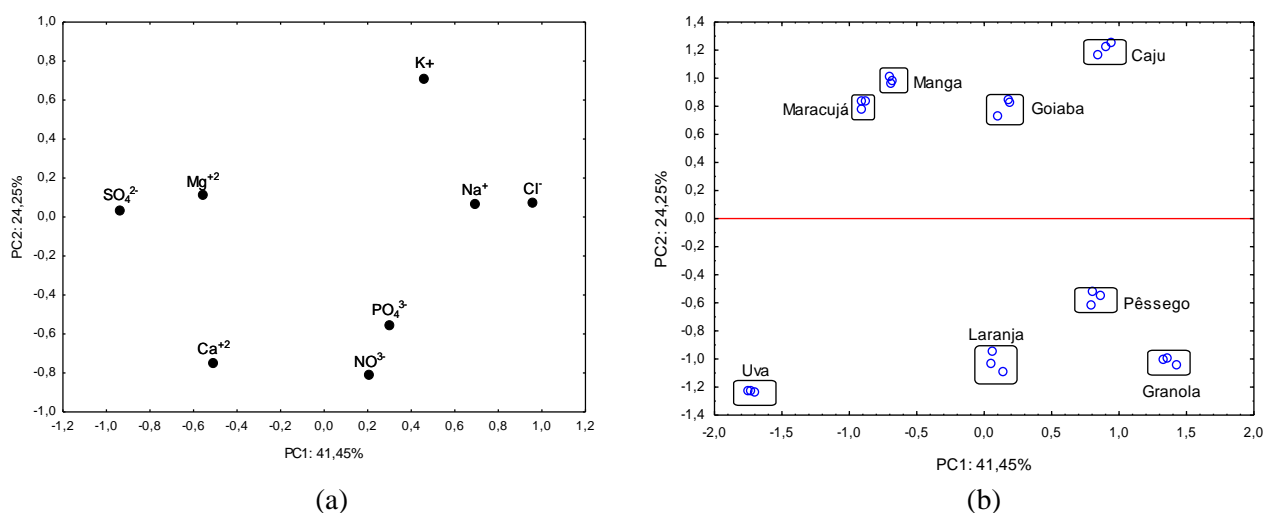


Figura 1: Análise de componentes principais: (a) gráfico de *scores*; (b) gráfico de *loadings*.

Conclusões

A análise de componentes principais proporcionou uma interpretação multivariada dos resultados, mostrando que as amostras de suco de frutas são agrupadas por sabores e de acordo com as diferenças nos teores das espécies iônicas presentes.

Referências

CÁMARA, M., DÍEZ, C., TORIJA, E. Chemical characterization of pineapple juices and nectars. Principal components analysis. **Food Chem.**, v. 54, p. 93-100, 1995.



FERREIRA, M. M. C.; MORGANO, M. A.; QUEIROZ, S. C. N.; MANTOVANI, D. M. B. Relationships of the minerals and fatty acid contents in processed turkey meat products. *Food Chemistry*, v. 69, p. 259-265, 2000.

LATORRE, M. J.; PEÑA, R.; GARCÍA, S.; HERRERO, C. Authentication of Galician (N. W. Spain) honeys by multivariate techniques based on metal content data. *Analyst*, v.125, p.307-312,2000.

MARCOS, A.; FISHER, A.; REA, G.; HILL, S. J. Preliminary study using trace element concentrations and a chemometrics approach to determine the geographical origin of tea. *J. Anal. At.Spectrom.*, v.13, p. 521-525, 1998.

SHILS, M.E., OLSON, J. A., SHIKE, M. *Modern nutrition in health and disease*.V.2,8a ed. Philadelphia, Lea and Febiger, 1994.

World Health Organization, *WHO Guidelines For Drinking Water Quality*, vol. 2, World Health Organization, Geneva,Switzerland, 2 ed., 1996.

