

XI WORKSHOP DE
QUIMIOMETRIA

CAMPINA GRANDE - PARAÍBA

20
20





Universidade
Estadual da
Paraíba



Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

W926 |Workshop de Quimiometria (11.: 2020 : Campina Grande, PB).

Anais do XI Workshop de Quimiometria, 30 de novembro a 03 de dezembro de 2020/ organização, José Germano Vêras Neto. - Campina Grande, PB, 2020.
p. 282.

Evento realizado pela Universidade Estadual da Paraíba em parceria com UNIFACISA Centro Universitário, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico e FAPESQPB.

ISBN 978-65-00-14409-3 (e-book)

1. Quimiometria. 2. Análise multivariada. 3. Calibração multivariada. 4. Planejamento de experimentos. I. Título.

21. ed. CDD 540



ANAIS DO EVENTO

COMISSÃO ORGANIZADORA

Prof^o. José Germano Vêras Neto
Organizador

COORDENAÇÃO GERAL

Prof^o. José Germano Vêras Neto
Prof^o. Wallace Duarte Fragoso
Prof^o. Sérgio Luis Costa Ferreira

COMISSÃO ORGANIZADORA

Prof^o. José Germano Vêras Neto
Prof^o. Gean Bezerra da Costa
Prof^o. Adriano de Araújo Gomes
Prof^o. Felipe Hugo Alencar Fernandes
Prof^o. Paulo Henrique Gonçalves Dias Diniz
Prof^o. David Douglas de Sousa Fernandes
Prof^a. Sara Regina Ribeiro Carneiro de Barros
Prof^a. Simone da Silva Simões

COMISSÃO DE ALUNOS

Joellyson Ferreira da Silva Borba
Hilthon Alves Ramos
Lucas Silva Verissimo
Vitor Dantas Alves
Mariana Gaião Calixto

COMITÊ CIENTÍFICO

Aderval Severino Luna	Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ
Adriano de Araújo Gomes	Universidade Federal do Rio Grande do Sul, UFRS
Alan Talevi	Universidad Nacional de La Plata, Argentina
Anna Luiza Bizerra de Brito	Universidade Federal do Piauí, UFPI
Caio Silva Assis Felix	Universidade Federal de Pernambuco, UFPE
Carolina Santos Silva	Universidade Federal de Pernambuco, UFPE
Cleber Galvão Novaes	Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, UESB
Cristina Malegori	Università di Genova, Italia
David Douglas de Sousa Fernandes	Universidade Federal da Paraíba, UFPB
Edenir Rodrigues Pereira Filho	Universidade Federal de São Carlos, UFSCAR
Edvan Cirino da Silva	Universidade Federal da Paraíba, UFPB
Eugene N. Muratov	University of North Carolina, EUA
Fabiola Manhas Verbi Pereira	Universidade Estadual de São Paulo, UNESP
Fabricio Alejandro Chiappini	Universidad Nacional del Litoral, Argentina
Fernanda Araújo Honorato	Universidade Federal de Pernambuco, UFPE
Frederico Luis Felipe Soares	Universidade Federal do Paraná, UFPR
Hector Goicoechea	Universidad Nacional del Litoral, Argentina
Ieda Spacino Scarminio	Universidade Estadual de Londrina, UEL
Jez William Batista Braga	Universidade de Brasília, UnB
João Batista Junior	Universidade Federal da Bahia, UFBA
José Francielson Queiroz Pereira	Universidade Federal de Pernambuco, UFPE
José Germano Vêras Neto	Universidade Estadual da Paraíba, UEPB
José Licarion Pinto Segundo Neto	Universidade Federal de Pernambuco, UFPE
Marcelo Martins Sena	Universidade Federal de Minas Gerais, UFMG
Márcia Miguel Castro Ferreira	Universidade de Campinas, UNICAMP
Marcus Tullius Scotti	Universidade Federal da Paraíba, UFPB
Maria Bethânia Hermenegildo dos Santos	Universidade Federal da Paraíba, UFPB
Maria Fernanda Pimentel	Universidade Federal de Pernambuco, UFPE
Mário César Ugulino de Araújo	Universidade Federal da Paraíba, UFPB
Neirivaldo Cavalcante da Silva	Universidade Federal do Pará, UFPA
Noemi Nagata	Universidade Federal do Paraná, UFPR
Paolo Oliveri	Università di Genova, Italia
Patrícia Valderrama	Universidade Tecnológica Federal do Paraná, UTFPR
Paulo Henrique Gonçalves Dias Diniz	Universidade Federal do Oeste da Bahia, UFOB
Paulo Henrique Março	Universidade Tecnológica Federal do Paraná, UTFPR
Rafaella de Figueiredo Sales	Universidade Federal de Pernambuco, UFPE
Ricardo Saldanha Honorato	Polícia Federal, PF
Roy Edward Bruns	Universidade de Campinas, UNICAMP
Sérgio Luis Costa Ferreira	Universidade Federal da Bahia, UFBA
Simone da Silva Simões	Universidade Estadual da Paraíba, UEPB
Wallace Duarte Fragoso	Universidade Federal da Paraíba, UFPB
Walter Nei Lopes dos Santos	Universidade do Estado da Bahia, UNEB
Wellington da Silva Lyra	Universidade Federal da Paraíba, UFPB

APRESENTAÇÃO

A Quimiometria como ferramenta para operacionalizar tratamento de dados em Química possui ampla aplicação, tais como: planejamento e otimização de métodos e/ou processos químicos, reconhecimento de padrões em compostos químicos e amostras, quantificação de propriedades físicas, químicas e/ou físico-químicas em amostras complexas.

A proposta do **XI Workshop de Quimiometria**, em continuação aos eventos anteriores, é congrega pesquisadores para discutir fundamentos, aplicações e perspectivas da Quimiometria no Brasil e no mundo. Esta troca de experiências, de vivências, contribuirá certamente para a formação de novos pesquisadores (iniciação científica, mestrado e doutorado) e habilitará o país a ter uma massa crítica em quantidade e qualidade nesta área do conhecimento. Neste sentido, serão convidados para participar do evento pesquisadores de renome nacional e internacional, com expertise na aplicação de consolidadas e novas ferramentas quimiométricas, e jovens pesquisadores em iniciação científica, mestrado e doutorado nas mais diversas áreas do conhecimento para vivenciarem experiências em uso de ferramentas quimiométricas para solução de problemas em suas áreas de atuação.


José Germano Vêras Neto
Coordenador Geral do Evento

PROGRAMAÇÃO

Horário	Segunda 30/11/20	Terça 01/12/20	Quarta 02/12/20	Quinta 03/12/20
9h00 - 10h00	MINICURSOS	Abertura	Simpósio 1	Conferência 10
10h00 - 11h00	MINICURSOS	Conferência de Abertura		Simpósios 2
11h00 - 12h00	MINICURSOS	Conferência 1		
12h00 - 14h00	ALMOÇO	ALMOÇO	ALMOÇO	ALMOÇO
14h00 - 15h00	MINICURSOS	Conferência 2	Conferência 6	MESA REDONDA:
15h00 - 16h00	MINICURSOS	Conferência 3	Conferência 7	
16h00 - 17h00	MINICURSOS	Conferência 4	Conferência 8	Premiação e Encerramento
17h00 - 18h00	LIVRE	Conferência 5	Conferência 9	

PROGRAMA CIENTÍFICO

SEGUNDA (30/11) 09h00 - 12h00 14h00 - 17h00	
MINICURSO 01	Prof. Dr. Marcelo Martins Sena (UFMG) <i>“Métodos quimiométricos de classificação. Aplicações em análises forenses e autenticação de alimentos”</i>
MINICURSO 02	Prof. Dr. Cleber Galvão Novaes (UESB) <i>“Otimização de métodos analíticos nas áreas farmacêutica e de alimentos utilizando planejamento de misturas”</i>
MINICURSO 03	Prof. Dr. Roy Edward Bruns (UNICAMP) & Profa. Dra. Ieda Spacino Scarminio (UEL) <i>“Planejamento e Otimização de Experimentos”</i>
MINICURSO 4	Prof. Dr. Adriano de Araújo Gomes (UFRGS) <i>“Seleção de variáveis em dados químicos”</i>

TERÇA (01/12)	
9h00 - 10h00	ABERTURA
10h00 - 11h00	PALESTRA DE ABERTURA Prof. Dr. Aderval Severino Luna (UERJ) <i>“Aplicação de modelos preditivos em problemas de classificação e regressão”</i>
11h00 - 12h00	CONFERÊNCIA 01 Prof. Dr. Marcos Flores Ferrão (UFRGS) <i>“Aprendizagem de Máquina em Química Analítica”</i>
12h00 - 14h00	INTERVALO PARA O ALMOÇO
14h00 - 15h00	CONFERÊNCIA 02 Perito Federal Dr. Ricardo Saldanha Honorato (PF-PE) <i>“Uma Visão Multivariada da Química Forense”</i>
15h00 - 16h00	CONFERÊNCIA 03 Profa. Dra. Maria Fernanda Pimentel (UFPE) <i>“Quimiometria na Indústria 4.0”</i>
16h00 - 17h00	CONFERÊNCIA 04 Prof. Dr. Jez William Batista Braga (UnB) <i>“Detecção de amostras anômalas (outliers) e sua relevância para modelos de discriminação por mínimos quadrados parciais (PLS-DA)”</i>
17h00 - 18h00	CONFERÊNCIA 05 Prof. Dr. Frederico Luis Felipe Soares (UFPR) <i>“Análise por componentes independentes (ICA) e suas variações em dados químicos”</i>

QUARTA (02/12) | SIMPÓSIO 01
 Quimiometria em Química Medicinal e QSAR

9h00 – 12h00	PALESTRA 01 Profa. Dra. Márcia Miguel Castro Ferreira (Unicamp) “QSAR: from 2D to 4D - QSAR methodologies”
	PALESTRA 02 Prof. Dr. Marcus Tullius Scotti (UFPB) “Using machine learning methods to extract information from natural products databases”
	PALESTRA 03 Prof. Dr. Eugene N. Muratov (University of North Carolina – USA) “Chembench, Chemotext, and other publicly-accessible cheminformatics portals”
	PALESTRA 04 Prof. Dr. Alan Talevi Universidad Nacional de La Plata – Argentina “Using PPV surfaces to choose score thresholds: successful virtual screening applications to discover anti-infective agents”
12h00 - 14h00	INTERVALO PARA O ALMOÇO
14h00 - 15h00	CONFERÊNCIA 06 Prof. Dr. Hector Goicoechea (Universidad Nacional del Litoral – Santa Fé - Argentina) “Advantages of second- and third-order data modeling for classification applications”
15h00 - 16h00	CONFERÊNCIA 07 Profa. Dra. Fabiola Manhas Verbi Pereira (UNESP) “Planejamento de Experimentos: uso de tutorial, vídeos e programa livre”
16h00 - 17h00	CONFERÊNCIA 08 Prof. <i>Fabricio Alejandro Chiappini</i> (Universidad Nacional del Litoral – Santa Fé - Argentina) “Artificial neural networks for multivariate calibration in non-linear systems”
17h00 - 18h00	CONFERÊNCIA 09 Prof. Dr. José Licarion Pinto Segundo Neto (UFPE) “Quimiometria em cromatografia: Quando a separação física não é alcançada”

QUINTA (03/12)	
9h00 - 10h00	<p>CONFERÊNCIA 10</p> <p>Prof. Dr. Paolo Oliveri (Università di Genova – Genova - Italia)</p> <p><i>“Authenticity verification by chemometric tools: appropriate and biased choices”</i></p>
	<p>SIMPÓSIO 02</p> <p>Quimiometria e Imagens Digitais</p>
10h00 - 12h00	<p>PALESTRA 01</p> <p>Prof. Dr. Mário César Ugulino de Araújo (UFPB)</p> <p><i>“Aplicações em Imagens digitais do Laboratório de Química Analítica e Quimiometria”</i></p>
	<p>PALESTRA 02</p> <p>Dra. Carolina Santos Silva (PNPD-UFPE)</p> <p><i>“Imagens digitais e hiperespectrais: uma introdução com aplicações”</i></p>
	<p>PALESTRA 03</p> <p>Profa. Dra. Cristina Malegori (Università di Genova – Genova - Italia)</p> <p><i>“Imagens digitais e hiperespectrais: abordagem avançado com aplicações”</i></p>
12h00 - 14h00	INTERVALO PARA O ALMOÇO
14h00 - 16h00	<p>MESA REDONDA</p> <p>Prof. Dr. Roy Edward Bruns (Unicamp)</p> <p>Profa. Dra. Ieda Spacino Scarminio (UEL)</p> <p>Prof. Dr. Mário César Ugulino de Araújo (UFPB)</p> <p><i>“Como nasceu a Quimiometria no Brasil”</i></p>
16h00 - 18h00	Premiação e Encerramento

SUMÁRIO

ÁREAS TEMÁTICAS	Pág.
Resumos: Análise Multivariada	22
Resumos: Calibração Multivariada	155
Resumos: Planejamento e otimização de experimentos	203

ÍNDICE

Código	Participante	Título do Trabalho	Página
Tema: Análise Multivariada			22
1098	MARIA KAROLINE DA SILVA ANDRADE	Algoritmos inteligentes para quantificação dos marcadores de extratos dos frutos de <i>Libidibia ferrea</i> por espectroscopia UV/Vis	23
1014	MARIA TEREZA WEITZEL DIAS CARNEIRO LIMA	Análise de componentes principais (PCA) aplicada na caracterização de compartimentos no litoral capixaba em função dos parâmetros químicos e morfodinâmicos	24
1194	ISADORA MACHADO MARQUES	Análise de componentes principais da biomassa de microalga cultivada em água residual urbana para geração de biofertilizante	25
1120	CARLOS EDUARDO BARÃO	Análise de componentes principais na composição lipídica de óleo de girassol extraído com folhas de oliveira usando propano comprimido e Soxhlet	26
979	MARCELA DE SOUZA ZANGIROLAMI	Análise de dados multi-tabelas (COMDIM) para avaliação de proteínas de origem animal e vegetal por espectroscopia NIR e texturômetro	27
994	MARIANA CRISTINE COELHO DINIZ	Análise discriminante de tomates orgânicos e não orgânicos empregando espectrometria de massas por ionização paper spray (PS-MS) e PLS-DA	28
1201	VINÍCIUS PIRES GONÇALVES	Análise Discriminante Ordinal empregando Bootstrap para o cálculo dos limites entre classes	29
1150	GERLON DE ALMEIDA RIBEIRO OLIVEIRA	Análise discriminante para a classificação de carnes de frangos caipiras e de granja por RMN de 1H	30
966	THIAGO MOURA DA ROCHA BASTOS	Análise estatística aplicada a elementos químicos tóxicos em folhas de parques e praças da RMR	31
932	FRANCIELE OLIVEIRA SANTANA	Análise exploratória da presença de 16 compostos carbonílicos em água mineral armazenada em garrafas de tereftalato de polietileno (PET)	32
1086	JEFFERSON RODRIGUES DE SOUZA	Análise exploratória de dados aplicada ao teor de elementos químicos no material particulado em suspensão das praias do litoral norte do Espírito Santo	33
977	THÁGOR MOREIRA KLEIN	Análise exploratória multivariada aplicada à determinação simultânea de dopamina, ácido ascórbico e ácido úrico mediante voltametria cíclica	34
964	LUISE CARVALHO DIAS	Análise multivariada aplicada a interpretação geoquímica de marcadores nitrogenados em amostras de petróleo	35
932	FRANCIELE OLIVEIRA SANTANA	Análise multivariada da distribuição e formação de Trihalometanos em água tratada para consumo humano	37
1194	ISADORA MACHADO MARQUES	Análise multivariada da viabilidade de geração de biopolímero após o cultivo de microalgas em efluente industrial e doméstico	38

Código	Participante	Título do Trabalho	Página
1086	JEFFERSON RODRIGUES DE SOUZA	Análise por componentes principais como ferramenta para avaliação de similaridades morfológicas, químicas e identificação de eventos costeiros nas praias do ES	39
1183	JÉSSICA DA SILVA MACIEL	Análise quimiométrica dos dados quimiofenéticos da família Urticaceae	40
872	GABRIELA MARIA RODRIGUES DO NASCIMENTO DE ALCANTARA	Análises de Componentes Principais empregada na classificação especial e tradicional de cafés	41
1151	RITA CYNARA DE OLIVEIRA SALLES	Aplicação da análise exploratória (PCA/HCA) na discriminação geográfica de amostras do guaraná do AM e da BA, a partir de análises por LC-MS	42
960	STHEFANY NICOLLE GOMES PINTO	Aplicação da espectroscopia de infravermelho médio associada à quimiometria para detecção de fraude em óleo de babaçu	43
869	PAULO ROBERTO RIBEIRO DE JESUS	Aplicação de análises estatísticas multivariadas na identificação de compostos bioativos por HPLC-QTOF-MS e GC-MS em extratos de maca peruana	44
1077	PAULO MARÇO	Aplicação de ComDim para verificação da relação entre a espectroscopia de infravermelho médio e espectrometria de massas na análise de Maca Peruana	45
1159	JOÃO PEDRO HEBLING E TAVARES	Aplicação de espectrômetro NIR portátil combinado com análise multivariada para identificar adulteração em manteiga de garrafa	46
1145	JOCELENE SOARES	Aplicação de métodos de reconhecimento de padrões para a identificação de espécies de alecrim (<i>Rosmarinus officinalis</i>) utilizando NIRS	47
847	REBECA MORAES MENEZES	Aplicação de PCA e HCA para avaliação dos constituintes inorgânicos de frutos de <i>Casearia fasciculata</i> obtidos por ICP OES	48
1198	GILVANDA LEÃO DOS ANJOS	Aplicação de reguladores vegetais em pimenta malagueta e uso de PCA para análise Exploratória	49
1041	MELISA JAZMIN HIDALGO	Aplicación de análisis multivariado para la caracterización química y clasificación de hojas e infusiones de <i>Cecropia pachystachya</i>	50
1000	MICHEL ROCHA BAQUETA	Assessment of Brazilian coffee blends: 1H NMR and NIR fingerprint integration with sensory and quality attributes in a multi-block data analysis ComDim	51
790	PAULO HENRIQUE GONÇALVES DIAS DINIZ	Autenticação de cachaças do brejo paraibano por meio da espectroscopia NIR e métodos quimiométricos one class	52
828	TAYNNA KEVLA LOPES DE ARAUJO	Autenticação de cafés gourmet usando imagens digitais e DD-SIMCA	53
978	VITÓRIA MARIA ALMEIDA TEODORO DE OLIVEIRA	Autenticação de hortelã orgânico: UV-Vis aliado ao DD-SIMCA	54
894	ELISANGELA FABIANA BOFFO	Autenticidade do óleo de palma bruto usado na fritura do acarajé por RMN de 1H e quimiometria	55
930	ANIBAL DE FREITAS SANTOS JUNIOR	Avaliação da Composição Multielementar e Compostos Fenólicos em Plantas Alimentícias Não Convencionais (PANC's) Empregando Análise Multivariada	56
1082	CAMILA SANTOS DOURADO	Avaliação da formação de complexo entre a sacarina e monômeros de base acrílica por titulação no ultravioleta e resolução multivariada de curvas (MCR)	57
821	LUIZA MARIANO LEME	Avaliação da influência do processo de secagem na diferenciação de Maca Peruana utilizando Espectrometria de Massas e Análise de Componentes Principais	58

Código	Participante	Título do Trabalho	Página
1096	LARISSA BATISTA DOS SANTOS	Avaliação da qualidade de grãos de café armazenados em diferentes embalagens empregando espectroscopia Raman e OCPLS	59
1157	CREIR DA SILVA	Avaliação de adulteração em óleos essenciais por espectroscopia de infravermelho médio (FTIR-ATR) e resolução multivariada de curvas	60
980	ANDRESSA RAFAELLA DA SILVA BRUNI	Avaliação de canela (cinnamomum) orgânica utilizando espectroscopia no infravermelho médio com reflectância total atenuada e PARAFAC	61
1032	DANIELLE KOCHENBORGER JOHN	Avaliação de modelos SPA-LDA e GA-LDA na classificação de fármacos apreendidos utilizando ATR-FTIR	62
1172	RAQUEL ESCRIVANI GUEDES	Avaliação de modelos supervisionados de reconhecimento de padrões no diagnóstico médico	63
913	MIRELLY CARLA ALVES PEQUENO	Avaliação do efeito do tempo de secagem em modelo hierárquico para identificação de manchas de sangue humano	64
894	ELISANGELA FABIANA BOFFO	Avaliação do melhor método de extração de cinarina das folhas secas de alcachofra por UV-Vis, RMN de 1H e quimiometria	65
957	ADRIANNE BASTOS FERREIRA	Avaliação do perfil físico-químico, compostos fenólicos e atividade antitumoral do mel de <i>Tetragonisca angustula</i> (Jataí) utilizando PCA	66
1022	JEFFERSON SANTOS DE GOIS	Avaliação quimiométrica de dados de fluorescência síncrona com análise direta de sólidos para a classificação geográfica de cafés verdes	67
1135	MAIARA KRAUSE	Avaliação temporal de metais e As em material particulado em suspensão nas praias do litoral norte do Espírito Santo usando PCA	68
825	CARLOS HENRIQUE JUNGES	Caracterização de sucos de uva produzidos no sul do Brasil empregando análise exploratória pelos métodos de HCA e de PCA	69
895	YASMIN ALMEIDA ALVARENGA	Caracterização do azeite de dendê produzido em Valença/Bahia por RMN de 1H	70
1113	VINICIUS CAMARA COSTA	Caracterização química de solos cultivados com pimenta-do-reino (<i>piper nigrum</i> L.) empregando mapas auto-organizáveis de Kohonen (KSOM)	71
1125	LAVINIA SILVA VERISSIMO	Cinética da degradação de amostras de lúpulo em diferentes tempos de estocagem por espectrofotometria no UV-vis e quimiometria	72
845	DAVID DOUGLAS DE SOUSA FERNANDES	Clasificación multivariada de polen de abeja como un suplemento dietético en función del contenido proteico utilizando espectroscopia NIR	73
1143	AMANDA LEMES SILVEIRA CARVALHO	Classificação de cachaça e rum usando espectroscopia de fluorescência sincronizada e PLS-DA	74
918	DAYVISON RIBEIRO RODRIGUES	Classificação de cafés empregando espectroscopia de impedância eletroquímica e análise multivariada de números complexos	75
889	ROSSANA OLIVEIRA DA NÓBREGA	Classificação de cafés solúveis descafeinado utilizando NanoNIR e classificador oneclass	76
1178	INGRID ALVES DE MORAES	Classificação de maturação de fruta-estrela (<i>averrhoa carambola</i> L.) usando espectrômetro nir portátil	77
1052	SAMIA RODRIGUES DIB	Classificação de sementes de milho transgênico utilizando espectroscopia Raman e análise discriminante linear	78
1129	MARIA LUCIMAR DA SILVA MEDEIROS	Classificação e determinação do teor de óleo de sementes Brassicas usando espectroscopia no infravermelho	79
981	FABIANA DE CARVALHO PIRES	Classification of intact and ground coffee roasted under different conditions using NIR spectroscopy and PLS-DA strategies of one and multiclass	80
966	THIAGO MOURA DA ROCHA BASTOS	Comparação de algoritmos de Aprendizado de Máquina aplicados a predição de classe em processo industrial de manufatura	81

Código	Participante	Título do Trabalho	Página
979	MARCELA DE SOUZA ZANGIROLAMI	Comparação dos parâmetros de textura entre proteínas de origem vegetal e de origem animal por PCA	82
908	MARIA EDUARDA FERNANDES DA SILVA	Comparação entre pares de diferentes amostras de gasolina automotiva com base em parâmetros físico-químicos e Análise de Componentes Principais	83
842	DANIELE CRISTINA GOMES DA CUNHA KUNZE	Correção do efeito da umidade em espectros NIR via EPO para o desenvolvimento de modelos PLS-DA para discriminação de madeiras	84
1028	JULIANO PASSARETTI FILHO	Desenvolvimento de algoritmo na interpretação de imagens digitais para aplicações analíticas: Estudo de caso sílica e absorção de água	85
1121	MARIANA TIGANO MAGALHAES	Desenvolvimento de modelos de predição com um pipeline na linguagem R para o °Brix da polpa do maracujá pérola do cerrado utilizando a MIR	87
970	ANA CAROLINA DA COSTA FULGÊNCIO	Desenvolvimento de um modelo PLS-DA para detecção de dietilenoglicol em cerveja usando um espectrômetro portátil na região do infravermelho próximo	88
778	ROMULO GUIMARAES NOGUEIRA	Detecção de hidrocarbonetos halogenados em amostras de "loló" por espectroscopia NIR e quimiometria	89
1031	LAIZ DE OLIVEIRA MAGALHÃES	Detecção direta de sacarina em um polímero molecularmente impresso (MIP) utilizando imagem hiperespectral (HSI) no infravermelho médio e MCR	90
1209	MARCELO MARTINS DE SENA	Detecção e caracterização de genótipos de sorgo sob estresse hídrico usando PLS-DA, fusão de dados atômico-moleculares e seleção de variáveis	91
973	DAPHNE CHIARA ANTONIO	Detection of adulterations in a valuable Brazilian honey using spectrofluorimetry and multi-way classification	92
779	PALOMA ANDRADE MARTINS NASCIMENTO	Detection of interferents in quality in raw sugar using X-ray fluorescence	93
1186	YASMIN LIMA BRASIL	Determinação de atributos de qualidade de ovos codorna utilizando a espectroscopia de infravermelho próximo (NIR)	94
892	GABRIEL MONTEIRO DA SILVA	Determinação granulométrica usando um espectrômetro NIR portátil	95
843	HUGO DA SILVA ROCHA	Diferenciação de madeira faqueada por espécie via espectroscopia no infravermelho próximo e PLS-DA	96
1165	DIEGO JOSE DA SILVA	Discriminação de acessos de mangabas utilizando um pipeline R a partir dos dados espectrais dos frutos adquiridos com um espectrômetro portátil	97
1025	ELIS DAIANE PAULI	Discriminação de cultivares de feijão (<i>Phaseolus vulgaris</i> L.) usando ferramentas de processamento digital de imagens e quimiometria	98
1024	ROSANA FERREIRA DE SOUSA	Discriminação e autenticidade de grãos de arroz através da espectroscopia NIR e análise multivariada	99
921	IEDA SPACINO SCARMINIO	Efeitos e interações metabólicas de mudanças ambientais (CO ₂ ×H ₂ O) em grãos crus de <i>C. arabica</i> : impressão digital fatorial de RMN de 1H por ASCA	100
911	MARCELO DA SILVA MATHIAS	Emprego da Espectroscopia no Infravermelho para discriminação de extratos de <i>Miconia albicans</i> preparados com diferentes solventes extratores	101
874	AMANDA BEATRIZ SALES DE LIMA	Espectroscopia no infravermelho aliada a quimiometria para classificação de própolis vermelha quanto a qualidade antioxidante	102
1025	ELIS DAIANE PAULI	Estratégia para exploração das impressões digitais-NIR relacionadas ao adensamento e maturação não sincronizada em grãos de <i>Coffea arabica</i>	103

Código	Participante	Título do Trabalho	Página
1119	LÍCIA PASSOS DOS SANTOS CRUZ	Estudo quimiométrico dos níveis atmosféricos de compostos odoríferos (H ₂ S e NH ₃) em áreas próximas a rios urbanos poluídos na cidade de Salvador, Bahia	104
1175	DANIELA ANDREA RAMIREZ	Estudos de relações estrutura-retenção quantitativas (QSRR) envolvido na biodisponibilidade de compostos organossulfurados	105
1148	BRENDO ARAUJO GOMES	Estudos quimiométricos na busca do látex de <i>Euphorbia umbellata</i> (Pax) Bruyns em amostras comerciais de “leite de janaguba” do Brasil	106
984	WALACE MARTINS MOREIRA	FTIR-ATR and chemometric tools for the exploratory analysis of beer using liquid-liquid partition	107
1126	LETICIA MAGALHÃES DE AGUIAR	Fusão de dados de dispositivos de espectroscopia NMR de bancada usando ComDim para monitorar adulterações em diesel	109
1177	FRANCISCO DOS SANTOS PANERO	Genotipagem não-destrutiva de cultivares e linhagens de gergelim através da espectroscopia NIR e quimiometria	110
962	ACSA SANTOS BATISTA	Identificação da qualidade tecnológica de amêndoas de cacau utilizando a quimiometria	111
861	LILIANA DE FATIMA BEZERRA LIRA DE PONTES	Identificação de adulteração em azeites de oliva usando análise termogravimétrica e quimiometria	112
869	PAULO ROBERTO RIBEIRO DE JESUS	Identificação de compostos bioativos em extratos de seda de milho por HPLCQTOF MS utilizando análises estatísticas multivariadas	113
897	ALINE COELHO SILVA FONSECA	Identificação de manchas de sangue em diferentes substratos empregando equipamento NIR portátil e modelo hierárquico	114
962	ACSA SANTOS BATISTA	Identificação de origem de amêndoas de cacau produzidas no Sul da Bahia utilizando a quimiometria	115
998	LUIZA VALLI VIEIRA	Identificação de origem geográfica de pimenta-do-reino através da composição do óleo essencial e composição elementar	116
1012	VANESSA NERES SANTANA	Identification of chemical compounds present in the essential oil of <i>Humulus lupulus</i> L., cv. Columbus improved by Principal Component Analysis	118
1117	KARINE CRISTINE KAUFMANN	Identification of coriander oil adulteration using a portable NIR spectrometer	119
1136	GABRIEL CABRAL DA FONSECA	Interpretação de resultados físico-químicos e intenção de compra utilizando análise multivariada	121
976	PATRICIA VALDERRAMA	Leite materno: um estudo de ‘shelf life’ através de espectroscopia NIR e quimiometria	123
786	SHEILA CATARINA DE OLIVEIRA	Métodos de reconhecimento de padrões não supervisionados aplicados ao estudo da origem geográfica de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i> st. Hill)	124
1172	RAQUEL ESCRIVANI GUEDES	Modelos de regressão multivariada para a predição do rendimento de bio-óleo de pirólise a partir da composição de biomassa e das variáveis do processo	125
1199	MÁRCIA HELENA CASSAGO NASCIMENTO	Modelos one class e outlier artificial na identificação de adulteração em azeite	126
1101	SILVANA AZCARATE	Multi-level Data Fusion Strategies for Modeling Three-way Electrophoresis Capillary and Fluorescence Arrays Enhancing Classification of Wines	127
980	ANDRESSA RAFAELLA DA SILVA BRUNI	PARAFAC na extração de informações de resultados de análise sensorial	129
973	DAPHNE CHIARA ANTONIO	Parallel factor analysis (PARAFAC) applied to sensory data: a case study on coffee capsules	130

Código	Participante	Título do Trabalho	Página
823	HERY MITSUTAKE	Planejamento de misturas e Índice de Distribuição de Homogeneidade para desenvolvimento de pré-formulações farmacêuticas	131
836	MATHEUS DE CALDAS BARRETO	Recuperando perfis de fluorescência total a partir de espectros 3D de fluorescência sincrônica: uma aplicação do PARAFAC a uma mistura de HPAs	132
783	MARCO AURELIO SPERANÇA	Scores maps of the chemical element distribution of seeds using micro-XRF data	133
1006	JUSSARA V ROQUE	Seleção dos preditores ordenados para análise discriminante (OPSDA): novas abordagens para seleção de variáveis na classificação	134
1166	LEONARDO CARLETTI LORENZO KOATZ	Um aplicativo baseado no RShiny para o ensino de modelos de regressão linear generalizada em quimiometria	136
802	MARFRAN CLAUDINO DOMINGOS DOS SANTOS	Uma nova aplicação de matrizes de excitação emissão de fluorescência e classificação multiway na detecção de arbovírus em amostras clínicas	137
840	LIZ OLIVEIRA DOS SANTOS	Uso das ferramentas quimiométricas ANOVA-PCA e DD SIMCA no desenvolvimento de materiais de referência de laboratório de farinha de milho	138
1029	BARBARA MARTINS DE ANDRADE	Uso de algoritmos de aprendizado de máquina para avaliar a qualidade de vinhos baseada em análise sensorial e propriedades físico-químicas	139
983	MONIS NEVES BAPTISTA MANUEL	Uso de espectroscopia NIR e one-class SIMCA para verificação de autenticidade do café agroflorestal produzido no Maciço de Baturité/CE	140
1199	MÁRCIA HELENA CASSAGO NASCIMENTO	Uso de FT-MIR e Floresta Randômica na identificação de adulteração de diesel	141
892	GABRIEL MONTEIRO DA SILVA	Uso de imagens RGB e quimiometria para análise de adulteração em leite cru	142
790	PAULO HENRIQUE GONÇALVES DIAS DINIZ	Uso de iPCA e espectroscopia MIR para discriminação rápida de cachaças do Brejo Paraibano	143
795	HILTHON ALVES RAMOS	Uso de técnicas de reconhecimento de padrões para classificação de medicamentos equivalentes farmacêuticos	144
845	DAVID DOUGLAS DE SOUSA FERNANDES	Uso de um espectrofotômetro NIR portátil para autenticação de cafés gourmet usando classificadores one-class	145
820	GASPAR DA COSTA MARTINS	Uso de um espectrômetro NIR portátil e métodos de reconhecimento de padrões para ações de fiscalização de qualidade de café	146
815	DANIEL LUCAS DANTAS DE FREITAS	Utilização da espectroscopia de fluorescência molecular usando matrizes de excitação-emissão (EEM) no rastreamento do câncer de mama	147
1027	ELEM TAMIRYS DOS SANTOS CARAMÊS	Utilização de espectroscopia vibracional, fusão de dados e aprendizagem de máquina para verificação de autenticidade de polpa de açaí	148
829	PRISCILLA DANTAS ROCHA	Utilização de Imagens Hiperespectrais para Identificação de Sementes de Algodão Transgênico	149
841	JOÃO VITOR MEDEIROS MARIZ	Utilização de métodos quimiométricos como uma proposta alternativa para triagem de cães portadores de Leishmaniose Visceral Canina (Calazar)	150
874	AMANDA BEATRIZ SALES DE LIMA	Utilização de métodos quimiométricos na diferenciação de espécies de canela verdadeira e canela falsa	151
844	VALBER ELIAS DE ALMEIDA	Utilização do critério de Fisher na seleção de scores em PCALDA para identificação de fraudes no envelhecimento de cachaças em barril de madeira	152
1000	MICHEL ROCHA BAQUETA	Verifying the chemical profile of non-centrifugal cane sugars from South America: Application of kurtosis-based projection pursuit analysis	154

Código	Participante	Título do Trabalho	Página
Tema: Calibração Multivariada			155
955	JOSÉ IZAK RIBEIRO DE ARAÚJO	Aplicação de modelagem quimiométrica via resolução de curvas multivariadas (MCR-ALS) em método cromatográfico (CLAE-DAD) para o estudo de estabilidade de Rutina	156
1045	ALEXANDRE GOMES MARQUES DE FREITAS	Aplicação de Random Forest para predição de resíduos de Tilosina em leite	157
789	NATANNY KELLY NASCIMENTO SILVA	Aplicação do MCR-ALS acoplado a espectroscopia de infravermelho para identificação e quantificação de lubrificantes residuais em óleo diesel	158
816	LAVÍNIA HANNAH DE SOUZA PEREIRA	Avaliação da capacidade preditiva de modelos quimiométricos baseados em espectroscopia NIR para quantificação de terras raras em solos	159
1166	LEONARDO CARLETTI LORENZO KOATZ	Avaliação de desempenho dos modelos de regressão MCR-Parafac, MCR-Parafac2, MCR-Tucker com a regressão sNPLS aplicada em estudo de caso	160
952	JOSE MARCELINO DE SOUZA NETTO	Avaliação do processo de secagem do melão utilizando imagens hiperespectrais na região do infravermelho próximo	161
810	KELVIN COSTA DE ARAÚJO	Avaliação dos componentes de amostras de óleo coletadas nas praias nordestinas brasileiras	162
800	RAÍSSA VANESSA DE OLIVEIRA SILVA	Calibração multivariada de primeira ordem utilizando imagens RGB: uma perspectiva didática	163
833	JOCIMAR DA SILVA SANTOS	Classificação da adsorção de citrato de tamoxifeno à argila montmorilonita em diferentes pH por técnicas quimiométricas	164
1070	DIEGO GALVAN	Compact NMR spectroscopy and chemometrics applied to edible oils	165
1169	GABRIELY SILVEIRA FOLLI	Comparação da exatidão de modelos de calibração multivariada (PLS, SVR, PSO-PLS e ASA-VIF-SVR) em espectroscopia MIR, NIR e RMN de ¹ H	166
1163	PEDRO HENRIQUE PEREIRA DA CUNHA	Comparação de métodos de calibração multivariada aplicados em dados de ressonância magnética nuclear para a determinação de propriedades físico-químicas de mel	167
1155	BÁRBARA ZANI AGNOLETTI	Cromatografia gasosa associada à calibração multivariada aplicadas como método auxiliar na qualidade sensorial de café	168
1149	GASTON PIERINI	Desarrollo de un sensor electroquímico para la determinación de carvacrol en aceites esenciales empleando MCR-ALS. Ventaja de segundo orden	169
812	ANNE CAROLINE PINHEIRO DE FREITAS	Determinação de Benzo[a]Pireno em solos por pré-concentração em disco rotatório, espectrofluorimetria e calibração de segunda ordem	170
996	FABIO LUIZ MELQUIADES	Determinação de macronutrientes em solos do norte do Paraná por EDXRF e regressão por mínimos quadrados parciais	171
968	GLAUCIMAR ALEX PASSOS DE RESENDE	Determinação do teor de álcool em bebidas alcoólicas fermentadas utilizando um espectrofotômetro portátil NIR e calibração multivariada	172
1074	MARIA LÚCIA FERREIRA SIMEONE	Determinação do teor de fumonisina em milho usando a tecnologia de imagem hiperespectral no infravermelho próximo (HSI-NIR) e métodos quimiométricos	173
899	BRUNO HENRIQUE DA SILVA MELO	Determinação do teor de sólidos solúveis em diversas etapas do processo de fabricação de açúcar utilizando um espectrômetro NIR ultracompacto	174
1053	FERNANDO SÁBATO FONSECA JÚNIOR	Determinação do teor e avaliação da estabilidade do etanol em álcool gel utilizando a espectroscopia no infravermelho médio e próximo	175
1189	ANDRESSA LOPEZ SOARES	Determinação do valor de grau API em petróleo usando ATR-FTIR e ferramentas de seleção de variáveis	176

Código	Participante	Título do Trabalho	Página
898	MARIO CESAR UGULINO DE ARAÚJO	Determinação voltamétrica de parabenos em adoçantes utilizando eletrodo de carbono vítreo associado à calibração de segunda ordem	177
857	LEVI GOMES DE OLIVEIRA	Espectroeletróquímica da o-tolidina – avaliação de um arranjo experimental para obtenção de dados de segunda ordem	178
999	DÉBORA RODRIGUES ROCHA	Estimativa de temperatura máxima atingida por solos submetidos a queimadas empregando regressão por mínimos quadrados parciais	179
903	ERKLAYLLE GABRIELY CUSTODIO DA SILVA	Estudo do envelhecimento artificial do papel por tratamento térmico empregando espectroscopia no infravermelho e seleção de variáveis	180
780	FABÍOLA MANHAS VERBI PEREIRA	Evaluation of multivariate calibration and non-destructive EDXRF for direct determination of Cu, K, Sr and Zi in cocoa beans	181
943	FELIPE RODRIGUES DOS SANTOS	Fusão de dados vis-NIR com EDXRF para determinação da capacidade de troca catiônica de solos de uma toposequência derivada do basalto	182
1149	GASTON PIERINI	Fusión de datos aplicado a lenguas electrónicas voltamperométricas. Mejora en el poder predictivo	183
1169	GABRIELY SILVEIRA FOLLI	Identificação de adulteração em azeite de oliva extra-virgem por microNIR associada à SVM Mult-class e SVM One-class com adição de outliers artificiais	184
976	PATRICIA VALDERRAMA	Imagens digitais e PLS na avaliação reológica e físico-química em farinha de trigo	185
791	ANNE BEATRIZ FIGUEIRA CÂMARA	Matrizes de excitação e emissão de fluorescência para quantificação e identificação de adulteração em diesel/biodiesel usando MCR-ALS e nPLS	186
1176	LAYLA PAIXÃO SANTOS	Método de detecção de droga percussora do golpe “Boa Noite, Cinderela” por espectroscopia Raman em instrumentação portátil e calibração multivariada	187
1073	LEONARDO VALDERRAMA	Modelo semiquantitativo na avaliação de carbendazim em sucos de uvas	188
1124	WERÔNICA DE LIMA FURTADO	Monitoramento da produção de biodiesel utilizando FTIR-ATR e MCR-ALS com restrição de correlação	189
900	FLÁVIO MONTENEGRO DE ANDRADE	Monitoramento em tempo real da produção de biodiesel utilizando um espectrômetro NIR ultracompacto e calibração multivariada	190
1085	WILSON CARDOSO	Otimização de pré-tratamentos para modelos PLS utilizando espectroscopia NIR	191
981	FABIANA DE CARVALHO PIRES	Potential of NIR spectroscopy with chemometric models to exact prediction of roasting degree in intact and ground specialty coffees based on Agron	192
1085	WILSON CARDOSO	Predição antecipada da curva de maturação de cana-de-açúcar utilizando espectroscopia NIR	193
1045	ALEXANDRE GOMES MARQUES DE FREITAS	Predição de resíduos de Ivermectina em leite empregando Random Forest	195
901	VITOR DANTAS ALVES	Quantificação de ivermectina em medicamentos veterinários por espectrofluorimetria associada a quimiometria	196
1006	JUSSARA V ROQUE	Seleção dos preditores ordenados (OPS): um tutorial	197
853	JEDAIAS MARREIROS DOS SANTOS JUNIOR	Significância estatística de modelos PLS através de permutações	199
836	MATHEUS DE CALDAS BARRETO	Uso de absorção UV/Vis e reação de fenton para a geração de dados de ordem superior	200
1176	LAYLA PAIXÃO SANTOS	Verificação de autenticidade do mel utilizando espectroscopia NIR em equipamento portátil e máquina de vetores de suporte	201

Código	Participante	Título do Trabalho	Página
1007	YURI G DIAS	Verificação do teor de proteína em suplementos alimentares do tipo Whey protein in natura com espectrofotômetro NIRFT de bolso	202
Tema: Planejamento e otimização de experimentos			203
814	RENNAN GEOVANNY OLIVEIRA ARAUJO	Análise de especiação química de Se inorgânico em cervejas após otimização multivariada de um sistema MSFIA-HG-AFS	204
969	MANOELLY OLIVEIRA ROCHA	Análise exploratória da edoxabana por voltametria de pulso diferencial	205
927	DANIEL LEVI FRANÇA DA SILVA	Aplicação da matriz Box-Behnken para otimização de parâmetros de geração de vapor frio de Hg e determinação por AFS em amostras de água do mar	206
1198	GILVANDA LEÃO DOS ANJOS	Aplicação de planejamento Box-Behnken na otimização da extração de compostos fenólicos em pimenta malagueta	207
944	SARA REGINA RIBEIRO CARNEIRO DE BARROS	Aplicação de planejamento experimental fatorial em análise sensorial de sobremesas lácteas	208
776	KETOLLY NATANNE DA SILVA LEAL	Aplicação de planejamento experimental para investigação de deterioração de produtos lácteos	209
849	PRISCILLA CARÔSO DA ROCHA	Aplicação de planejamento fatorial 2 ² para avaliar a disponibilidade de Cu, Fe e Mn em chás preparados a partir de sachês	210
1002	GILSON AUGUSTO HELFER	Aplicação de processamento paralelo na seleção de variáveis espectrais utilizando dispositivos móveis	211
1205	MARCOS LEVI CAZAES MACHADO DOS REIS	Aplicação do planejamento Box-Behnken na otimização da D- μ SPE para determinação multielementar em amostras de tomates por EDXRF	212
1099	JULIA CARNEIRO ROMERO	Aplicação do planejamento de misturas para otimização de procedimentos de digestão de amêndoas de cacau (Theobroma cacao L.) com ácido diluído	213
1137	NATHÁLIA GARCIA NUNES DE FARIAS	Aplicação do Planejamento Experimental Composto Central na Avaliação da Atividade Antifúngica da Schinopsis brasiliensis	214
1139	SHEYLLA MYRELLE DA SILVA QUEIROZ	Aplicação do planejamento multivariado na otimização da EIEB para análise multielementar em amostras de chocolate por técnicas espectroanalíticas	215
1144	DENISE TIEMI UCHIDA	Avaliação da atividade antifúngica de nanocarreadores lipídicos contendo óleo essencial de Cymbopogon martinii	216
781	FERNANDA CARLA BOCK	Comparação do desempenho dos aplicativos PhotoMetrix UVC e Photometrix PRO empregando câmera do smartphone ou externa através da porta USB	218
912	ABINOAN DA SILVA RODRIGUES	Decomposição ácida de amostras de resina de PET usando planejamento com abordagem de coordenadas polares para determinação de P e Mg	219
1182	PEDRO VICTOR BOMFIM BAHIA	Delineamento simplex-centroid na otimização de microextração sólido-líquido para determinação de compostos orgânicos sulfurados em sedimentos marinhos	220
808	VINNÍCIUS HENRIQUE CERQUEIRA DA SILVA	Desenvolvimento de estratégias analíticas para a determinação de macro, micronutrientes, cafeína e epicatequina em bebidas à base de guaraná	222
862	RAFAEL CONCEIÇÃO COSTA	Desenvolvimento de método colorimétrico por imagem digital para determinação de fenólicos totais em goiaba rosa (Psidium guajava L.)	223
906	MIGUEL OLIVEIRA SILVA SANTOS	Desenvolvimento de métodos para análise de bioativos fenólicos em amostras de hibisco	224
1082	CAMILA SANTOS DOURADO	Determinação de sacarina em chás diet utilizando polímero molecularmente impresso (MIP): otimização da extração em fase sólida (SPE)	225

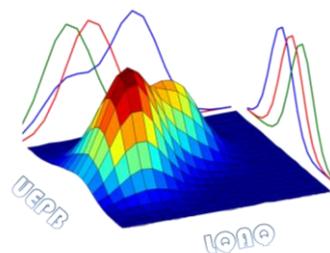
Código	Participante	Título do Trabalho	Página
833	JOCIMAR DA SILVA SANTOS	Efeito do Tamanho de Partícula e Concentração de Infusão na Ação Antifúngica in vitro da <i>Schinopsis brasiliensis</i> Usando Planejamento Composto Central	226
840	LIZ OLIVEIRA DOS SANTOS	Emprego de matriz Doehlert na otimização de método para decomposição ácida aplicado a amostras de farinha de semente de abóbora	227
1080	FABIANA CASARIN	Estudo da extração de sacarina em fase sólida molecularmente impressa por planejamento experimental	228
804	ANTONIO JOSE FERREIRA GADELHA	Estudo do processo Fenton na degradação de corante através de um Delineamento Composto Central (DCC)	229
923	JHONY RIBEIRO ALVES	Estudo Quantitativo das Condições Experimentais Sobre a Energia de Ativação de Reações E2 Modeladas Computacionalmente	231
1080	FABIANA CASARIN	Éter de petróleo - um solvente não-clorado na extração de fitocanabinoides para o teste colorimétrico com fast blue b	232
1174	WELLINGTON DA SILVA OLIVEIRA	Identificação de marcadores voláteis em cafés tradicionais e gourmet utilizando SPME-GC-MS/MS e análise de componentes principais	233
831	MARTA MARIA OLIVEIRA DOS SANTOS	Metodologia da superfície de resposta aplicada para melhoria da síntese de éster de aroma de casca de maçã e citrus (butirato de hexila)	234
808	VINNÍCIUS HENRIQUE CERQUEIRA DA SILVA	Metodologia de extração assistida por ultrassom para determinação de macro e micronutrientes em guaraná	235
1133	EWELYN CINTYA FELIPE DOS SANTOS	Otimização da extração de flavonoides das folhas de <i>Punica granatum</i> utilizando planejamento fatorial	236
795	HILTHON ALVES RAMOS	Otimização da extração de flavonoides totais da folha de <i>Croton Blanchetianus</i> Baill. assistida por ultrassom	237
939	LAÍS DE NOVAES PIRES	Otimização da microextração em fase sólida dispersiva assistida por Ar (AA-D- μ -SPE) para determinação multielementar em amostras água por EDXRF	238
814	RENNAN GEOVANNY OLIVEIRA ARAUJO	Otimização da solubilização alcalina assistida por ultrassom de rações úmidas para animais de estimação e análise por ICP OES	239
910	JULIETH PATRICIA GONZALEZ HERRERA	Otimização das condições de extração dois compostos majoritários da <i>Piper corcovadensis</i> e redução de coextrativos usando fluido super crítico	240
786	SHEILA CATARINA DE OLIVEIRA	Otimização de Parâmetros para Degradação de Atrazina por Persulfato Ativado com Ferrihidrita	241
939	LAÍS DE NOVAES PIRES	Otimização de procedimento de pré-concentração por coprecipitação para determinação de Mn, Ni, Cr e Cd em amostras de cervejas por EDXRF	242
1107	GABRIEL ROCHA MARTINS	Otimização de variáveis para aproveitamento dos fenólicos das fibras de coco (<i>Cocos nucifera</i> L.) para inibição da corrosão em aço carbono AISI 1020	243
972	VÂNIA DE LOURDES DAS GRAÇAS TELES	Otimização do procedimento de microextração assistida por ultrassom para determinação de cádmio em manjeriço cultivado em hidroponia	244
993	BRUNO OLIVEIRA MOREIRA	Otimização do processo de extração assistida por ultrassom dos fenólicos das folhas de <i>Schinopsis brasiliensis</i> usando metodologia de superfície de resposta	245
1130	SUZANA PEDROZA DA SILVA	Otimização do processo de torrefação de blends de variedades de café	247
1005	MARCOS DE ALMEIDA BEZERRA	Otimização multivariada de método para a determinação de cobre e manganês em água de coco por FAAS após microextração líquido-líquido dispersiva	248

Código	Participante	Título do Trabalho	Página
865	GEOVANI CARDOSO BRANDÃO	Otimização multivariada de um sistema de pré-concentração em linha usando nanopartículas de CoFe ₂ O ₄ /TAR para determinação de Pb em águas naturais	249
1188	BRUNA ROSA DA SILVA SANTOS	Otimização multivariada para extração de compostos bioativos em amostras de azeitonas em conserva	250
1193	LARISSA CELESTE ORMENESE	Pareamento de bebidas vegetais e café solúvel	251
1185	WESLEY CANDIDO SANTOS	Perfil de Ação Antifúngica da <i>Schinopsis brasiliensis</i> Frente a <i>Candida glabrata</i> Utilizando Planejamento Experimental Composto Central	252
1097	JANAINA CARLA BARBOSA MACHADO	Planejamento Box-Behnken para triagem de variáveis no processo de secagem por aspersão de extrato das folhas de <i>Punica granatum</i>	253
796	FRANCIELE CASTRO NOVAIS	Planejamento de mistura aplicado na otimização de um método de digestão usando ácido diluído e detecção por ICP OES	255
961	IAGO NASCIMENTO PEREIRA	Planejamento Doehlert aplicado na otimização da produção de lipase utilizando o bagaço de malte de cevada	256
961	IAGO NASCIMENTO PEREIRA	Planejamento Doehlert aplicado na otimização da produção de poligalacturonase (PG) no resíduo de laranja pera (<i>Citrus sinensis</i> L. Osbeck)	257
1185	WESLEY CANDIDO SANTOS	Planejamento experimental composto central aplicado à otimização da ação biológica da <i>Schinopsis brasiliensis</i> frente à <i>Candida Krusei</i>	258
923	JHONY RIBEIRO ALVES	Planejamento fatorial 2 ³ na avaliação quantitativa dos fatores que afetam a energia de ativação de reações E2 modeladas computacionalmente	259
919	KAIO HEMERSSON OLIVEIRA ROMÃO	Planejamento fatorial 2 ³ no estudo quântico computacional de reações SN2: avaliação quantitativa dos fatores que afetam a energia de ativação	260
1134	KETHLIN FLORA CURIEL	Planejamento fatorial aplicado na mineralização de resíduo de DPPH	261
995	FILIPE BARBOSA SANTANA	Planejamento fatorial completo aplicado na avaliação da influência da cocção na concentração de minerais em folhas de palma forrageira do estado da Bahia	262
940	RODRIGO DE JESUS ARAUJO	Sistema de foto-oxidação em linha para degradação de corante têxtil utilizando H ₂ O ₂ 30% e radiação UV	263
1061	MARÍLIA PESSOA DOS RAMOS	Otimização das condições de extração dois compostos majoritários da <i>Piper corcovadensis</i> e redução de coextrativos usando fluido super crítico	264
1005	MARCOS DE ALMEIDA BEZERRA	Uso de ferramentas multivariadas na otimização da solubilização alcalina de carne de bode com TMAH para determinação de metais por FAAS	265
1004	UILLIAN MOZART FERREIRA DA MATA CERQUEIRA	Uso de ferramentas quimiométricas na otimização da extração de metais em óleos vegetais e exploração de dados após detecção por HR-CS F AAS	266
971	LEONARDO SENA GOMES TEIXEIRA	Uso de planejamento fatorial para avaliação de agentes estabilizantes na amostragem em suspensão para determinação multielementar em fórmulas nutricionais enterais por espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente	267



RESUMOS

ANÁLISE MULTIVARIADA



Algoritmos inteligentes para quantificação dos marcadores de extratos dos frutos de *Libidibia ferrea* por espectroscopia UV/Vis.

Maria Karoline da Silva Andrade^{1,2} (PG)*, Maíra Araújo de Santana³ (PG), Magda Rhayanny Assunção Ferreira¹ (PQ), Wellington Pinheiro dos Santos³ (PQ), Luiz Alberto Lira Soares^{1,2} (PQ)
*karoline.andrade@ufpe.br

¹Núcleo de Desenvolvimento Analítico e Tecnológico de Fitoterápicos (NUDATEF-UFPE), SN, 50740-521.

²Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas (PPGCF-UFPE), SN, 50740-600.

³Programa de Pós-Graduação em Engenharia da Computação (PPGEC-UPE), 455, 50720-001.

Palavras Chave: Inteligência Artificial, *Libidibia ferrea*, Produtos Naturais.

Introdução

Segundo a Organização Mundial de Saúde, a medicina tradicional é o principal pilar em serviços de saúde e uma das preocupações é garantir a qualidade e segurança dos produtos da medicina tradicional¹. Entre as espécies vegetais promissoras do Nordeste brasileiro, insere-se *Libidibia ferrea*, por possuir relatos das atividades anti-inflamatória, antimicrobiana e analgésica². Entretanto, as técnicas analíticas utilizadas no controle de qualidade, como a quantificação dos marcadores por espectroscopia no UV-Vis ainda possui uso de reagentes além de inúmeros passos. Nesse sentido, a quimiometria tem se mostrado uma ferramenta promissora no controle de qualidade de drogas vegetais, e, associada a inteligência computacional, pode tornar-se uma ferramenta ainda mais robusta e eficaz³. Diante do exposto, foram realizados testes para quantificação de ácido gálico (AG) e ácido elágico (AE), em extratos brutos de *L. ferrea* utilizando CLAE, Espectroscopia UV-Vis e algoritmos inteligentes para regressão. Utilizando-se 210 amostras, e faixas de concentração de: 0,42-7,77g% AG e 0,56-4,21g% AE. Como variáveis de entrada do algoritmo foram utilizados os valores de absorbância expressos em U.A.

Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta o boxplot dos coeficientes de correlação para os testes realizados com a base do ácido elágico. O melhor resultado, do algoritmo SMOReg, apresentou índice de correlação superior a 0,90 com baixa dispersão. Este regressor tem

por característica a generalização, indicando viabilidade para problemas similares.

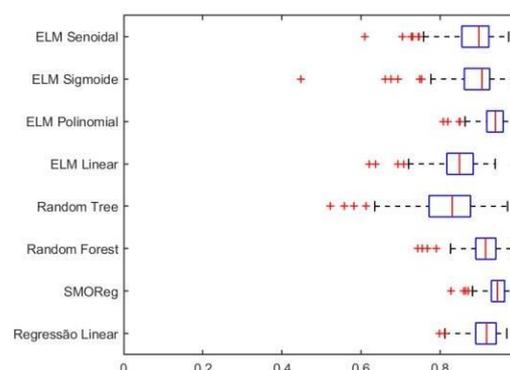


Figura 1. Boxplot do coeficiente de correlação por regressor para a base do ácido elágico.

Conclusões

Os resultados obtidos mostram que o método é promissor, mesmo sem pré-processamento dos espectros. Como perspectivas futuras o uso de redes neurais profundas pode tornar a ferramenta mais robusta, visto que são ideais para problemas complexos como a identificação de compostos em matrizes vegetais.

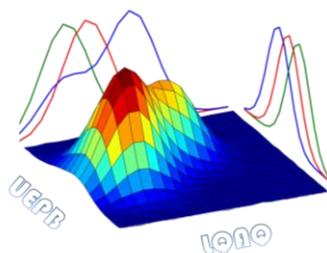
Agradecimentos

FACEPE, CNPq.

¹OMS. WHO traditional medicine strategy: 2014-2023. China, 2013.

²Ferreira, M. R.A. e Soares, L.A.L. *J. Med. Plants. Res.* **2015**, *140*, 150.

³Li, Y.; Shen, Y.; Yao, C. e Guo, D. *J. Pharm. Biomed. Anal.* **2020**, *185*, 113215



Análise de componentes principais (PCA) aplicada na caracterização de compartimentos no litoral capixaba em função dos parâmetros químicos e morfodinâmicos

Vinicius Câmara Costa (PQ),¹ Maiara Krause (PG),¹ Luiza Valli Vieira (PG),¹ Mateus Rasch (IC),¹ Geisamanda Pedrini Brandão Athayde (PQ),¹ Jefferson Rodrigues de Souza (PQ)¹ e Maria Tereza Weitzel Dias Carneiro (PQ)¹ camara.costa@hotmail.com

¹Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), Vitória, ES.

Palavras-Chave: MPS, Rio Doce e PCA

Introdução

A composição química das praias do Espírito Santo (ES), vem sendo avaliadas desde o rompimento da barragem de Fundão, que liberou milhões de toneladas de metros cúbico de rejeito de mineração atingindo as praias do ES por meio do Rio Doce. Desde então os níveis de elementos químicos (Al, As, Ba, Cd, Co, Cr, Fe, Mn, Ni, Sn e Zn) vem sendo determinados ao longo de 13 estações amostrais que foram agrupadas em três compartimentos denominados de A, B e C. Além dos parâmetros químicos, alguns parâmetros morfodinâmicos como os teores de carbonato, lama, mineral pesado, areia e cascalho também foram determinados. As amostras analisadas são provenientes do perfil emerso da praia. Como ferramenta para a interpretação dos dados a análise de componentes principais (PCA) foi usada.

Resultados e Discussão

A Figura 1a, mostra uma tendência a formação de 3 grupos, formado pelos diferentes compartimentos. As amostras do compartimento A (amarelo) estão agrupadas no quadrante positivo da PC1 e PC2, respectivamente. Essas amostras são bem diferentes quando comparadas com as amostras dos compartimentos B e C. Esse agrupamento é fortemente influenciado pelas maiores concentrações de carbonato, Al, As, Ba, Fe, Mn, Ni, Pb, V e Ni de acordo apresentado no gráfico de pesos (Figura 1b). Os compartimentos B e C, apresentam uma tendência à separação (Figura 1a), sendo que as amostras do compartimento B e C tendem a se deslocar para o quadrante positivo e negativo da PC2, respectivamente. As

amostras do compartimento B estão correlacionadas principalmente com elevados teores de cascalho, o que contribui para a diminuição nas concentrações dos elementos químicos, como pode ser visto na Figura 1b. Já as amostras do compartimento C estão correlacionadas com maiores teores de lama e areia (Figura 1b) o que contribui com maiores concentrações dos elementos químicos.

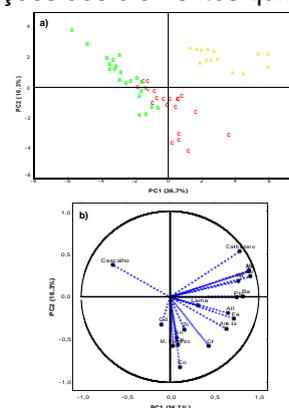


Figura 1. Escores (a) e pesos (c) para PC1 e PC2 em função das amostras da praia emersa; compartimento A (amarelo); compartimento B (verde) e compartimento C (vermelho).

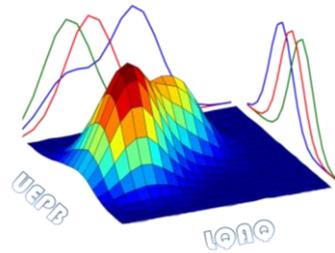
Conclusões

De forma geral, podemos inferir que as concentrações dos elementos químicos são maiores nos compartimentos A, C e B respectivamente.

Agradecimentos

PMBA/FEST/Renova

¹ Curtis, M. D.; Shiu, K.; Butler, W. M. e Huffmann, J. C. *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 3335.



Análise de componentes principais da biomassa de microalga cultivada em água residual urbana para geração de biofertilizante

Adna Caroline Vale Oliveira^{2*} (PG); Antônio Gabriel Lessa Soares² (PG); Isadora Machado Marques¹ (PG); Ícaro Thiago Andrade Moreira¹ (PQ).

¹ Green-Blue Laboratory, Departamento de Engenharia Ambiental, Universidade Federal da Bahia, CEP 40210-630, Salvador, BA - Brasil

² Programa de Pós- Graduação em Desenvolvimento Regional e Urbano, Universidade Salvador, CEP 41770-235, Salvador, Ba- Brasil. *adnacaroline@hotmail.com.

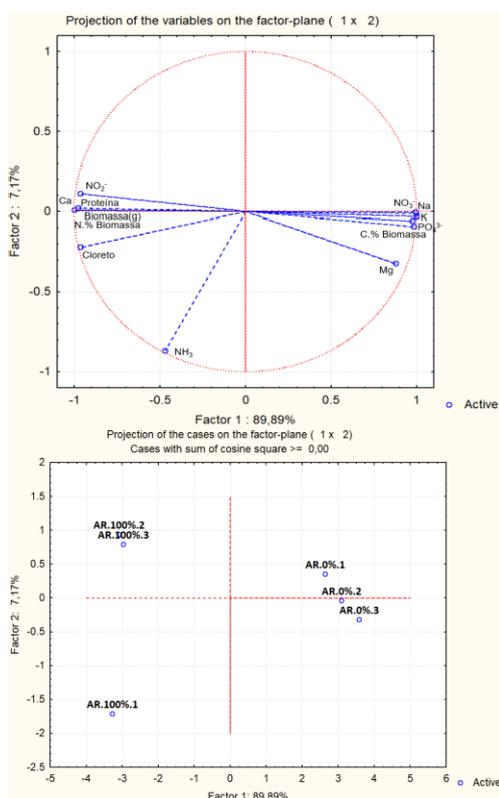
Palavras Chave: Tratamento de água residual, recuperação de nutrientes, agricultura.

Introdução

Biofertilizantes são uma importante estratégia de fornecimento de nutrientes para setor agrícola minimizando os impactos ambientais associados ao uso excessivo de pesticidas¹. O trabalho teve como objetivo avaliar o potencial de produção de biofertilizante, a partir da análise do perfil de nutrientes da biomassa de microalgas cultivadas em água residual urbana. Os resultados obtidos das análises, foram correlacionados através da Análise de Componentes Principais - PCA.

Resultados e Discussão

Figura 1. PCA da relação entre os nutrientes e elementos analisados da biomassa para geração de biofertilizante



Verifica-se através da análise multivariada (PCA) representada pela figura 1, uma relação entre a produção de biomassa e consumo do nitrito, nitrato e fosfato da água residual. Evidencia-se uma correlação entre o nitrogênio intracelular acumulado na biomassa que pode ser utilizado como biofertilizante disponibilizado no solo para absorção pelas raízes das plantas. O cultivo em água residual proporcionou maior acúmulo de nitrogênio na biomassa quando comparado com o meio de cultura. A biomassa microalgal disponibiliza macronutrientes (N, P e K) e micronutrientes requeridos para fertilização de plantações em custos menores.

Conclusões

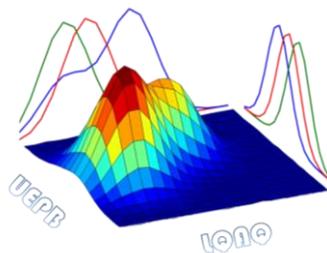
O cultivo das microalgas em águas residuais urbanas é vantajoso devido aos nutrientes fornecidos para a biomassa microalgal reduzindo os custos com meio enriquecido de nutriente sintético. As vantagens do uso da biomassa de microalgas são pelo seu cultivo ser possível utilizando águas residuais, substituindo o uso de água potável. A biomassa microalgal apresenta uma gama de possibilidades para geração de bioprodutos, dentre estes o biofertilizante proporcionando um cultivo agrícola mais sustentável sem uso de agrotóxicos.

Agradecimentos

Agradecemos ao Laboratório LEPETRO/IGEO/UFBA pelo suporte as análises e à Universidade Salvador- UNIFACS.

¹ Jiao, C. M.; Liu, S. Sci. Total Environ. 2018, 613-614, pp. 829-839.

² Jackeline, S, C; Maria, L, C; Jessica, F; Paula, P, A; Vinícius, J, R. Sci. Total Environ. 2020,224, 138



Análise de componentes principais na composição lipídica de óleo de girassol extraído com folhas de oliveira usando propano comprimido e Soxhlet.

Jonas M. Jaski¹ (PG)*, Karen K. B. Abrantes¹ (PG), Ana B. Zanqui¹ (PQ), Camila da Silva¹ (PQ), Carlos E. Barão^{1,2}(PQ), Lúcio Cardozo-Filho¹(PQ). jonasmjaski@hotmail.com

¹Universidade Estadual de Maringá, ²Instituto Federal do Paraná.

Palavras-chave: tocoferol, estigmasterol, fitosteróis.

Introdução

Folhas de oliveira são descartadas pela indústria, entretanto sua composição química é muito atrativa em termos de compostos bioativos. Neste trabalho, utilizamos duas técnicas de extração para obtenção de óleo de girassol puro (OLE) e incorporado com compostos bioativos provenientes de folhas de oliveira (SFO+OLE). Grãos de girassol, folhas de oliveira e a mistura entre elas (3:1 v/v) foram extraídas usando propano comprimido (60°C, 12MPa, 1,5 ml.min⁻¹ por 1h) (CPE) e usando hexano via Soxhlet (70°C por 8h) (SOX)¹. Os óleos foram analisados por cromatografia em fase gasosa e espectrometria de massas e os compostos bioativos foram quantificados². A análise de componentes principais (PCA) foi utilizada para avaliar a efetividade do método utilizado em relação aos principais compostos bioativos incorporados na extração simultânea de grãos de girassol e folhas.

Resultados e Discussão

Para a análise de compostos ativos foram consideradas a composição do óleo de girassol (SFO), do óleo de girassol extraído com a folha de oliveira (SFO+OLE) e do extrato de oliveira (OLE). O objetivo foi identificar os principais compostos ativos e quantificar o incremento promovido pelo acréscimo das folhas de oliveira no SFO+OLE. Segundo a PCA, as duas primeiras dimensões resumem 99,4% da composição química relativa aos compostos ativos do SFO, OLE e SFO+OLE, extraído pelos dois métodos. Na Dim₁ a contribuição dos compostos ativos é muito semelhante, tanto para o total de tocoferóis (representado principalmente pelo

α-tocoferol) como para o total de fitosteróis (com destaque para 1-octacosanol (17,4%) β-sitosterol (17,0%), campesterol (16,9%) e 1-triacontanol (16,7%). Na Dim₂ as maiores contribuições se devem ao estigmasterol (40,2%) e α-tocoferol (29,3%).

Observou-se que o OLE extraído com propano comprimido (6) favoreceu a extração de fitosteróis (1-Octacosanol, 1-triacontanol e estigmasterol), enquanto o OLE extraído via Soxhlet (3) favoreceu principalmente a extração de α-tocoferol e β-sitosterol.

Para a extração com propano comprimido, no SFO+OLE houve incorporação de 1-triacontanol e 1-octacosanol, ambos não encontrados no SFO. Considerando os fitosteróis encontrados exclusivamente na folha de oliveira, ou seja, a extração conjunta de grãos de girassol e folhas de oliveira promoveu a translocação de 4,6% de 1-octacosanol e 5,8% de 1-triacontanol para o SFO+OLE utilizando o propano comprimido.

Conclusões

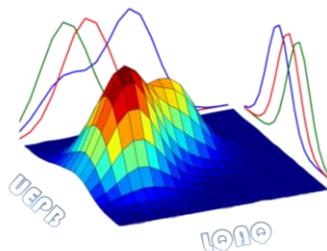
Pode-se concluir que a PCA foi efetiva para demonstrar a relação entre os métodos de extração e os compostos bioativos extraídos e incorporados no óleo de girassol a partir das folhas de oliveira.

Agradecimentos

À CAPES, CNPq e FAPESP.

¹Cuco, R.P., Massa, T.B., Postau, N., Cardozo-Filho, L., da Silva, C., Iwassa, I.J. J. Supercrit. Fluids. **2019**, 152, 104568.

²Fernández-Arche, A.; Marquez-Martín, A.; Vazquez, R. de la P.; Perona, J.S.; Terencio, C.; Perez-Camino, C.; Ruiz-Gutierrez, V. Journal of nutritional Biochemistry. **2009**, 20, 155-162.



Análise de dados multi-tabelas (COMDIM) para avaliação de proteínas de origem animal e vegetal por espectroscopia NIR e texturômetro.

Marcela de Souza Zangirolami^{1*} (PG), Thaysa Fernandes Moya Moreira² (PG), Fernanda Vitória Leimann¹ (PQ), Patricia Valderrama¹ (PQ), Paulo Henrique Março¹ (PQ)

e-mail: marcelazangirolami@gmail.com*

¹ Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), CEP 87301-899- Campo Mourão- PR.

² Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos, Universidade Estadual de Maringá (UEM), CEP 87020-900- Maringá- PR.

Palavras Chave: NIR, Textura, ComDim

Introdução

Alimentos ricos (ou enriquecidos) em proteínas podem atuar no controle da perda/ganho de massa muscular conforme a idade, além de auxiliarem no controle dos níveis de açúcar no sangue, pressão sanguínea e outros transtornos como a obesidade. Somando-se as possíveis semelhanças funcionais das proteínas, questões filosóficas relacionadas ao trato animal e ao meio ambiente geram consumidores extremamente restritivos, o que exige análises de distinção entre as fontes. Visto que a textura é um dos itens de maior importância acerca da aplicabilidade de alimentos, esse estudo propõe a utilização da espectroscopia NIR associada a ferramenta ComDim para caracterização de proteínas comerciais, em pó, de origem animal e vegetal quanto aos parâmetros de textura identificados por um texturômetro.

Resultados e Discussão

Na dimensão comum 1 (CD1), a técnica que apresentou maior saliência foi a TPA. Os scores, Figura 1 (A) fornecem informações sobre as semelhanças e diferenças entre as amostras. Na parte negativa de CC1 foram discriminadas as proteínas animais, com exceção das amostras 2 e 22, já as vegetais em CC1 positivo, exceto as amostras 45 e 48. De acordo com os loadings, Figura 1 (B) as variáveis mais importantes na discriminação das amostras, foram mastigabilidade e gomosidade.

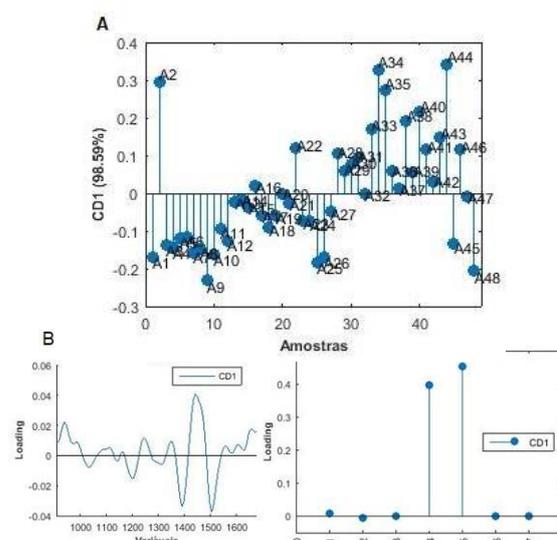


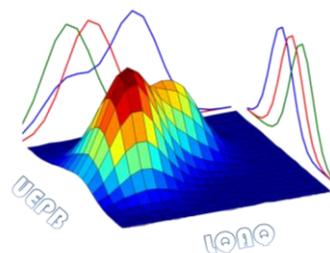
Figura 1. Resultado da análise multi-tabela ComDim (A) scores de CD1 (B) loadings de CD1. (1) Dureza (2) Adesividade (3) Elasticidade (4) Mastigabilidade (5) Gomosidade (6) Coesão (7) Resiliência.

Conclusões

A partir do uso da ferramenta ComDim foi possível relacionar as vibrações espectrais da região NIR com os parâmetros de textura.

Agradecimentos

A CAPES- Código de Financiamento 001, Fundação Araucária e CAMultiCM.



Análise discriminante de tomates orgânicos e não orgânicos empregando espectrometria de massas por ionização *paper spray* (PS-MS) e PLS-DA

Mariana Cristine Coelho Diniz¹ (IC)*, Bruna Samara Rocha Ferraz¹ (IC), Marden Claret Fontoura Teixeira¹ (IC), Victória Silva Amador¹ (PG), Bruno Gonçalves Botelho¹ (PQ) e Mariana Ramos Almeida¹ (PQ)

¹Department de Química, Universidade Federal de Minas Gerais, UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

*marianadinix@gmail.com

Palavras Chave: Agrotóxicos, Casca, Classificação

Introdução

De acordo com a ANVISA, o tomate é o 10º alimento com maior percentual de amostras inadequadas para o consumo. Para reduzir o risco de ingestão de substâncias que podem ser nocivas à saúde, a agência sugere a retirada da casca desses alimentos, uma vez que ela é mais rica em pesticidas¹. Uma opção seria o consumo de tomates orgânicos, no entanto são mais caros, e ainda há a possibilidade de fraude na venda de tomates não orgânicos como orgânicos. Com isso, o presente trabalho tem como objetivo analisar a casca de tomates orgânicos e não orgânicos por meio de PS-MS, uma técnica que requer um preparo de amostra simples e não destrutivo, e criar um modelo de classificação (PLS-DA) para tomates orgânicos e não orgânicos.

Para a análise em PS-MS, os compostos da casca dos tomates foram extraídos por fricção de papel cromatográfico umedecido com solução 4:1 (acetonitrila: ácido fórmico 0,2% m/v)². Foram analisadas 24 amostras de tomates orgânicos e 25 de tomates não orgânicos para a construção do modelo.

Resultados e Discussão

Foram escolhidas 3 variáveis latentes, por meio da validação cruzada (20 divisões e 20 interações), visando-se o menor erro médio de classificação (CVCE). As 3 variáveis explicam 35,94% em X e 86,00% em Y. O pré-processamento utilizado foi centrar média.

Não foi identificado nenhum *outlier* pelo gráfico de Resíduos Q x Hotelling T². A Fig.1, apresenta o modelo PLS-DA com apenas um resultado falso positivo.

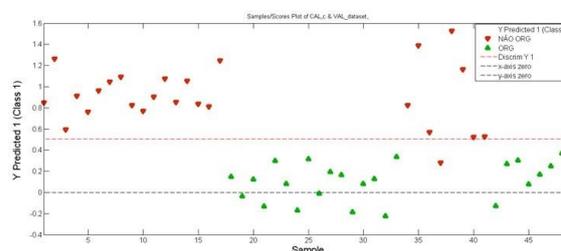


Fig. 1. Modelo PLS-DA: orgânicos x não orgânicos

Os valores de sensibilidade e especificidade preditos pela Curva ROC foram respectivamente 1 e 0,7803. De acordo com os VIP Scores, as principais razões m/z para a classificação do modelo foram: 304, 326, 332, 334, 371, 373, e 383. Os sinais de m/z 304 e 332 podem ser associados a diazota (inseticida) e diclofluanida (fungicida), respectivamente. Para a confirmação de quais moléculas são as responsáveis pela diferenciação, há a necessidade de fragmentação (MS/MS) desses sinais posteriormente.

Conclusões

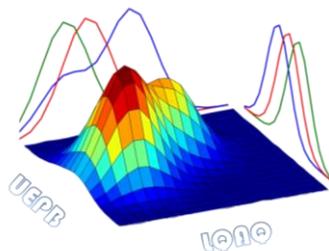
Foi desenvolvido um modelo PLS-DA promissor para a diferenciação de tomates orgânicos e não orgânicos com uma análise rápida e simples por PS-MS.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Fapemig, CNPQ, aos doutorandos Glaucimar Rezende, Ana Fulgêncio e ao professor Rodnei Augusti.

¹ANVISA, PARA. 2018, 136. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/assuntos/agrotoxicos/programa-de-analise-de-residuos-em-alimentos/arquivos/3770json-file-1>.

²Evard, H.; Krueve, A.; Löhmus, R. e Leito, I. J. *Food Compos. Anal.* 2015, 41, 221–225.



Análise discriminante ordinal empregando *Bootstrap* para o cálculo dos limites entre as classes.

Vinícius P. Gonçalves* (PG), Camila Assis (PQ), Marcelo M. Sena (PQ), Mariana R Almeida¹ (PQ)
*vpiresgoncalves@gmail.com

UFMG Av. Pres. Antônio Carlos, 6627 - Pampulha, Belo Horizonte - MG, 31270-901.

Palavras-Chave: PLS-DA, Reamostragem, Classificação.

Introdução

O PLS-DA é um método de análise discriminante originado do método de calibração multivariada PLS. Nele, os valores previstos para cada amostra não são discretos, mas números reais próximos ao valor da variável categórica utilizada no treinamento de cada classe (0/1). Deste modo, faz-se necessário a definição dos limites/limiares (*thresholds*) entre as classes. Na maioria das vezes, o limiar é estimado com base no teorema de Bayes, como o valor previsto correspondente ao encontro da distribuição de probabilidade das duas classes.

O PLS-DA normalmente utiliza uma abordagem “hard”, na qual todas as amostras são necessariamente classificadas entre as classes existentes. Devido às críticas, uma nova abordagem “soft”¹ foi proposta para o PLS-DA, na qual as amostras podem ser atribuídas a nenhuma, uma ou mais classes.

Métodos de reamostragem são utilizados em estatística para a estimativa de parâmetros de interesse, embora seu uso em quimiometria ainda seja restrito. Dentre estes, o *Bootstrap* destaca-se por ser um método robusto, que consiste em várias reamostragens com reposição e é adequado para pequenos conjuntos de dados.

Este trabalho utiliza uma abordagem “soft” para o PLS-DA referida como BOPLS-DA (*Bootstrap Ordinal* PLS-DA), na qual o número de classes a serem previstas simultaneamente é maior que dois e elas são hierarquizadas (previstas como 0/1/2). Além disto, o cálculo dos limites entre essas classes é realizado utilizando reamostragem *Bootstrap*. O BOPLS-DA foi testado em dois conjuntos de dados já publicados: MIR-Café², TXRF-Café³.

Resultados e Discussão

Em todos os conjuntos de dados, além de uma comparação direta entre o BOPLS-DA e o PLS-DA, foi realizada uma análise quando uma classe não modelada no conjunto de treinamento é inserida no conjunto teste. O conjunto de dados MIR-Café é composto por espectros na região do infravermelho médio de pó de café torrado divididos em três classes ordinais: torra leve, moderada e forte. A eficiência total no conjunto teste para o BOPLS-DA foi de 100% e o PLS-DA resultou em 99,1%. Com a retirada de uma classe no conjunto de treinamento, a eficiência total para o BOPLS-DA permaneceu em 100% e para o PLS-DA diminuiu para 83,3%. As mesmas amostras compõem o segundo conjunto de dados, TXRF-Café, mas desta vez analisadas pela técnica de fluorescência de raios X. A eficiência total para o BOPLS-DA foi de 97,2% e a do PLS-DA foi de 95,4%. Com a retirada de uma classe, a eficiência do BOPLS-DA diminuiu para 95,7%, enquanto a do PLS-DA caiu para 83,3%.

Conclusões

É possível afirmar que o BOPLS-DA é uma abordagem viável para problemas de classificação ordinal. Para os conjuntos de dados apresentados, ele apresentou resultados superiores ao PLS-DA.

Agradecimentos

CAPES, FAPEMIG, CNPq

¹Pomerantsev, A. L.; Rodionova, O. Y. *Journal of Chemometrics*, **2018**, 32.

²Assis C, *et al.* *Food Anal. Methods*. **2018**, 11.

³Assis C, *et al.* *Food Chemistry*. **2020**, 3

Análise discriminante para a classificação de carnes de frangos caipiras e de granja por RMN de ¹H

*Gerlon de A. R. Oliveira¹ (PQ), Enya S. de Oliveira¹ (IC), Andressa K. Silva¹ (PG), Marcelo M. Sena² (PQ), Luciano M. Lião¹ (PQ) - gerlon@ufg.br

¹LabRMN, Instituto de Química, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, GO, Brasil; ²Departamento de Química, ICEx, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil

Palavras Chave: testes t múltiplos, RMN, quimiometria.

Introdução

A composição das carnes de frangos criados livres (caipiras) e em granjas foi comparada por espectroscopia de RMN de ¹H. O tratamento quimiométrico dos dados espectrais foi baseado em testes t múltiplos usando o software Excel®, a fim de encontrar variáveis/picos espectrais discriminantes para as duas classes.

Um modelo de regressão linear múltipla, usando apenas duas variáveis (concentrações de leucina, e de carnosina e anserina juntas) discriminou corretamente todas as amostras analisadas. As variáveis foram selecionadas por apresentarem maior diferença nas médias dos grupos, pelo teste t, e menor correlação entre si.

Resultados e Discussão

Foram obtidos 68 espectros de RMN de ¹H de amostras de peito de frango (30 de granja e 38 caipiras), com 80 sinais cada. Os frangos de granja foram discriminados dos caipiras por possuírem menores concentrações de carnosina e anserina, e maiores concentrações de nove constituintes, entre eles sete aminoácidos (Fig. 1).

Conclusões

O teste t se mostrou eficaz em selecionar variáveis para discriminar as carnes de frangos caipiras e de granja a partir de dados de RMN de ¹H. Sete aminoácidos (leucina, treonina, alanina, valina, fenilalanina, tirosina e glicina) e os dipeptídeos carnosina e anserina, juntos, discriminaram completamente as amostras.

Agradecimentos

Agradecemos ao CNPq e à CAPES.

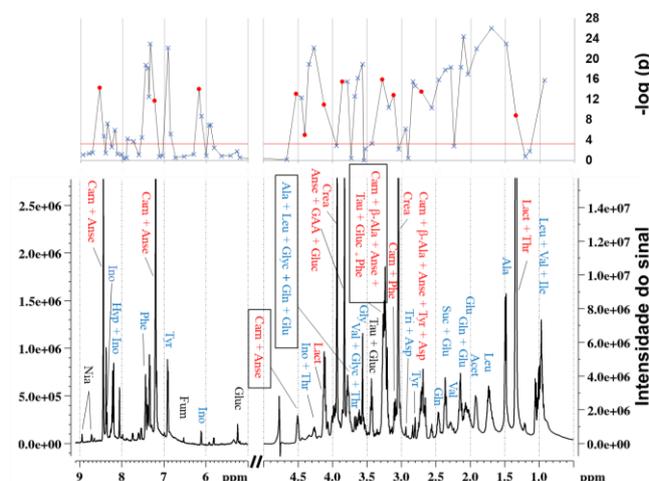
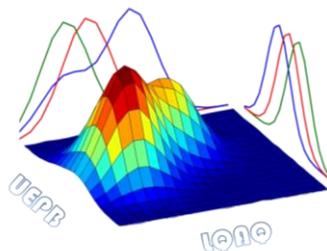


Figura 1. Espectro de RMN de ¹H de uma amostra do peito de frango. * Os pontos acima da linha vermelha, se referem a picos com maiores áreas para os frangos caipiras ou de granja ($p < 10^{-4}$).



Análise estatística aplicada a elementos químicos tóxicos em folhas de parques e praças da RMR.

Thiago M. R. Bastos¹(PG), Marcelo B. G. de Lira²(PG) *, Mechele Santos³(IC), Ítalo B. da Silva⁴(IC), Fabiano F. da Silva⁵(PG), Thiago O. dos Santos⁶(PQ), Elvis J. de França⁷(PQ)

¹tmrb@cin.ufpe.br, ²liramarcelo@hotmail.com, ³micheli2121@gmail.com, ⁴italobraz26@gmail.com, ⁵biologofabiano10@gmail.com, ⁶thiago_cbufpe@yahoo.com.br, ⁷ejfranca@gmail.com

Palavras Chave: Parques e Praças, elementos químicos, Análise estatística multivariada.

Introdução

Estudos da química dos solos e vegetação com relação à incidência de doenças iniciadas em 1980 por Låg e desenvolvida por Zeman et al. (2003) e Selinus (2005) são a base da geoquímica médica, em que, cada caso de poluição, a vegetação é única e deve ser estudada para esse ambiente específico (KABATA PENDIAS, 2011). Esse trabalho teve como objetivo a identificação de possíveis fontes de elementos tóxicos e rotas de contaminação na Região Metropolitana do Recife - RMR, utilizando para isso, a Análise Fatorial por Componentes Principais – PCFA em dados de concentração dos elementos químicos As, Cd, Ni, Pb e Sb determinados por Espectrometria de Absorção Atômica Forno Grafite – GFAAS em folhas de árvores presentes em praças e parques da RMR.

Resultados e Discussão

A Tabela 1, apresenta os valores obtidos pela PFCA, onde o primeiro fator, F1, mostra a correlação entre os valores de concentração de elementos químicos As, Ni e Pb encontrados no Parque 13 de Maio, na Praça da Várzea, no Parque do Engenho do Meio, na Praça do Eng. do Meio BR-10, no Parque de Paulista e no Parque de Jardim Paulista. Já o segundo fator, F2, correlaciona os demais elementos químicos. É possível observar que para diferentes áreas o valor de similaridade entre as concentrações de elementos químicos é variável. Isso demonstra por exemplo, a existência de diferentes fontes de emissão de elementos químicos, como tráfego, desgaste de peças de automóveis e revestimento de pneus, para a Praça da Várzea e o Parque do

Eng. do Meio, e por queima de resíduos no Parque de Paulista.

Tabela 1. Resultados da PCFA dos elementos tóxicos As, Cd, Ni, Pb e Sb quantificados nas folhas de parques e praças da RMR.

Analitos	13 de Maio		Várzea		Eng. do Meio	
	F1	F2	F1	F2	F1	F2
Variância (%)	24,68	22,91	47,48	24,12	37,47	27,87
As	0,565	-0,058	0,134	1,591	-0,491	0,053
Cd	0,094	0,593	0,455	-0,474	0,664	-0,010
Ni	0,445	-0,421	0,387	1,457	0,167	-0,708
Pb	-0,645	-0,448	0,607	1,257	0,518	0,094
Sb	-0,242	0,517	0,507	-0,388	0,146	0,698
Eng. do Meio BR-101						
	Paulista		J. Paulista			
	F1	F2	F1	F2	F1	F2
Variância (%)	46,57	31,42	35,33	24,30	33,68	28,69
As	0,545	-0,418	-0,597	1,435	0,026	-0,683
Cd	0,615	0,103	0,600	1,281	-0,282	0,525
Ni	-0,055	0,748	-0,164	1,867	-0,396	0,363
Pb	0,518	0,189	0,670	1,435	0,614	0,260
Sb	-0,230	-0,468	0,758	-0,077	0,621	0,241

Conclusões

A análise estatística dos resultados obtidos demonstrou que, mesmo exposta a fontes similares de elementos químicos, cada local possui uma dinâmica própria, evidenciando a necessidade de programas de monitoração ambiental.

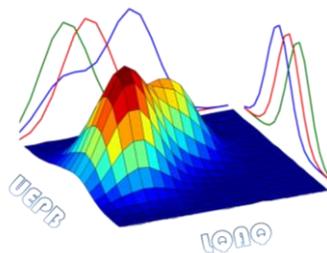
Agradecimentos

CRCN/NE, CNPq, CNEN, FACEPE

Kabata-Pendias, Alina. Trace elements in soils and plants. CRC press, p.512, **2011**.

Zeman, Catherine & Depken, Diane & Senchina, David. Roma Health Issues: A Review of the Literature and Discussion. Ethnicity & health. 8. 223-49, **2003**.

Selinus, Olle & Alloway, Brian & Centeno, Jose & Finkelman, Robert & Fuge, Ronald & Lindh, Ulf. Essentials of Medical Geology. **2005**.



Análise exploratória da presença de 16 compostos carbonílicos em água mineral armazenada em garrafas de tereftalato de polietileno (PET)

Ingrid Marcela Melo Cardozo^{1,2*} (PG), Jeancarlo Pereira dos Anjos^{2,3} (PQ), Franciele Oliveira Santana^{2,3} (PQ), Jailson B. de Andrade^{1,2,3} (PQ).

* *imarce24@gmail.com*

¹Centro Interdisciplinar de Energia e Ambiente – CIEnAm, UFBA, Canela, 40110-040, Salvador-BA, Brasil; ²INCT de Energia e Ambiente, UFBA, 40170-290 Salvador, BA, Brasil. ³Centro Universitário SENAI CIMATEC, 40170-010, Salvador, BA, Brasil

Palavras Chave: *Compostos Carbonílicos, Água Mineral, Garrafa PET*

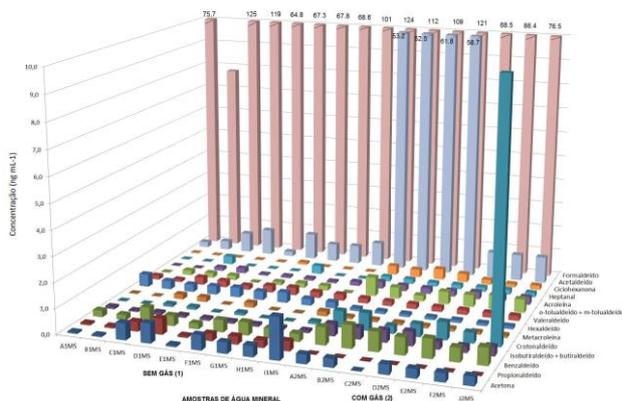
Introdução

O consumo de água engarrafada do Brasil cresce 7,6% ao ano, sendo atualmente o 4º maior produtor de água engarrafada do mundo. Formaldeído (FA) e acetaldeído (AA) são os compostos carbonílicos (CC) mais relevantes no processo de migração das garrafas de PET para a bebida, gerados pela degradação termo-mecânica e termo-oxidativa do plástico. No entanto, outros carbonílicos com riscos à saúde podem migrar para a água¹. Este trabalho teve como objetivo a determinação de 16 compostos carbonílicos em amostras comerciais de água mineral (com e sem gás), comercializadas em recipientes de plástico (PET), envolvendo etapa de pré-concentração, seguida pela análise utilizando UFLC--MS.

Resultados e Discussão

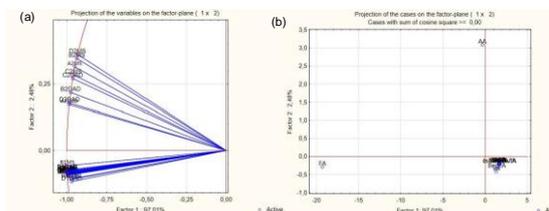
A Figura 1 apresenta as concentrações médias obtidas para os compostos carbonílicos nas amostras de água mineral.

Figura 1. Concentrações médias dos compostos carbonílicos (ng mL⁻¹) para as amostras de água mineral *sem gás* (1) e *com gás* (2)



Formaldeído, acetaldeído e benzaldeído foram encontrados em todas as amostras. A maior concentração foi para FA (125 ng mL⁻¹). Para análise exploratória uma matriz de dados (32x14) foi gerada (Figura 2(a) e (b)).

Figura 2. Gráfico dos *escores* (a) e *loadings* (b) obtido por PCA



Observa-se uma tendência na formação de dois grupos, um deles deslocado para a região de *escores* positivos e caracterizado unicamente por amostras gasificadas. O gráfico de *loadings* mostra que FA e AA são os carbonílicos predominantes e que AA foi a variável que separou o grupo de amostras gasificadas. Os demais CC formam um grupo no PC1 positivo indicando a mesma fonte/processo de contaminação nas amostras.

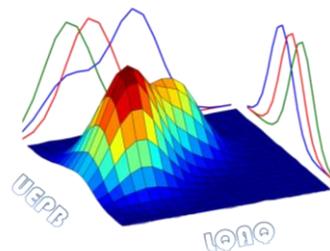
Conclusões

A análise multivariada mostrou que a gasificação pode influenciar na composição dos CC na água mineral, aumentando a concentração, principalmente para o AA.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPESB, INCT E&A

¹ Cincotta, A. Verzera, G. Tripodi, C. Conduro, *Eur. Food Res. Technol.* **2018**, *244*, 433.



Análise exploratória de dados aplicada ao teor de elementos químicos no material particulado em suspensão das praias do litoral norte do Espírito Santo

Vinicius Câmara Costa (PQ),¹ Maiara Krause (PG),¹ Luiza Valli Vieira (PG),¹ Mateus Rasch (IC),¹ Geisamanda Pedrini Brandão Athayde (PQ),¹ Jefferson Rodrigues de Souza (PQ)¹ e Maria Tereza Weitzel Dias Carneiro Lima (PQ)¹ camara.costa@hotmail.com

¹Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), Vitória, ES.

Palavras-Chave: MPS, Rio Doce e PCA

Introdução

Uma elevada carga de material particulado em suspensão (MPS) chega ao litoral norte do estado do Espírito Santo, por meio do Rio Doce.¹ Este, por sua vez, foi diretamente atingindo pelo rejeito do mineiro de ferro proveniente do rompimento da barragem de Fundão em Mariana, Minas Gerais. Tendo em vista o impacto ambiental causado por esse desastre consideramos importante avaliar os níveis de elementos químicos no MPS ao longo das praias que ficam ao norte e ao sul da desembocadura do Rio Doce.

Resultados e Discussão

Os resultados obtidos nesse trabalho são provenientes de duas campanhas amostrais. As amostras foram coletadas em 13 estações amostrais distribuídas ao Sul e ao Norte da desembocadura do Rio Doce. Um total de 52 amostras foram coletadas, e as variáveis determinadas foram as concentrações de Al, As, Ba, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Sn e Zn. Os dados obtidos foram autoescalados e submetidos a uma análise exploratória de dados usando a análise de componentes principais (PCA). As duas primeiras componentes principais (PC1 e PC2) explicaram aproximadamente 97% da variância dos dados. A partir da análise da Figura 1a observamos que existe uma tendência para separação das amostras em função das estações amostrais que ficam ao sul e ao norte da desembocadura do Rio Doce, simbolizadas pelas cores vermelho e azul, respectivamente. É possível verificar com mais detalhes na Figura 1b (*imagem ampliada do aglomerado de amostra da Figura 1a*) que as amostras das estações norte, estão

distribuídas ao longo do quadrante positivo da PC1 e do quadrante negativo da PC2. Já as amostras das estações sul, estão localizadas nos quadrantes positivo da PC1 e PC2. A Figura 1c, indica que as amostras das estações norte possuem a maior concentração elementar.

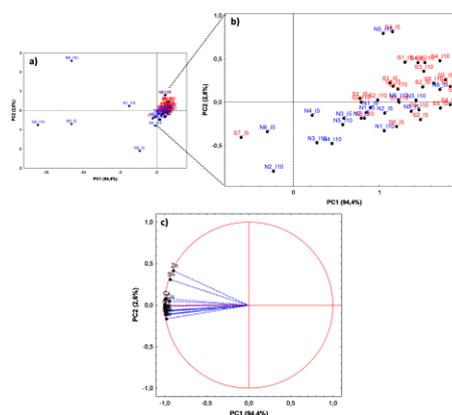


Figura 1. Escores (a-b) e pesos (c) para PC1 e PC2 em função das amostras ao Sul e ao Norte da desembocadura do Rio Doce; Sul (vermelho) e Norte (azul).

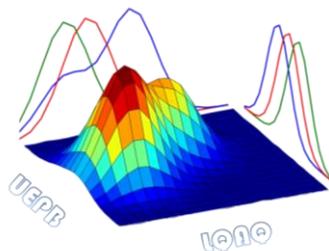
Conclusões

A PCA mostrou-se como uma excelente ferramenta para análise de dados indicando tendências com relação a distribuição das amostras coletadas ao sul e norte da desembocadura do Rio Doce.

Agradecimentos

PMBA/FEST/Renova

¹ Oliveira, T.C.A.; Quaresma, V.S.; Curtis, M. D.; Shiu, K.; Butler, W. M. e Huffmann, J. S. *J. S. Am. Earth Sci.* **2017**, *78*, 101.



Análise exploratória multivariada aplicada à determinação simultânea de dopamina, ácido ascórbico e ácido úrico mediante voltametria cíclica

Thágor Klein (PG)^{1*}, Gabrieli Desiderio (IC)², Jacqueline Arguello (PQ)¹, Vladimir Lavayen (PQ)¹
* thagor.k@gmail.com

¹Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS)

Palavras Chave: voltametria cíclica, fármacos, PCA, HCA.

Introdução

A dosagem simultânea de dopamina (DA), ácido ascórbico (AA) e ácido úrico (UA) traz dificuldades devido ao uso de técnicas de alto custo; alguns dos quais requerem protocolos elaborados.¹ A determinação eletroquímica apresenta vantagens por ser rápida e barata, com a desvantagem da possível presença de picos sobrepostos nos voltamogramas dos analitos analisados. No entanto, o uso de procedimentos matemáticos para reconhecimento de padrões na análise multivariada de dados abre um novo caminho de pesquisa.^{1,2} Assim, nosso objetivo é a determinação simultânea de DA, AA e UA mediante voltametria cíclica usando métodos não-supervisionados.

Resultados e Discussão

Foram analisadas sete amostras, denominadas (A1), da mais diluída, até a mais concentrada (A7) na faixa concentrações de $1,5 \times 10^{-5}$ - $6,0 \times 10^{-3}$ mol L⁻¹, além do software livre Chemostat para análise por agrupamentos hierárquicos (HCA) e análise de componentes principais (PCA).³ O dendrograma mostrado na Figura 1 mostra que as concentrações estão distribuídas em quatro grandes grupos: o primeiro consiste na concentração mais baixa (A1) e na solução do branco. O segundo grupo corresponde às amostras relacionadas à concentração média (A3, A4). Os demais dois grupos são compostos pelas amostras mais concentradas (A5, A6) e (A7).

Os resultados da PCA indicaram que três componentes principais explicam a variância total. Com as cargas PC1 (97,1%), PC2 (2,8%) e PC3 (0,03%), respectivamente. Os *loadings* do PC1 mostram uma influência negativa nas regiões dos potenciais de pico dos três

analitos ocasionada pelo aumento da concentração. Já os *loadings* do PC2 mostram uma pequena sobreposição relacionada a um pequeno deslocamento dos picos de analito com concentrações crescentes. Por fim, discutiremos aqui como foi realizado o processamento matemático e as limitações encontradas no uso de cada uma das ferramentas.

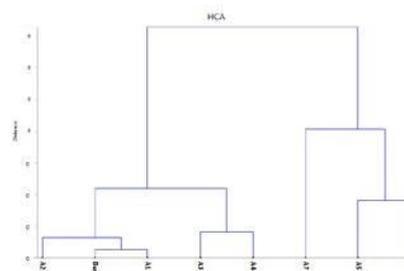


Figura 1. Dendrograma obtido pelo HCA. A1, A2, A3, A4, A5, A6 e A7 representam as sete adições sucessivas dos analitos.

Conclusões

Conclui-se que, uma quantidade maior de informações dos dados podem ser obtidas quando se utiliza ferramentas como HCA e PCA. Como por exemplo, a HCA separou os dados em quatro grupos em ordem de concentração, já a PCA forneceu indícios da sobreposição dos picos e uma possível adsorção do analito entre as adições

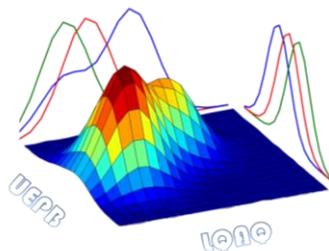
Agradecimentos

A CAPES pela bolsa de mestrado, ao CNPq, INCTBio, Propesq-UFRGS e PPGQ-UFRGS.

¹Akay, C.; Gümüşel, B.; Degim, T.; Tartilmis, S.; Cevheroglu S. *Drug Metabol Drug Interact.* **1999**, 15, 197-205.

²Hu, Y.; Zhao, K.; Gao, F.; Zhang, J.; Xu, D.; Yang, Z.; Yu, Y.; Wu, H.; Zheng, Q. *J. Electrochem. Soc.* **2020**, 167, 027517

³Helffer, G.A.; Bock, F.; Marder, L.; Furtado, J.C.; da Costa A.B.; Ferrão M.F.; *Química Nova*, **2015**, 38, 575-57.



Análise multivariada aplicada a interpretação geoquímica de marcadores nitrogenados em amostras de petróleo

Luise Carvalho Dias (PG)^{1*}, Karina Santos Garcia (PQ)², Olívia M.C de Oliveira (PQ)², Antônio Fernando de Souza Queiroz (PQ)², Maria Elisabete Machado (PQ)^{1,2}

luise.carvalhodias@gmail.com¹; maria.e.pf@gmail.com²

¹Departamento de Química Analítica, Programa de Pós-Graduação em Química, UFBA; ²Programa de Pós-graduação em Petróleo e Meio Ambiente – Pospetro, Instituto de Geociências, UFBA.

Palavras Chave: Marcadores nitrogenados, petróleo, GC-MS/MS

Introdução

Compostos nitrogenados são constituintes minoritários no petróleo (0,1 a 2,0%)¹⁻³ e são divididos em dois grupos: neutros e básicos. Entre os compostos neutros, destacam-se os carbazóis e seus análogos alquilados e benzocarbazóis, que são empregados como marcadores geoquímicos (N-marcadores) avaliados de forma isolada ou através de razões diagnósticas e podem indicar origem, migração, ambiente deposicional e maturidade do petróleo^{4,5}. A cromatografia em fase gasosa acoplada à espectrometria de massas do tipo triplo quadrupolo (GC-MS/MS) é uma técnica poderosa para a determinação de compostos em baixas concentrações, como os N-marcadores, com mínimo de preparo de amostras. Estudos geoquímicos baseados em N-marcadores geram um número considerável de dados cromatográficos. Assim, o emprego de ferramentas quimiométricas pode auxiliar e facilitar a interpretação de dados. No presente trabalho, foi desenvolvida uma metodologia analítica para a determinação de 13 N-marcadores por GC-MS/MS no modo monitoramento de reações múltiplas (MRM). O método foi aplicado em 8 amostras de petróleo da bacia Potiguar. A fim de interpretar geoquimicamente os dados obtidos nos diferentes pontos amostrados, análise de componentes principais (PCA) foi empregada.

Resultados e Discussão

Foram analisadas oito amostras de petróleo de diferentes pontos coletados na bacia Potiguar. Essas amostras foram analisadas em triplicata por GC-MS/MS no modo MRM, sem etapa de

de fracionamento, apenas diluídas em diclorometano na concentração de 0,02 mg μL^{-1} . Foram determinados quantitativamente os seguintes N-marcadores: carbazol, 1-metilcarbazol; 2-metilcarbazol, 9-metilcarbazol, 1,8-dimetilcarbazol; 2,7-dimetilcarbazol, 3,6-dimetilcarbazol, 3-etilcarbazol, 1,4,8-trimetilcarbazol, benzo[a]carbazol, benzo[b]carbazol, benzo[c]carbazol e dibenzocarbazol. A partir das concentrações individuais dos N-marcadores, obtidos por GC-MS/MS (MRM) que foram quantificados (> LOQ), realizou-se a PCA. Vale destacar que dos 13 N-marcadores, 2-metilcarbazol, 9-metilcarbazol e dibenzocarbazol ficaram abaixo do LOQ, assim, os dados foram dispostos em uma matriz com 10 variáveis e 24 amostras (10x24). Nos gráficos da PCA (Figura 1) pode-se visualizar que as duas primeiras componentes principais acumularam 81,19% da variância total dos dados. A PC1 separou as amostras P1 e P2 das demais (Figura 1a) por descreverem maiores quantidades dos N-marcadores conforme demonstrado no gráfico de *loadings* (Figura 1b) estando associadas a características de ambiente marinho (azul) e as demais possivelmente a ambiente lacustre (alaranjado). Além disso, as amostras P1 e P2 também indicam valores maiores de maturidade em relação as demais⁴. Interpretações geoquímicas baseadas em migração não foram realizadas visto que não haviam informações de localização e profundidades suficientes para tal.

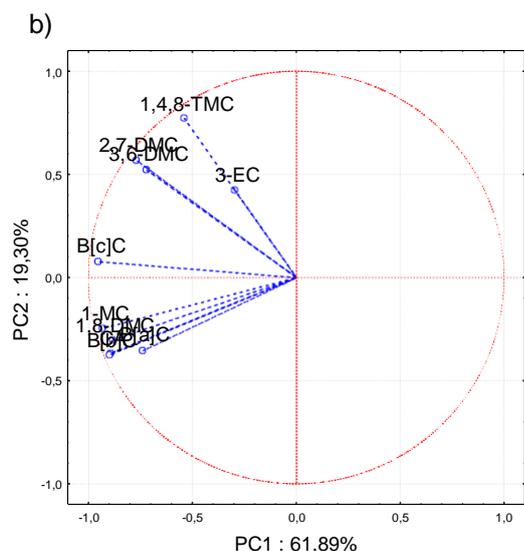
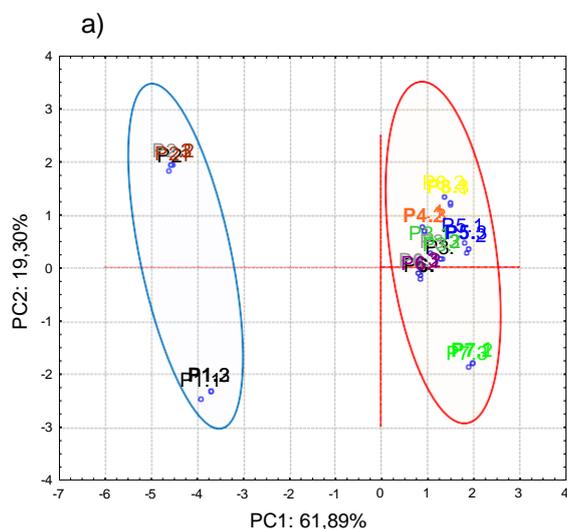
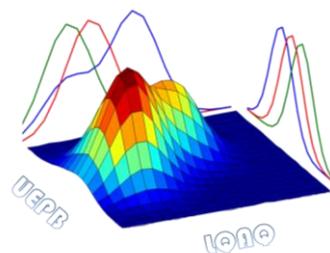


Figura 1. Gráficos de *escores* (a) e de *loadings* (b) PC1 versus PC2.

Conclusões

A análise PCA possibilitou a separação das amostras a partir de similaridades segundo os N-marcadores determinados, sendo possível inferir ambientes distintos de deposição e maturidade. Essas informações estão de acordo com as características da bacia Potiguar, constituída por distintas formações e níveis de maturidade. A avaliação dos parâmetros geoquímicos de migração e origem não foi possível devido a falta de informações na coleta de amostras.

Agradecimentos

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de Mestrado UFBA, a Royal Dutch Shell e ANP, através do Projeto Caracterização Molecular Avançada pelo apoio e financiamento à esta pesquisa; ao Lepetro pela infraestrutura laboratorial e a UFBA.

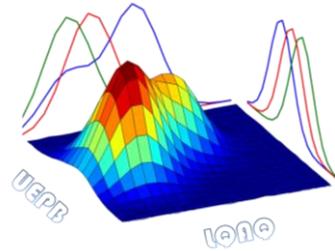
¹Song, H., Wen, Z., & Bao, J. *Chad. Organic Geochemistry*, (2016)

²Prado, G. H. C., Rao, Y., & de Klerk, A. *Energy & Fuels*, 31(1), 14–36 (2016)8, 3335 (2016)

³Li, M., Larter, S. R., Stoddart, D., & Bjorøy, M *Geological Society, London, Special Publications*, 86(1), 103–123 (1995)

⁴Carvalho Dias, L., Bomfim Bahia, P. V., Nery do Amaral, D. & Machado, M. E. *Microchem. J.* 157, 105039 (2020).

⁵Richter, F. P., Caesar, P. D., Meisel, S. L. & Offenhauer, R. *D.Ind. Eng. Chem.* 44, 2601–2605(1952).



Análise multivariada da distribuição e formação de Trihalometanos em água tratada para consumo humano.

Jacqueline P. M. Badaró*(PQ)¹, Vânia P. Campos (PQ)², Franciele O. Santana (PQ)³, Camila L. Santos (IC)²

¹ Instituto Federal da Bahia, Campus Barreiras. 47808-006, Bahia, Brasil. *jacquelinemiranda@ifba.edu.br.

² Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia. 40170-270, Salvador, Bahia, Brasil. ³ Centro Universitário SENAI CIMATEC, 40170-010, Salvador, BA, Brasil.

Palavras Chave: Água tratada, consumo humano, THM.

Introdução

Os Trihalometanos (THM) são subprodutos de desinfecção (DBPs) originados por reações secundárias no tratamento da água com cloro e outros compostos¹ para consumo humano. Estudos apontam correlação entre os THM, representados principalmente por CHCl_3 , triclorometano; CHCl_2Br , bromo-diclorometano; CHBr_2Cl , dibromoclorometano; e CHBr_3 , tribromometano e danos diversos a saúde^{2,3}. Neste trabalho investigou e avaliou a presença desses compostos especiados e totais em água tratada distribuída e armazenada em tanques de condomínios residenciais. Foram considerados parâmetros químicos e físicos que podem influenciar na formação de THM na água tratada, através da Análise de Componentes Principais (PCA) e Análise Hierárquica de Componentes (HCA) em 60 amostras de água coletadas em condomínios de três bairros de Salvador-BA/Brasil: Boca do Rio, BR; Costa Azul, CA1 e CA2 e Horto Florestal HF. O método analítico foi otimizado usando pré-concentração com Headspace com aquecimento em estufa a 60°C por 30 minutos, removendo-se 500 µL da fase gasosa para ser injetada em cromatógrafo a gás com Detector de Captura de Elétrons/⁶³Ni, (GC-ECD) e coluna capilar (Agilent DB 624, 30 m x 0,450 mm x 2,55 µm).

Resultados e Discussão

A figura 1 a e b apresenta a matriz de dados gerada (60X12), que foi submetida ao auto-escalamento (*standardized columns*) e às técnicas de HCA e PCA utilizando o Statistic 7.0.

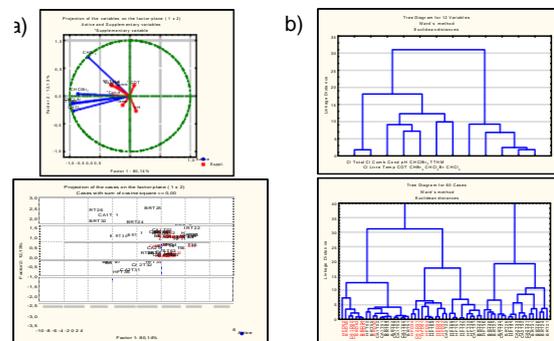


Figura 1. (a) Projeções espaciais das variáveis e das amostras no plano fatorial; (b) Diagramas de agrupamento das variáveis e das amostras, pelo método de Ward com base nas distâncias Euclidianas. * Amostras em vermelho – água distribuída; em preto - água armazenada em tanques.

A formação dos THMs sofreu influência mais significativa da temperatura, condutividade e diferentes formas de cloro. Não foi observada distinção significativa entre as águas distribuídas e armazenadas em tanques nos condomínios investigados neste estudo.

Conclusões

Os resultados indicam que a principal formação dos THMs na água consumida pela população não está ocorrendo nos tanques residenciais de armazenamento e que é de alta relevância o controle dos parâmetros que influenciam na formação dos THMs nas diferentes etapas de tratamento da água para consumo humano.

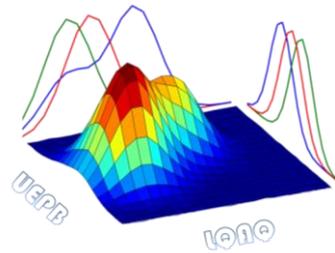
Agradecimentos

À CAPES, à FAPESB.

¹ WHO, WHO Press, 2004, 2008.

² Tominaga, M. Y.; Midio, A. F. *Revista de Saude Publica.* 1999, 33, 4.

³ Kumari, M.; Gupta, S. K. *Ecotoxicology and Environmental Safety.* 2018, 148, 960–968.



Análise multivariada da viabilidade de geração de biopolímero após o cultivo de microalgas em efluente industrial e doméstico

Isadora Machado Marques^{*1} (PG), Gabriela Mylena Machado dos Santos¹ (IC), Tarley Almeida Dias Costa¹ (IC), Marcela Félix Sobral¹ (PG), Adna Caroline Vale Oliveira² (PG), Ícaro Thiago Andrade Moreira¹ (PQ).

¹ Green-Blue Laboratory, Departamento de Engenharia Ambiental, Universidade Federal da Bahia, CEP 40210-630, Salvador, BA – Brasil. *isadoramachado1@hotmail.com.

² Programa de Pós- Graduação em Desenvolvimento Regional e Urbano, Universidade Salvador, CEP 41770-235, Salvador, Ba- Brasil

Palavras Chave: Fitorremediação, Polímero biodegradável, Água Residual.

Introdução

A Fitorremediação a base de microalgas permite a utilização no tratamento de efluentes através da remoção de contaminantes do meio promovendo a geração de biomassa composta por componentes biodegradáveis¹ dos quais podem ser obtidos biopolímeros². Portanto, o estudo consiste em avaliar a geração de biopolímeros após o tratamento com microalgas em diferentes águas residuais.

Resultados e Discussão

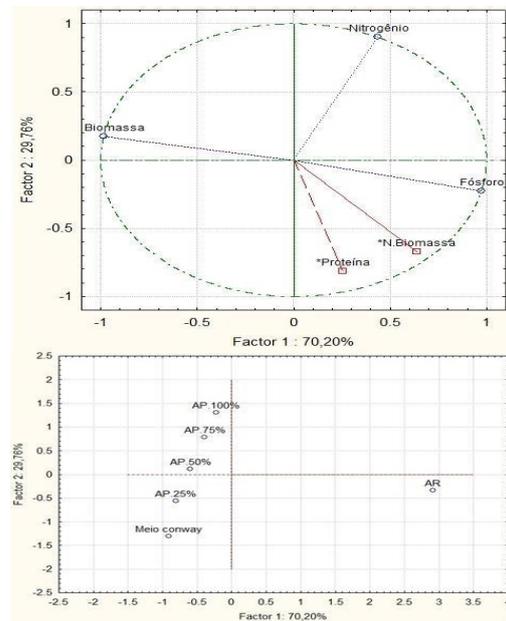
As microalgas foram cultivadas em água residual doméstica (AR 100%) e industrial (AP 0%,25%,50%,75% e 100%) por 22 dias, com o acompanhamento do crescimento (espectrofotômetro, Agilent UV-Vis), nutrientes (ASTM, 2012) e biomassa (secagem em liofilizador). Na tabela 1, constata-se através da análise elementar na biomassa seca, variação de proteína entre 4 a 18% em diferentes concentrações de água residual.

Tabela 1. Análise do teor de proteína na biomassa seca após o cultivo nos efluentes.

Análises	AR 100%	AP 0%	AP 25%	AP 50%	AP 75%	AP 50%
Biomassa (g)	0,636	1	1	1	1	1
Proteína (%)	16,98	17,12	18,5	6,62	4,06	7,62

Verifica-se através da análise multivariada na figura 1, uma relação entre a produção de biomassa e consumo do fósforo e nitrogênio do meio. Ainda, evidencia-se uma correlação entre o nitrogênio intracelular e a produção de proteína, utilizada na síntese de biopolímeros³.

Por fim, identifica-se que a água produzida apresenta uma maior relação com a biomassa microalgal, enquanto a água residual



doméstica se relaciona com a síntese de proteína, com um aumento de 44,27%.

Figura 1. PCA entre os efluentes, nutrientes e geração de proteína.

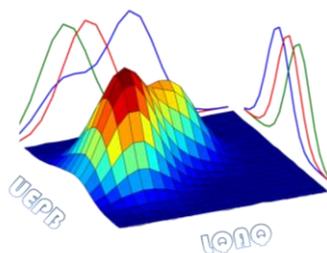
Conclusões

O estudo apresentou a potencialidade da biomassa gerada no desenvolvimento de biopolímeros a base de proteínas em diferentes efluentes, com uma maior geração na água residual doméstica.

¹ PRAJAPATI, et al. Phycoremediation and biogas potential of native algal isolates from soil and wastewater. *Bioresource Technology*, n. 135, p. 232–238, 2013.

² MATAMOROS, et al. Assessment of the mechanisms involved in the removal of emerging contaminants by microalgae from wastewater: a laboratory scale study. *Journal of Hazardous materials*. n. 301, p. 197–205. 2016.

³ ZELLER, et al. Bioplastics and their thermoplastic blends from Spirulina and Chlorella microalgae. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 130, n. 5, p. 3263–3275, 2013



Análise por componentes principais como ferramenta para avaliação de similaridades morfológicas, químicas e identificação de eventos costeiros nas praias do ES

Jefferson R. de Souza (PG)^a, Lucas Bermudes (PG)^b, Luiz Sielski (PG)^b, Maiara Krause (PG)^a, Vinícius Câmara (PG)^a, Geisamanda P. Brandão (PG)^a, Jacqueline Albino (PG)^b, Maria Tereza W. Carneiro (PG) ^{a*} mariacarneiro@hotmail.com

^aDepartamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo, Goiabeiras, Vitória-ES

^bDepartamento de Oceanografia, Universidade Federal do Espírito Santo, Goiabeiras, Vitória-ES

Palavras Chave: Análise por componentes principais, praias, minerais pesados.

Introdução

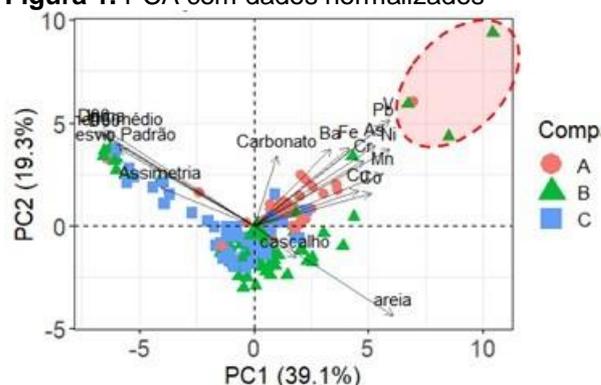
A contaminação química das praias do ES tem sido objeto de estudo devido ao rompimento da barragem de rejeito de minério de ferro em Mariana (MG)¹ que liberou aproximadamente 50 milhões de metros cúbicos de rejeito de mineração. Considerando a dinâmica do sistema praias torna-se imperativo a utilização de ferramentas quimiométricas para auxiliar na identificação de padrões e associações que elucidem a interação dos elementos químicos com o sedimento. Dessa forma, a análise por componentes principais (PCA) foi utilizada para avaliar possíveis agrupamentos das diferentes praias bem como identificar eventuais alterações na composição química dos sedimentos em função de eventos de alta energia na zona costeira do ES.

Resultados e Discussão

As amostras de sedimento coletadas nas praias do ES foram caracterizadas em termos de composição química e morfológicas. A avaliação da distribuição de As, Ba, Cu, Cr, Fe, Mn, Ni e V indicou que o setor norte da malha amostral possui maior concentração de metais que estão fortemente relacionados com a presença de lama e com o aporte de sedimento do Rio Doce. A PCA (não apresentados no presente resumo) revelou a presença de dois *clusters* sendo o teor de carbonatos nas praias de terraço de abrasão o principal responsável para essa separação. Assim, considerando que o teor de carbonatos e lama nos sedimentos exercem forte influência sobre a concentração dos metais, realizar uma PCA utilizando a concentração

dos elementos químicos normalizada por um elemento conservativo (Al) é uma estratégia interessante para avaliar a incidência de aportes externos de metais nas praias.

Figura 1. PCA com dados normalizados



A PCA permitiu avaliar as similaridades entre as praias, as relações entre a concentração dos elementos químicos e as características dos sedimentos bem como identificar “anomalias” na concentração dos elementos químicos (área destacada na Fig 1) que pode ser atribuída à erosão da praia em função de eventos de alta energia culminando na presença em abundância de minerais pesados na fração emersa das praias.

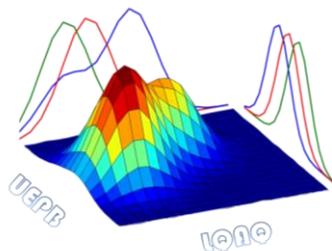
Conclusões

A PCA é uma poderosa ferramenta de suporte para estudos de monitoramento ambiental.

Agradecimentos

À Fundação Renova pelo financiamento do projeto.

¹ Guerra, M. B.; et.al. *Water Air Soil Pollut.* **2017**, *228*, 252.



Análise quimiométrica dos dados quimiofenéticos da família Urticaceae

Jéssica da Silva Maciel (PG)^{1*}, Adriana Lima de Sousa (PQ)², Carolina Chaves Ramos (PG)¹, Rodrigo Rodrigues de Oliveira (PQ)¹. *jessicasmaciel@hotmail.com

¹Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Centro de Ciência e Tecnologia, Laboratório de Ciências Químicas, Av. Alberto Lamego 2000, 28013-602, Campos dos Goytacazes, RJ, Brasil.

²Instituto Federal Fluminense Campus Campos Guarus, Av. Souza Mota, 350, 28060-010, Parque Fundão, Campos dos Goytacazes, RJ, Brasil.

Palavras Chave: Quimiosistemática, Flavonoides, Cecropia.

Introdução

Os gêneros da família Urticaceae possuem muitas controvérsias no que se refere à delimitação taxonômica, embora estudos morfológicos e filogenéticos tenham contribuído para a classificação taxonômica atual (Treiber et al, 2016)¹. Informações químicas das espécies de Urticaceae ainda não foram utilizadas como ferramenta em estudos quimiosistemáticos e devido ao grande volume de dados, torna-se necessária a utilização da quimiometria.

À vista disso, a partir dos dados quimiosistemáticos das micromoléculas oriundas da via mista e bioproduzidas pelas espécies de Urticaceae, foi utilizada a Análise de Componente Principal (PCA) como método quimiométrico.

Resultados e Discussão

O estudo quimiosistemático foi realizado a partir do levantamento bibliográfico (1952 a 2019), através do Scifinder, possibilitando a análise de 334 metabólitos advindos da via mista, pelos métodos de Gottlieb e colaboradores (1996), no que tange aos aspectos referentes ao avanço evolutivo de oxidação e especialização dos esqueletos estruturais e ao avanço evolutivo baseado na proteção hidroxilas fenólicas, por O-metilação, O-prenilação e O-glicosilação.

Na Análise de Componentes Principais dos parâmetros quimiosistemáticos de 17 gêneros de Urticaceae foram extraídos dois componentes principais (PC1, PC2), com *eigenvalues* acima de 1, que explicam 76,26% da variância total. Ao PC1 atribuiu-se as variáveis de proteção fenólica, desproteção fenólica, avanço evolutivo de oxidação e avanço evolutivo de especialização. No PC2, a

proteção fenólica por prenilação foi a variável mais relevante.

Dessa forma, a PCA demonstra que o gênero *Pouzolzia* se dispersa dos demais devido à presença da proteção por O-prenilação, que aparece exclusivamente neste gênero.

A tribo Cecropieae apresentou gêneros não agrupados devido aos parâmetros do PC1. O gênero *Myrianthus* não apresentou proteção fenólica, enquanto *Pourouma* demonstra o maior índice de proteção fenólica do táxon.

A análise da tribo Urticeae, mostra a separação dos gêneros *Laportea* e *Urtica*, que possuem padrão de proteção por O-glicosilação, diferentemente de *Girardinia*, que não apresenta proteção em seus flavonoides.

Conclusões

A quimiometria associada à quimiosistemática auxiliou na classificação intrafamiliar de Urticaceae.

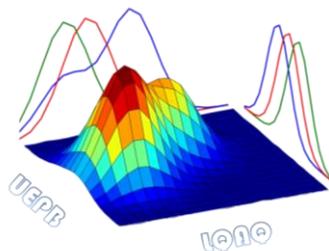
As análises quimiométricas (PCA) dos parâmetros de proteção fenólica e avanço evolutivo de oxidação e especialização corroboram com a literatura no que se refere à inserção do gênero *Cecropia* na tribo Urticaceae e sua inserção na tribo Cecropieae.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, Faperj, UENF.

¹ TREIBER, E. L., Gaglioti, A. L. Romaniuc-Neto, S., Madriñán, S. & Weiblen, G. D. Phylogeny of the Cecropieae (Urticaceae) and the Evolution of an Ant-Plant Mutualism. *Systematic Botany* 41: 56-66. 2016.

² GOTTLIEB, O. R.; KAPLAN, M. A. C.; BORIN, M. R. M. B. *Biodiversidade: um enfoque químico-biológico*. Editora da UFRJ, 1996



Análises de Componentes Principais empregada na classificação especial e tradicional de cafés

Gabriela M.R.N. de Alcantara (PG)*, Wanessa R. Melchert (PQ)

*gabriela.nascimento@usp.br

Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, SP, Brasil.

Palavras Chave: Cafés, compostos não voláteis, PCA.

Introdução

Ferramentas quimiométricas têm sido muito empregadas na área de alimentos, bem como em estudos recentes sobre café.

O café é uma das bebidas mais consumidas no mundo e de alto valor econômico. As duas espécies mais comercializadas são *Coffea arabica* e *Coffea canephora*. Os cafés classificados como especiais referem aos cafés de mais alta qualidade que apresentam, após a torra, atributos especiais na prova da xícara e altas pontuações. O grão de café apresenta na constituição diferentes compostos voláteis e não voláteis que são os responsáveis pelos atributos de sabor e aroma.

Dessa forma, o objetivo principal deste trabalho foi empregar a Análise de Componentes Principais (PCA) para correlacionar a composição não volátil de cafés a classificação especial e tradicional.

Foram analisadas 17 amostras de cafés torrado moído, sendo 8 de cafés especiais da espécie *Coffea arabica* e 9 de cafés tradicionais adquiridos no comércio local.

A Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com detecção UV em 280 e 320 nm foi empregada para avaliação dos compostos.

Resultados e Discussão

Os compostos identificados e quantificados em 280 nm foram a cafeína e o ácido nicotínico, em 320 nm foram os ácidos clorogênico e cafeico para as amostras de cafés especiais e tradicionais e o composto 5-hidroximetilfurfural foi identificado e

quantificado somente para cafés especiais em 280 nm.

Com as análises dos componentes principais foi possível estabelecer relação entre os teores dos compostos quantificados com a classificação em especial e tradicional. Bem como, separação entre os grupos de amostras, conforme Figura 1.

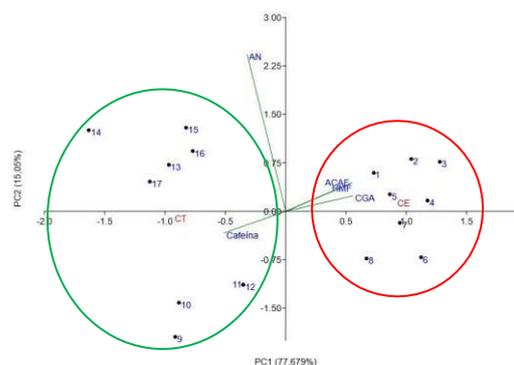


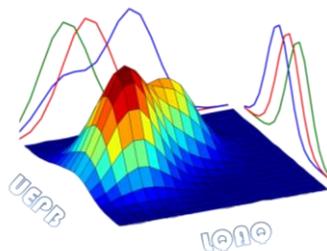
Figura 1. PCA 1, PC1xPC2 (92,73%) para as variáveis, teor de cafeína, CGA, ácido cafeico (ACAF), HMF e ácido nicotínico (AN) para os cafés especiais e tradicionais. Sendo: ○ CT - café tradicional e ○ CE - café especial.

Conclusões

A composição química não volátil de cafés atreladas as ferramentas quimiométricas pode ser empregada para a separação de cafés em especiais e tradicionais.

Agradecimentos

À CAPES pela bolsa concedida e a FEALQ e FAPESP pelo apoio financeiro (2018/24029-1).



Aplicação da análise exploratória (PCA/HCA) na discriminação geográfica de amostras de guaraná do AM e da BA, a partir de análises por LC-MS

Rita Cynara de Oliveira Salles* ¹ (PR); Rita de Cássia Saraiva Nunomura ³ (PQ); Magno Perea Muniz² (PR); Sergio Massayoshi Nunomura² (PQ);

¹ ITBAM- Instituto Transire de Tecnologia e Biotecnologia do Amazonas (69.089-035 Manaus/AM, Brazil)

² INPA - Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia (69080-971 Manaus/AM, Brazil) ³UFAM - Universidade Federal do Amazonas (69077-040 Manaus/AM, Brazil) ritacynara@gmail.com

Palavras-Chave: *Paullinia cupana*, UHPLC, fingerprint.

Introdução

O guaraná é amplamente utilizado na indústria de alimentos na forma de xaropes, extratos e destilados, principalmente como agente aromatizante e como fonte de cafeína por fabricantes de refrigerantes.

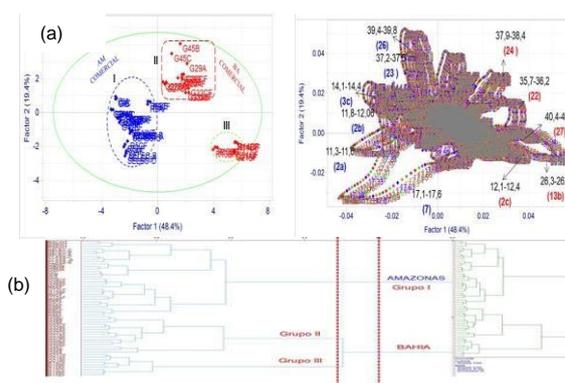
Atualmente, o Estado da Bahia (BA) possui o título de maior produtor seguido do Estado do Amazonas (AM), de onde o guaraná é originário. A indicação geográfica em alimentos é de grande interesse para consumidores e produtores, pois pode fornecer critérios determinantes para preço e garantias de qualidade. O presente trabalho buscou estudar a composição química do guaraná produzido nos dois principais estados produtores por cromatografia líquida acoplada a espectrometria de massas e interpretação dos resultados por técnicas multivariadas, buscando identificar marcadores responsáveis pela autenticidade e origem.

Resultados e Discussão

Com um método robusto por UHPLC-IT-MS em fase reversa foram obtidos *fingerprints* de dezenas de amostras adquiridas de fornecedores confiáveis de diferentes localidades do Estado do Amazonas e da Bahia, além de amostras adquiridas nos mercados locais na forma de pó de guaraná. Os cromatogramas obtidos foram alinhados com o algoritmo COW (Line Up, Infomatrix), depois submetidos ao pré-tratamento dos dados por alisamento, normalização e escalamento de Pareto; e finalmente submetido para análises multivariadas exploratórias PCA e HCA (Pirouette) (Figura 1

a e b). A partir dessas análises foi possível diferenciar o guaraná de acordo com a sua origem geográfica.

Figura 1. Gráfico de (a) PCA (*scores* e *loadings*) e (b) HCA das amostras de guaraná do AM e BA



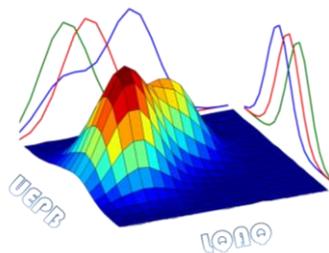
Conclusões

Através dos resultados, foi possível identificar os marcadores relacionados à discriminação geográfica do guaraná. Os discriminantes foram identificados como sendo dímeros de procianidinas do tipo A e B e trímeros do tipo A. Esses resultados mostram que o método desenvolvido é capaz de certificar a origem de amostras de pó de guaraná, passo importante no controle de qualidade de origem desse importante produto extrativista amazônico.

Agradecimentos

UFAM, INPA, CAPES, FAPEAM

¹ Marques, L. L.M.; Ferreira, E. D. F.; de Paula, M. N.; Klein, T.; de Mello, J. C.P. *Brazilian Journal of Pharmacognosy*, 2019, 29, 77-110.



Aplicação da espectroscopia de infravermelho médio associada à quimiometria para detecção de fraude em Óleo de Babaçu

Sthefany N. G. Pinto ^{1(IC)*}, Acsa S. Batista ^{1(PG)}, Amanda B. S. Lima ^{1(PG)}, Daniele Gomes Conceição ^{1(PG)}, Leandro S. Santos ^{1(PR)}

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Itapetinga-Bahia-Brasil. * sthefany.nicolle@hotmail.com

Palavras Chave: Adulteração, MIR, multivariada.

Introdução

O babaçu é uma palmeira nativa de alto valor comercial, por isso, seu óleo pode ser adulterado com óleos de menor valor, como o de soja. Desta forma, são necessárias técnicas rápidas, limpas e não destrutivas para detecção de fraude (LOHUMI, 2015). Diante da importância dessa matéria prima, objetivou-se detectar adulteração em óleo de babaçu por meio de Espectroscopia de Infravermelho Médio (MIR) associado a quimiometria.

Resultados e Discussão

A partir dos dados obtidos por MIR pode-se observar que as amostras comerciais apresentaram dois comportamentos distintos, permitindo a classificação em possíveis amostras puras e adulteradas. Os principais picos observados nas amostras de óleo foram 2927, 1745, 1437, 1163 e 739 cm^{-1} (Figura 1) e foram utilizados para a Análise de Componentes Principais (ACP).

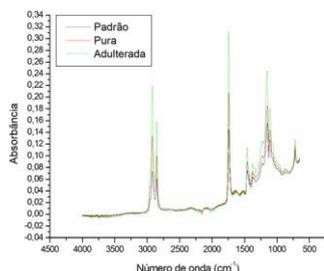
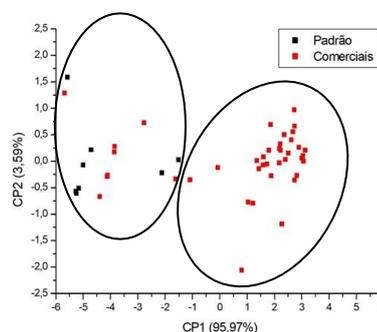


Figura 1 - Espectros obtidos por MIR das amostras de Óleo de Babaçu.

As amostras pré-selecionadas como possíveis adulteradas apresentaram picos mais intensos relacionados aos ésteres (1163 cm^{-1}), carbonilas (1745 cm^{-1}) e metileno (2926 cm^{-1}). Pode-se observar a mesma intensidade desses picos em amostras de óleo de soja,



evidê

por meio da análise desse óleo.

Figura 2 – Gráfico de dispersão das amostras em relação a CP1 e CP2

A CP1 foi responsável pela separação das amostras e está relacionada aos ácidos insaturados. Por meio do gráfico da figura 2, é possível observar a formação de 2 grupos, sendo um deles composto por amostras comerciais com comportamento diferente do padrão, podendo se considerar realmente que são possíveis amostras adulteradas. O outro grupo é composto por amostras padrão e amostras comerciais puras por conta da similaridade entre elas. Tal comportamento pode ser confirmado por meio da Figura 1, onde os picos das amostras pré-selecionadas como puras se sobrepuseram aos do padrão, enquanto as amostras adulteradas apresentavam média de absorvância maior em várias bandas.

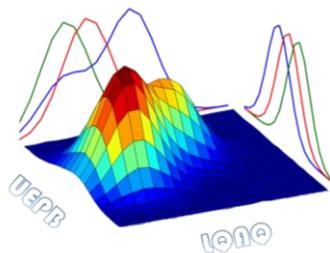
Conclusões

O MIR aliado à quimiometria pôde constatar diferença entre as amostras padrão e comerciais, mostrando-se eficiente na detecção de fraude em óleo de babaçu.

Agradecimentos

Agradeço ao CNPq pelo auxílio financeiro.

¹ Lohumi, S. H.; Lee, S.; Lee, H.; Cho, B-K. Trend in F. e Tec., 2015, v. 46, p. 85



Aplicação de análises estatísticas multivariadas na identificação de compostos bioativos por HPLC-QTOF-MS e GC-MS em extratos de maca peruana

Fernanda V. Carvalho¹ (PG), Victor D.A. da Silva² (PQ), Sílvia L. Costa² (PQ), Leonardo Zambotti-Villela³ (PQ), Pio Colepicolo³ (PQ), Caline G. Ferraz¹ (PQ), Paulo R. Ribeiro^{1*} (PQ)

*pauloribeiro@ufba.br

¹Metabolomics Research Group, Departamento de Química Orgânica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Salvador, Brasil

²Laboratório de Neuroquímica e Biologia Celular, Departamento de Bioquímica e Biofísica, Instituto de Ciências da Saúde, Universidade Federal da Bahia, Salvador, Brasil

³Departamento de Bioquímica, Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil

Palavras Chave: *Lepidium meyenii*; metabólica; quimiometria

Introdução

A maca peruana (*Lepidium meyenii*) é amplamente utilizada como suplemento alimentar devido a suas inúmeras propriedades farmacológicas. O objetivo deste trabalho foi utilizar ferramentas quimiométricas para correlacionar o perfil químico de extratos de maca peruana com as atividades antioxidante, antimicrobiana e citotóxica.

Resultados e Discussão

Neste estudo, utilizou-se amostras de maca peruana *in natura* e amostras de suplemento. Os extratos foram obtidos em hexano, acetato de etila e etanol. A atividade antioxidante (CE₅₀) variou de 64,97 µg.mL⁻¹ para o extrato em acetato de etila até 935,61 µg.mL⁻¹ para o extrato em hexano. Apenas os extratos obtidos em acetato de etila e em etanol apresentaram atividade antibacteriana frente *B. cereus*, *M. luteus* e atividade citotóxica contra células tumorais de glioma murino.

O perfil químico dos extratos foi determinado por cromatografia líquida de alta performance acoplada à espectrometria de massas (HPLC-QTOF-MS) e cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC-MS). Sessenta e oito metabólitos foram identificados por HPLC-QTOF-MS e quinze por GC-MS. A identificação incluiu, dentre outros, quinze ácidos graxos, dez alcalóides,

dois flavonóides, dezessete macâmidas e três terpenóides.

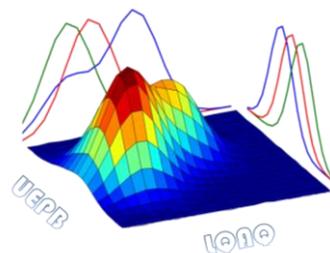
A Análise de Componentes Principais (ACP) foi capaz de discriminar a natureza das amostras (*in natura* vs suplementos) e o efeito do solvente no perfil químico dos extratos. O scree plot indicou o uso de dois componentes na ACP, sendo que os componentes 1 e 2 explicaram 53,2% da variação total. Extratos obtidos em acetato de etila e etanol agruparam entre si, ao contrário daqueles obtidos em hexano. Como os extratos obtidos em acetato de etila e etanol foram os mais ativos, isso evidencia que a composição química está intimamente relacionada com as atividades biológicas dos mesmos. Tanto o biplot quanto análises de correlação permitiram identificar os principais metabólitos associados com as diferentes atividades biológicas. Destacam-se o 3 β -acetoxi-19 α -hidroxi-12-urseno, ácido docasanoico, *cis*-3-hexenil- β -primeverosídeo, hiperforina, filoquinona, licoperosídeo D, macahydantoina A e uvaricina.

Conclusões

Análises quimiométricas permitiram identificar metabólitos bioativos em extratos de maca peruana *in natura* e amostras comercializadas como suplemento.

Agradecimentos

Apoio financeiro foi fornecido pela UFBA, CNPq, FAPESB e CAPES.



Aplicação de ComDim para verificação da relação entre a espectroscopia de infravermelho médio e espectrometria de massas na análise de Maca Peruana.

¹Heloísa de Carvalho Rodrigues (PG), ²Hellen Fernanda da Silva Paulino (IC), ¹Patrícia Valderrama (PQ), ³Luíza Mariano Leme (PG), ³Eduardo Jorge Pilau (PQ), ¹Paulo Henrique Março (PQ)*

* paulohmarco@utfpr.edu.br

¹Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos – PPGTA, Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus Campo Mourão (UTFPR-CM), Via Rosalina Maria dos Santos, 1233, Área Urbanizada 1, Campo Mourão - PR, 87301-899

³Departamento Acadêmico de Alimentos e Engenharia Química, UTFPR-CM, Via Rosalina Maria dos Santos, 1233, Área Urbanizada 1, Campo Mourão - PR, 87301-899

²Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Estadual de Maringá, Av. Colombo, 5790, Maringá – PR, 87020-900

Palavras Chave: Análise Multi-Tabelas, Superalimentos, Quimiometria.

Introdução

A avaliação dos constituintes da Maca vem sendo realizada a partir de técnicas que geram uma quantidade significativa de informações, tais como técnicas de cromatografia e espectrometria de massas (MS). Desta forma, quando técnicas tais como a espectroscopia de infravermelho médio (MIR) são utilizadas para a avaliação deste alimento, uma quantidade significativamente menor de informação é extraída, o que pode gerar dúvida sobre a capacidade da técnica em prover respostas que contenham a informação necessária. Com isso, o objetivo deste trabalho foi utilizar a análise de dimensões comuns (ComDim) para relacionar as técnicas de MIR e MS.

Resultados e Discussão

Amostras de farinha de Maca Peruana obtidas por diferentes processamentos e amostras de farinha e farelo de arroz foram medidas utilizando-se MIR e MS. Os espectros obtidos foram submetidos a análise ComDim, onde 2 dimensões comuns (CDs) foram utilizadas para explicar 99,29% da variância dos dados. Considerando que a CD2 apresentou a separação das amostras com relação ao processamento, observou-se que as amostras processadas ao forno provocaram maior influência espectral na região com número de onda abaixo de 2500 cm^{-1} , relacionada com

íons atribuídos a macamidas, encontradas em maior quantidade em amostras secas ao sol.

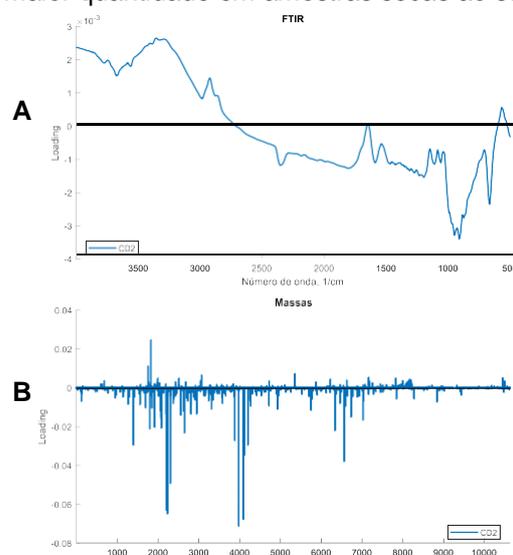


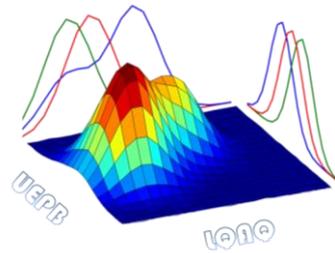
Figura 1. Loadings da CD2 para dados de (A) MIR e (B) espectrometria de massas.

Conclusões

A aplicação de ComDim possibilitou relacionar as técnicas de espectroscopia no infravermelho médio com espectrometria de massas, permitindo atribuir a influência das regiões a riqueza em diferentes compostos.

Agradecimentos

À Color Andina, CAPES e CNPq.



Aplicação de espectrômetro NIR portátil combinado com análise multivariada para identificar adulteração em manteiga de garrafa

João Pedro Hebling e Tavares (IC)¹, Maria Lucimar da Silva Medeiros (PG)¹, Yasmin Lima Brasil (PG)¹, Marciano Marques Oliveira (PG)¹, Douglas Fernandes Barbin (PQ)^{1*}

¹ Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, Brasil.

Palavras-Chave: Autenticação, fraude alimentar, quimiometria.

Introdução

A manteiga de garrafa é um produto proveniente da região Norte/Nordeste do Brasil. Devido a sua característica artesanal, parte da sua produção é realizada por produtores informais, que não recebem fiscalização dos órgãos oficiais¹. Como consequência, está suscetível a fraudes realizadas pela substituição parcial da gordura do leite. Diante disso, este trabalho teve como objetivo desenvolver um método rápido e efetivo, baseado na espectroscopia no infravermelho próximo (NIR), para identificar e quantificar adulteração em manteiga de garrafa.

Resultados e Discussão

Os espectros NIR obtidos para a manteiga e adulterantes (Fig. 1) diferiram na intensidade de absorbância ao longo da região espectral, principalmente nos comprimentos de onda 930, 1030, 1200, 1390 e 1670 nm, que são atribuídos a componentes de gordura².

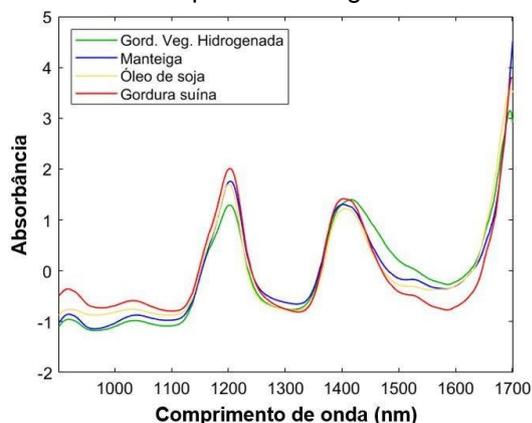


Figura 1. Espectros médios das amostras puras de manteiga e dos adulterantes (Suavização de Savitzky-Golay + SNV).

Tabela 1. Performance dos modelos PLSR para a predição do percentual de adulterante em manteiga.

Adulterante	Pré-tratamento	LV	Calibração		Predição	
			R_c^2	RMSEC	R_p^2	RMSEP
Óleo de soja	SG ¹ + SNV	8	0,98	2,49	0,98	2,82
Gordura suína	SG	7	0,96	2,91	0,96	3,21
Gordura veg. Hidrog.	SG + SNV	7	0,97	2,73	0,95	3,33

¹ Suavização de Savitzky-Golay.

Conclusões

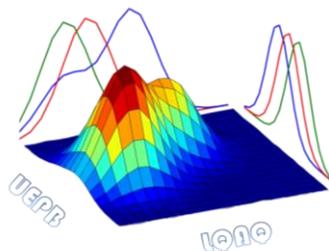
Esse trabalho mostrou que o espectrômetro NIR portátil pode ser utilizado para discriminar amostras de manteiga de garrafa adulterada e prever o teor de adulterante (5 - 40%). Os modelos PLSR demonstraram boa capacidade preditiva, com coeficientes de determinação superiores a 95% e RMSEP menores que 3,5, indicando que os espectros NIR em conjunto com a análise multivariada podem ser eficientes para garantir a autenticidade da manteiga garrafa.

Agradecimentos

João Pedro Hebling e Tavares (processo nº 2020/09653-0), Maria Lucimar da Silva Medeiros (processo nº 2019/06846-5) e Yasmin Lima Brasil (processo nº 2019/11896-1) agradecem auxílio financeiro da FAPESP. O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

¹SOARES, K. M. de P. et al. Avaliação da qualidade microbiológica de manteigas de garrafa comercializadas no município de Mossoró, RN. *Acta Veterinaria Brasilica*, v. 3, n. 3, p. 143-146, 2009.

²Osborne, B.G; Fearn, T; Hindle, P. H. 1993. Theory of near infrared spectroscopy. Practical NIR spectroscopy with applications in food and beverage analysis (2nd ed.), Longman Singapore Publishers (Pte) Ltd, London, pp. 13-35.



Aplicação de métodos de reconhecimento de padrões para a identificação de espécies de alecrim (*Rosmarinus officinalis*) utilizando NIRS

Jocelene Soares^{1,2*}(PG), Ismael F. Christmann^{1,2}(PG), Thauana Hermes¹(IC), Patrícia N. Brandt¹(IC), Gabrielly M. Cruz¹(IC), Sandro Hillebrand²(PQ), Adilson Ben da Costa^{1,2,3}(PQ).
s.jocelene@gmail.com

¹Grupo de Pesquisa em Quimiometria - Universidade de Santa Cruz do Sul (UNISC).

² PPG em Tecnologia Ambiental - Universidade de Santa Cruz do Sul (UNISC).

³PPG em Sistemas e Processos Industriais - Universidade de Santa Cruz do Sul (UNISC).

Palavras-Chave: infravermelho próximo, quimiometria, plantas aromáticas.

Introdução

A espectroscopia do infravermelho associada com métodos quimiométricos vem se destacando como uma metodologia limpa para a identificação e quantificação de produtos a base de plantas medicinais, extratos vegetais e óleos essenciais¹. O alecrim (*Rosmarinus officinalis*) é uma planta aromática, utilizada com fins culinários, medicinais e aromáticos, sendo o óleo essencial utilizado em cosméticos e perfumaria, destacando-se a cânfora e o eucaliptol como os princípios ativos majoritários. O objetivo deste estudo foi desenvolver uma metodologia analítica para a identificação de espécies de alecrim com perfil químico de cânfora e eucaliptol, utilizando a espectroscopia por infravermelho próximo (NIRS) e métodos quimiométricos de reconhecimento de padrões. Para isso, foi utilizado um espectrofotômetro de infravermelho, modelo *Spectrum 400 - Perkin Elmer*, com Acessório de Reflectância de Infravermelho Próximo (NIRA), na região de 10000-4000 cm^{-1} . Os parâmetros operacionais do método para a aquisição dos espectros foram de 32 varredura, resolução 4 cm^{-1} e o sinal em absorbância. Foram utilizadas 9 amostras de alecrim das espécies cânfora e eucaliptol, cujos espectros foram adquiridos em folhas *in natura* e secas (em estufa a 100°C). Para a identificação de similaridades entre as amostras foi utilizada a análise de componentes principais (PCA) e análise de agrupamento hierárquica (HCA), utilizando o software Chemostat®. Para a construção dos

modelos, os espectros foram transformados por primeira derivada e centrados na média.

Resultados e Discussão

Os resultados obtidos permitiram distinguir as amostras *in natura* e secas, bem como as variedades de alecrim cânfora e eucaliptol. Contudo, os resultados das amostras *in natura*, sofreram interferências pela umidade natural das amostras. Assim, os melhores resultados foram obtidos com o conjunto de espectros adquiridos a partir das amostras secas. Neste caso, a PC1 e a PC2 representaram 47,1% e 19,2% da variância total dos dados, respectivamente. Permitindo distinguir os grupos de amostra de alecrim cânfora e eucaliptol. Resultados semelhantes foram obtidos na análise de agrupamento hierárquico, identificando uma similaridade entre estes grupos inferior a 45%.

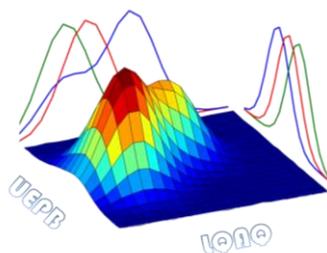
Conclusões

Os resultados obtidos permitem concluir que a espectroscopia na região do infravermelho próximo é uma alternativa promissora para a identificação de espécies diferentes de alecrim. Na continuidade, serão investigadas diferentes estratégias de secagem das amostras, ampliado o conjunto de amostras e aplicado métodos supervisionados para classificação das amostras.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPERGS, UNISC

¹Kharbach, M.; Marmouzi, I.; El Jemli M.; Bouklouze, A. *et al. J. Pharm. and Biomed. Anal.*, 2020, 177.



Aplicação de PCA e HCA para avaliação dos constituintes inorgânicos de frutos de *Caseariae fasciculata* obtidos por ICP OES

Ivana L. da S. Romão^{1,2} (PG), Franciele C. Novais (PG)², Rosivan dos S. de Assis (PG)², Ícaro A. Costa (IC)², Rebeca M. Menezes (PQ)^{2,*}, Cleber G. Novaes (PQ)², Ana M. P. dos Santos (PQ)¹

*reuesb@yahoo.com.br

1- Universidade Federal da Bahia, Laboratório de Química Analítica, Campus de Ondina, Salvador Bahia.

2- Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Laboratório de Química Analítica III, Campus Jequié, Jequié-BA.

Palavras Chave: Perfil mineral, análise exploratória, *Caseariae fasciculata*.

Introdução

A Análise de Agrupamento Hierárquico (HCA) e Análise de Componentes Principais (PCA) são técnicas de análise multivariada bastante difundida e aplicada para tratamento de dados químicos. Ambas são metodologias exploratórias que visam evidenciar diferenças ou similaridades entre amostras em um determinado conjunto de dados¹. Este trabalho teve como objetivo avaliar a aplicação de PCA e HCA em dados provenientes da quantificação de Ca, Cu, Cr, Fe, K, Mg, Mn, P, S e Zn em polpa, semente e casca em 18 amostras de frutos de *Caseariae fasciculata* obtidos por ICP OES.

Resultados e Discussão

Os dados foram avaliados por PCA (Figura 1) e HCA (Figura 2). A elipse do intervalo de confiança de 95% foi aplicada no gráfico do escore do PCA. Em PC1, Fe, Mn, Ca, P, S e K apresentam valores negativos de altas correlações, enquanto em PC2, Cr, Cu e Zn apresentaram valores positivos. Em particular, o Mn tem uma contribuição expressiva na PC3. Resultados mostram a tendência de formação de três grupos de acordo com as partes da fruta: polpa, semente e casca. Algumas amostras de semente apresentam características semelhantes às amostras de casca. Os grupos obtidos por HCA, tratados aplicando a distância euclidiana e a ligação completa como medida de similaridade, corroboram com os grupos encontrados por PCA.

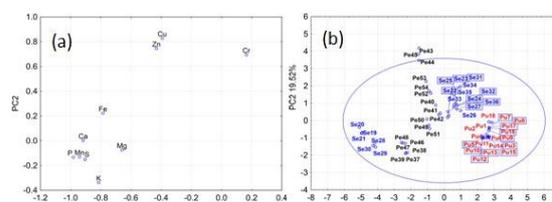


Figura 1. (a) Gráfico de loadings; (b) Gráfico de escores.

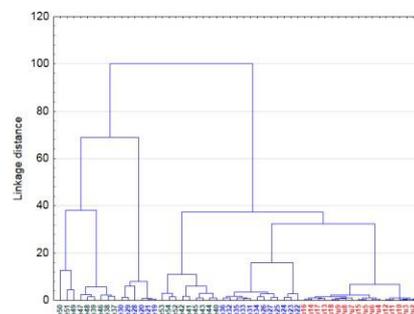


Figura 2. Dendrograma usando ligação completa com distâncias euclidianas.

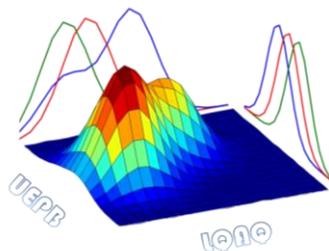
Conclusões

O uso de PCA e HCA contribuiu de forma efetiva e rápida para a análise e interpretação dos dados obtidos por ICP OES. Tais técnicas classificaram as diferentes partes dos frutos em grupos bem definidos, baseados na composição mineral de dez elementos.

Agradecimentos

UFBA / CAPES / LQA / UESB / CNPq

¹ Jolliffe, I. T.; Cadima, J. *Phil. Trans. R. Soc. A*, 2016, 374, 1-15.



Aplicação de reguladores vegetais em pimenta malagueta e uso de PCA para análise Exploratória

Gilvanda L. dos Anjos (PG)^{1*}, Gisele C. Moreira (PG)¹, Candice N. Carneiro (PQ)¹, Fabio de S. Dias (PQ)²

¹Universidade Federal do Recôncavo da Bahia. Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas, 44380-000, Cruz das Almas, Bahia, Brasil. ²Universidade Federal da Bahia, Instituto de Ciências Tecnologia e Inovação, 42809-000, Camaçari, Bahia, Brasil. *gilvandas218s2@hotmail.com.

Palavras Chave: Fenólicos, fitorreguladores, PCA.

Introdução

A pimenta 'Malagueta' é muito valorizada pela sua pungência e nutrição, além de ser uma boa fonte de compostos fenólicos. Vários fatores afetam a produção de fenólicos na planta, e dentre eles os reguladores vegetais. Para extrair o máximo desses compostos nas amostras vegetais são utilizadas ferramentas estatísticas que possibilitam otimizar o processo de extração, determinando-se as condições ótimas, neste contexto objetivou-se a utilização de um método de extração otimizado para determinação de compostos fenólicos utilizando a técnica HPLC DAD em *Capsicum frutescens*. Foi realizada uma Análise de Componentes Principais (PCA) para agrupar as plantas de acordo a aplicação de reguladores vegetais.

Resultados e Discussão

O experimento foi realizado em casa de vegetação, nas dependências experimentais da Universidade Federal do Recôncavo da Bahia. As mudas de pimenta, produzidas por sementeira, foram transplantadas para vasos de 5 dm³ contendo solo + composto orgânico. Após 118 dias de cultivo, foram aplicados os tratamentos: 10 µmol L⁻¹ de ácido abscísico (ABA), 144 µmol L⁻¹ de ácido giberélico (GA₃) e 2000 µmol L⁻¹ de ácido salicílico (AS) e a testemunha (solução sem reguladores). O

delineamento foi o inteiramente casualizado, com 6 repetições. O método de extração utilizado foi o assistido por ultrassom, as condições de extração utilizadas foram: 0,08 g dos frutos e adicionados 16 mL da solução extratora composta por metanol e água. As amostras foram sonicadas e o extrato foi injetado em um HPLC DAD para determinação dos compostos fenólicos. Os resultados mostram que os reguladores vegetais (GA₃, ABA e AS) influenciam na síntese de fenólicos e flavonoides das plantas de *C. frutescens*. A PCA separou as plantas em 4 grupos (T, GA₃, ABA e AS), sendo que as plantas do grupo T apresentaram baixas concentrações de ácido cafeico, ácido *trans*-cinâmico, ácido gálico, ácido ferúlico, kaempferol e catequina no fruto.

Conclusões

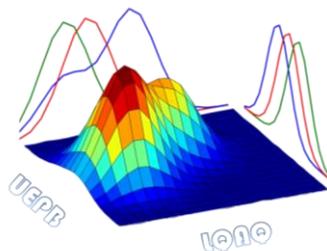
A partir da análise de componentes principais foi possível separar as amostras em grupos de acordo com o tratamento recebido pela planta.

Agradecimentos

Agradecimentos ao programa de pós em Ciências Agrárias da UFRB e a CNPq.

¹ Bagnazari, M.; Saidi, M.; Mohammadi, M.; Khademi, O.; Nagaraja, G. *Sci. Hortic.* **2018**, *240*, 258.

² Huang, Y.; Cai, S.; Ye, L.; Hu, H.; Li, C.; Zhang, G. *Food Chem.* **2016**, *192*, 928.



Aplicación de análisis multivariado para la caracterización química y clasificación de hojas e infusiones de *Cecropia pachystachya*

Melisa J. Hidalgo¹ (PQ), Diana C. Fechner¹ (PG), Cesar A. Lezcano¹ (PG), Eduardo J. Marchevsky² (PQ), Roberto G. Pellerano¹ (PQ). *melujaz@gmail.com

¹Instituto de Química Básica y Aplicada del Nordeste Argentino (IQUIBA-NEA), Facultad de Ciencias Exactas y Naturales y Agrimensura, Universidad Nacional del Nordeste, Av. Libertad 5400 (3400) Corrientes, Argentina.

²Instituto de Química San Luis (INQUISAL), Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia, Universidad Nacional de San Luis (UNSL), Av. Ejército de los Andes 950 (5700) San Luis, Argentina.

Palavras Chave: *C. pachystachya*, Mineral, Clasificación.

Introdução

La composición mineral de los productos vegetales y derivados se ve fuertemente influenciada por su origen y condiciones en los que fueron producidos. El objetivo de este trabajo fue identificar patrones en el contenido mineral de los productos derivados de una hierba medicinal, "Ambay" (*Cecropia pachystachya* Trécul) ampliamente consumida en varios países de Sudamérica (Argentina, Brasil y Paraguay), por sus amplias propiedades medicinales.

Resultados e Discussão

Para la generación de los datos se utilizó la espectroscopía de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente (ICP-OES). Que permitió cuantificar 16 elementos, Al, Ba, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Sr, V y Zn en 40 muestras de hojas e infusiones acuosas realizadas según lo establece la Farmacopea. Las muestras consideradas en este estudio fueron recolectadas en cuatro localidades de la provincia de Corrientes (Argentina).

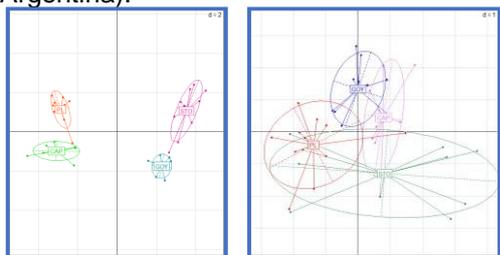


Figura 1. PCA, gráfico de scores para las hojas e infusiones.

Para el análisis exploratorio de datos, se utilizó el análisis de componentes principales (PCA) a fin de explorar posibles asociaciones entre muestras y sus correlaciones con las variables estudiadas en un espacio reducido de variables (Figura 1).

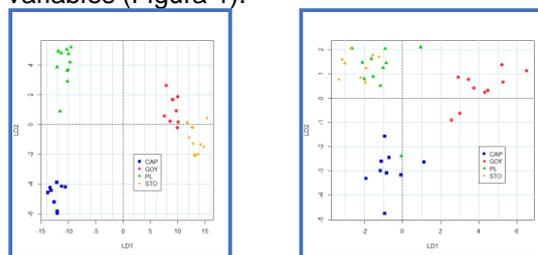


Figura 2. LDA, distribución de muestras en el espacio definido por las dos primeras funciones discriminantes.

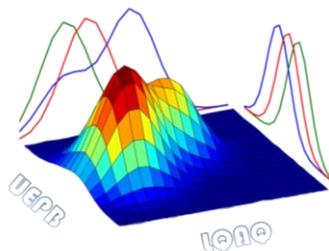
A continuación, se realizó un análisis discriminante lineal (LDA) para poder llevar a cabo la clasificación de las muestras de acuerdo a su origen geográfico (Figura 2).

Conclusões

En base a los resultados obtenidos se pudo demostrar que es posible clasificar las muestras en relación con su lugar de procedencia cuando se considera el perfil mineral del material vegetal analizado. Sin embargo, cuando se considera la composición de las infusiones, no fue posible clasificarlas. Esto podría estar vinculado con el efecto nivelador de la extracción de elementos minerales en la fase acuosa.

Agradecimentos

UNNE, UNSL CONICET.



Assessment of Brazilian coffee blends: ^1H NMR and NIR fingerprint integration with sensory and quality attributes in a multi-block data analysis ComDim

Michel Rocha Baqueta¹ (PG), Aline Coqueiro² (PQ), Paulo Henrique Março¹ (PQ), Manuela Mandrone³ (PQ), Ferruccio Poli³ (PQ), Patrícia Valderrama^{1,*} (PQ). *pativalderrama@gmail.com

¹ Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), Campo Mourão, Paraná, Brazil.

² Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), Ponta Grossa, Paraná, Brazil.

³ University of Bologna, Department of Pharmacy and Biotechnology (FaBiT), Bologna, Italy.

Keywords: Coffee industry innovation, ^1H NMR-based metabolomics, Handheld NIR.

Introduction

Multi-block data analysis methods are valuable to evaluate multiple measurements.¹ Several criteria are considered to evaluate coffee,² but the influence of each parameter or technique involved during its industrial production has not been reported before. This study aimed to integrate ^1H NMR-based metabolic fingerprints with portable NIR, sensory and quality attributes evaluated in coffee blends of different cup and roasting profiles. A ComDim-based method was implemented to evaluate the datasets and seek relationships between these techniques and methods that could be useful to characterize the quality and composition of coffee blends.

Results and Discussion

Four blends were investigated: hard/rioysh with medium-dark roast (1), hard/rioysh with dark roast (2), rioysh/rio with medium-dark roast (3) and hard/Robusta with light roast (4). The blocks presented importance (Figure 1A) in this decreasing order: portable NIR (block 2), sensory properties (block 4), ^1H NMR profile (block 1), and quality parameters (block 3). Blends with high cup quality and a lower roasting degree (1 and 4) were generally differentiated from blends with opposite profiles (2 and 3). Trigonelline, formate, caffeine, chlorogenic acids, choline, lactate, citrate, and lipids were found to be markers for coffee blends with high cup quality and a lower roasting degree, while *N*-methylpyridinium quinic acids, myo-inositol, and lipids were found as markers for the opposite.

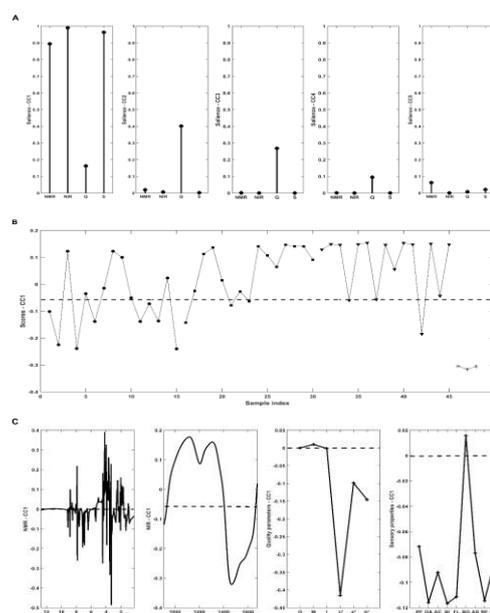


Figura 1. ComDim results. (A) Saliences; (B) Scores; (C) Loadings.

Conclusions

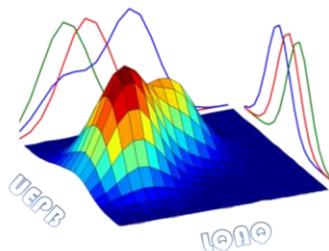
ComDim clarified the importance of each criterion involved in industrial coffee quality control and allowed to distinguish coffee blends profiles and their metabolites.

Acknowledgements

CAPES and Fundação Araucária (process 033/2019).

¹ Cariou, V.; Qannari, E. M., Rutledge, D. N. Vigneau, E. *Food Qual. Prefer.* **2018**, *67*, 27-34.

² Baqueta, M. R.; Coqueiro, A. Março, P. H. Valderrama, P. *Talanta.* **2020**, *222*, 121526.



Autenticação de cachaças do brejo paraibano por meio da espectroscopia NIR e métodos quimiométricos *one class*.

Sheila C. de Oliveira (PG)¹, David D.S. Fernandes (PQ)², Paulo H.G.D. Diniz (PQ)^{3*}, Tatiane L.C. Oldoni⁴, Germano Veras (PQ)⁵. *paulo.diniz@ufob.edu.br

¹Universidade Federal do Paraná, ² Universidade Federal da Paraíba, ³ Universidade Federal do Oeste da Bahia
⁴Universidade Tecnológica Federal do Paraná, ⁵ Universidade Estadual da Paraíba.

Palavras Chave: DD-SIMCA, OC-PLS, Infravermelho próximo, Cachaças.

Introdução

A cachaça é uma bebida alcoólica genuinamente brasileira produzida a partir da fermentação e destilação do caldo da cana-de-açúcar. Essa bebida é umas das mais consumidas no Brasil e tem se tornado popular ao redor do mundo por causa da caipirinha.

A região Sudeste é responsável por mais de 70% da produção nacional seguida da região Nordeste com 14,5%. Na região Nordeste, o maior produtor dessa bebida é o Estado da Paraíba, com destaque para a Microrregião do Brejo. Essa última é formada pelas cidades de Alagoa Grande, Alagoa Nova, Areia, Bananeiras, Borborema, Matinhas, Pilões e Serraria, que são conhecidas pela produção de cachaças de alta qualidade que abastece o mercado local, nacional e internacional. Apesar da alta qualidade das cachaças produzidas na região do Brejo Paraibano, nenhuma delas possuem selos de Identificação de Procedência e (IP) nem de Denominação de Origem (DO).¹

Assim, este trabalho tem como objetivo autenticação de cachaças produzidas na região do Brejo Paraibano utilizando espectroscopia no infravermelho próximo e técnicas de reconhecimento de padrão baseada em modelos de uma classe: DD-SIMCA (*Data Driven – Soft Independent Modelling of Class Analogies*) e OC-PLS (*One-Class – Partial Least Squares*).

Resultados e Discussão

Um total de 163 amostras de cachaças foram doadas por engenhos do Brejo Paraibano e adquiridas em estabelecimentos comerciais das cidades de João Pessoa e

Campina Grande, ambas no Estado da Paraíba.

A classe alvo foi composta por 112 amostras de cachaças produzidas em 15 destilarias diferentes do Brejo Paraibano, enquanto as demais 51 amostras de cachaças produzidas em diferentes regiões geográficas do País foram utilizadas para testar a robustez do modelo (alvo).

Os espectros foram registrados usando um espectrômetro FT-NIR, da BRUKER, modelo MPA, na região de 12000 a 4000 cm^{-1} . Todos os pré-processamentos e construção dos modelos quimiométricos (DD-SIMCA e OC-PLS) foram realizados usando o Matlab® 20011b.

Como resultado, o melhor modelo DD-SIMCA alcançou 100% sensibilidade e 98% de especificidade usando espectros pré-processados com SNV. Por outro lado, o melhor modelo OC-PLS resultou em valores de sensibilidade e especificidade de 95 e 94%, respectivamente, usando espectros com correção da linha de base.

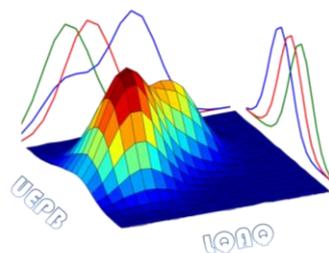
Conclusões

A metodologia proposta demonstrou ser uma ferramenta útil, rápida e de baixo custo para a triagem não destrutiva da autenticidade de cachaças do Brejo Paraibano.

Agradecimentos

À CAPES e ao CNPq pelas bolsas concedidas.

Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. A cachaça no Brasil: dados de registro de cachaças e aguardentes. Secretaria de Defesa Agropecuária. Brasília-DF, 2019.



Autenticação de cafés gourmet usando imagens digitais e DD-SIMCA

Taynná K. L. de Araujo¹ (IC); David D. S. Fernandes¹ (PQ); Paulo H. G. D. Diniz² (PQ); Edvan C. da Silva¹ (PQ); Mário César U. Araujo¹ (PQ).

¹Universidade Federal da Paraíba (UFPB)

²Universidade Federal do Oeste da Bahia (UFOB)

Palavras Chave: cafés, histogramas de cor, classificadores *one-class*

Introdução

As categorias de cafés torrados e moídos são definidas de acordo com as faixas de notas globais, sendo que os tradicionais compreendem a faixa entre 4,5 e 6,0 pontos; os superiores entre 6,0 e 7,3; e gourmets acima de 7,3 [1]. Tais notas são atribuídas por meio de análise sensorial realizada por provadores treinados. Contudo, essa análise apresenta um caráter subjetivo em virtude das diferentes sensibilidades dos provadores. Para superar esse problema, propõe-se aqui uma metodologia de baixo custo, rápida e com pouca geração de resíduos químicos para autenticação de cafés gourmet. Para isso, utilizam-se histogramas de cor obtidos de imagens digitais das amostras de cafés e os algoritmos OC-PLS e DD-SIMCA como classificadores “*one-class*” (OCC).

Resultados e Discussão

Um total de 40 amostras de cafés certificados pelo Núcleo Global de Análise e Pesquisa (NUGAP) foi utilizado, sendo 20 amostras da classe gourmet, escolhida como classe alvo. As amostras foram acondicionadas em placas de Petri para aquisição das imagens digitais usando um scanner HP, modelo Deskjet 4180. Todas as imagens foram registradas em triplicatas com 300 dpi de resolução, gerando uma matriz de dimensões 2550 x 3507 pixels. A aquisição dos histogramas de cor e o tratamento quimiométrico foram realizados usando o Matlab® 2001b.

A Figura 1 apresenta os gráficos de área de aceitação para OC-PLS e DD-SIMCA nos conjuntos de treinamento e teste para, respectivamente, os histogramas de cor HSI e Gs+RGB. O algoritmo OC-PLS não obteve desempenho satisfatório, nas combinações de histogramas estudadas, quando aplicado ao conjunto de teste. Por outro lado, com o DD-

SIMCA não foram detectadas amostras extremas e *outliers* no conjunto de treinamento usando o histograma de cor Gs+RGB. Quando aplicado ao conjunto de teste, apenas 2 amostras foram classificadas erroneamente como gourmet, o que representa taxas de 100 e 90,0% para sensibilidade e especificidade.

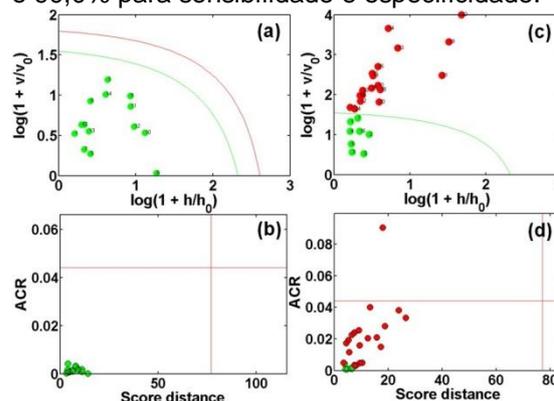


Figura: Gráficos de área de aceitação para o conjunto de (a,b) treinamento e (c,d) teste usando o histogramas Gs+RGB e HSI para os algoritmos DD-SIMCA e OC-PLS, respectivamente. As bolas verdes e vermelhas representam amostras de cafés gourmet e outras.

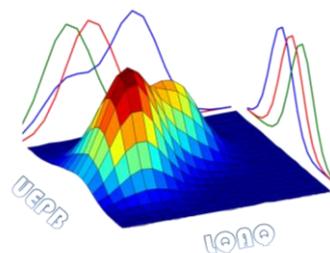
Conclusões

Um método baseado em imagens digitais e classificadores “*one-class*” foi proposto para autenticação de cafés gourmet. O classificador DD-SIMCA alcançou 100% de precisão e sensibilidade na autenticação das amostras gourmet. Por conseguinte, o método proposto mostrou-se eficaz, simples, de baixo custo e de acordo com os preceitos da Química Verde.

Agradecimentos

UFPB; INCTAA; CNPQ; NUGAP; SÃO BRAZ

¹ABIC – Associação Brasileira da Indústria de Café. Café e composição química. Disponível em: <http://www.abic.com.br/publico/cgi/cgilua.exe/sys/start.htm?infoid=161&sid=81>. Acesso em 04 de Março de 2020.



Autenticação de hortelã orgânico: UV-Vis aliado ao DD-SIMCA

Vitória Maria Almeida Teodoro de Oliveira^{1*} (PG), Ana Sophia Tovar Fernandez¹ (PG), Andressa Rafaella da Silva Bruni¹ (PG), Paulo Henrique Marçõ¹ (PQ), Patrícia Valderrama¹ (PQ).

vihteodoro@gmail.com

¹Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 87301-899, Campo Mourão – PR, Brasil.

Palavras Chave: fraude, orgânico, one-class classifier

Introdução

A fraude/adulteração de alimentos vem sendo um problema crescente em todo o mundo¹, por isto, o desenvolvimento de metodologias que detectem fraudes também vem crescendo. Os orgânicos são alimentos que podem sofrer com esse problema, já que seu consumo tem aumentado com o passar dos anos² e devido seu custo mais elevado em comparação aos alimentos convencionais. Dessa forma, o objetivo desse trabalho foi desenvolver uma metodologia para autenticar amostras de hortelã orgânico utilizando a espectroscopia Ultravioleta-Visível (UV-Vis) aliada a ferramenta quimiométrica Modelagem Independente controlada por Dados de Analogia de Classe (DD-SIMCA).

Resultados e Discussão

O modelo foi obtido com os dados centrados na média, utilizando 3 componentes principais, representando 99,28% da variância explicada. A Figura 1 mostra o gráfico de aceitação DD-SIMCA contendo as amostras de calibração, validação externa e a robustez para o modelo de autenticidade. A linha vermelha da Figura 1A se refere ao limite que define as amostras pertencentes ao grupo-alvo, no caso, as amostras orgânicas. Definido na etapa de calibração, esta área não é alterada ao inserir novas amostras dos conjuntos de validação. Como observado, todas as vinte amostras do conjunto de calibração foram localizadas abaixo da linha vermelha, sendo classificadas como hortelã orgânico.

A Figura 1B mostrou discriminação adequada entre as amostras orgânicas e não orgânica, e apenas 2 amostras não orgânicas foram consideradas como orgânicas pelo

modelo. Um teste de robustez foi realizado modificando uma das condições de extração e mostrou 100% de previsão correta, como mostra a Figura 1C.

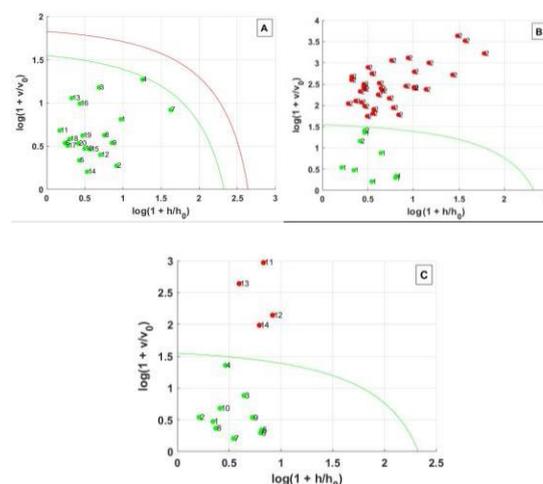


Figura 1. Resultados do DD-SIMCA. (A) aceitação para conjunto de calibração. (B) aceitação para conjunto de validação. (C) gráfico de validação da robustez.

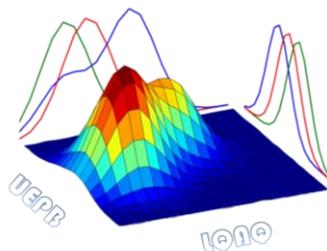
Conclusões

A metodologia foi eficaz para garantir a discriminação entre as amostras orgânicas e não-orgânicas de hortelã.

Agradecimentos

A CAPES, Fundação Araucária e UTFPR
¹Shaheen, S.; Khan, S. R. F. Ahmad, M. *Springer Nature Switzerland*, 2019.

²Ditlevsen, K.; Sandoe, P.; Lason, J. *Food Quality and Preference*, 2019, 71, 46.



Autenticidade do óleo de palma bruto usado na fritura do acarajé por RMN de ^1H

Elisangela F. Boffo^{1,*} (PQ), Carine S. C. Batista¹ (IC), Benivaldo N. Santos Jr¹ (PG), Fabiana M. Curvelo² (PG), Thais V. Viana² (PG), Deusdélia T. de Almeida² (PQ). *eboffo@ufba.br*.

¹ Departamento de Química Orgânica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia.

² Escola de Nutrição, Universidade Federal da Bahia.

Palavras Chave: *Composição, fingerprint, qualidade*

Introdução

O óleo de palma bruto (azeite de dendê) é muito utilizado no Estado da Bahia para a fritura por imersão de acarajés, devido à tradição cultural do acarajé e pelo odor agradável quando comparado a outros óleos comestíveis. No entanto, o processo de aquecimento do azeite favorece a produção de compostos potencialmente tóxicos à saúde humana e poucos estudos têm sido realizados para verificar a sua composição e qualidade¹. Dessa forma, este estudo mostra a aplicação de métodos quimiométricos aos dados de RMN de ^1H para verificar a autenticidade destes azeites e discriminá-los de outros óleos vegetais.

Resultados e Discussão

Neste estudo foram analisados 13 azeites de dendê antes e após a fritura de acarajé (15 minutos), 38 azeites coletados em pontos de venda e aquecidos por pelo menos quatro horas, três óleos de soja e dois de palmiste. Os espectros de RMN de ^1H foram adquiridos a 27 °C no espectrômetro Inova 500 de 11,7 T. A figura 1 mostra a discriminação entre os óleos de soja, palmiste e o azeite de dendê. As diferenças composicionais foram responsáveis por essa separação entre as amostras. O óleo de soja apresentou os maiores teores de triacilgliceróis insaturados, enquanto que o óleo de palmiste apresentou os menores. Além disso, houve uma pequena discriminação entre os óleos de palma brutos coletados nos pontos de venda de acarajé e os óleos frescos. As amostras analisadas são autênticas. Apenas um óleo foi caracterizado como uma mistura de óleo de palma bruto e óleo de soja,

conforme descrito em seu rótulo. Além disso, não houve adição de óleo de palmiste às amostras.

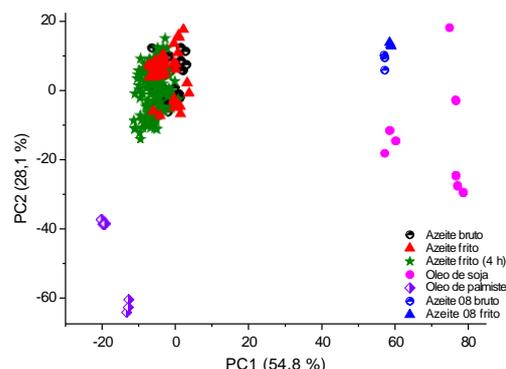


Figura 1. Escores de PC1 x PC2 dos dados de RMN de ^1H das amostras analisadas (82,9 %)

Com relação a oxidação das amostras durante a fritura, foram observados pequeníssimos sinais de aldeídos que são os primeiros produtos formados, mas não sendo possível quantificá-los.

A espectroscopia de RMN também foi usada para quantificar os triacilgliceróis presentes em cada tipo de azeite analisado.

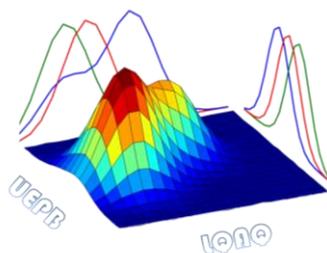
Conclusões

A metodologia utilizada é rápida e eficaz para criar uma impressão digital dos óleos de palma brutos, distinguindo-os dos óleos de soja e de palmiste.

Agradecimentos

LABAREMN/UFBA, CNPq, FAPESB e FINEP.

¹ Feitosa, S.; Boffo, E. F.; Batista, C. S. C.; Velasco, J.; Silva, C. S.; Bonfim, R.; Almeida, D. T. *Grasas y Aceites* **2019**, *70*, e305



Avaliação da Composição Multielementar e Compostos Fenólicos em Plantas Alimentícias Não Convencionais (PANC's) Empregando Análise Multivariada

Hesrom Fernandes Serra Moura^{1*} (PG), Caroline de Aragão Tannus (PG)², Fernanda de Souza Dias² (IC), Laura Beatriz Souza e Souza² (IC), Geovani Cardoso Brandão (PQ)¹, Débora de Andrade Santana (PQ)¹, Aníbal de Freitas Santos Júnior^{1,2} (PQ). *Email: biomouraa@gmail.com

¹ Universidade do Estado da Bahia (UNEB), Departamento de Ciências Exatas e da Terra (DCET), Salvador, Bahia, Brasil, 41.150-000.

² Universidade do Estado da Bahia (UNEB), Departamento de Ciências da Vida (DCV), Salvador, Bahia, Brasil, 41.150-000.

Palavras Chave: Plantas Alimentícias Não Convencionais (PANC's), Análise Multivariada, PCA, HCA.

Introdução

Plantas alimentícias não convencionais (PANC's) estão disponíveis em seu *habitat* natural e servem como fonte suplementar de alimentação¹. A análise multielementar e de compostos fenólicos se faz relevante para avaliação do potencial nutricional, químico e farmacêutico destas PANC's². Neste trabalho, análise de componentes principais (PCA) e de agrupamentos hierárquicos (HCA) foram empregadas para analisar os perfis (multielementar e fenólico) de 10 PANC's, em Salvador/Bahia e região metropolitana.

Resultados e Discussão

Após digestão ácida por microondas, os minerais foram quantificados por Espectrometria de Emissão Ótica com Plasma Acoplado Indutivamente (ICP OES). A PCA (Figuras 1A e 1B) mostrou dois grandes agrupamentos: um formado pelas amostras mais ricas em minerais, Coentrão (Ef), Língua de vaca (Ro), Hortelã grosso (Pa) e Hortelã miúdo (Ms) e, o outro pelas outras amostras que apresentaram teores menores para os analitos, em relação à PC1.

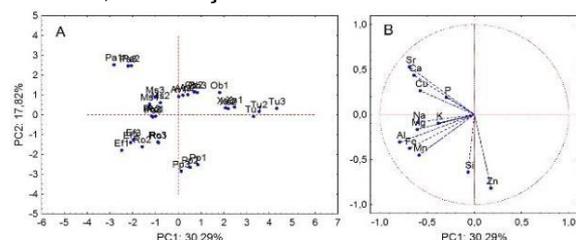


Figura 1. Gráficos de scores (A) e loadings (B) para avaliação da composição mineral em PANC's.

Após extração com metanol, as amostras foram analisadas por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC-DAD) para estudo dos compostos fenólicos. Hortelã miúdo (B) apresentou elevados teores de ácido trans-cinâmico (TCA), kaempferol (Kaemp) e quercetina (QUE) o que determinou sua separação das demais amostras (Figura 2).

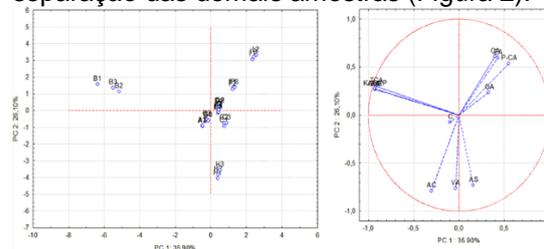


Figura 2. Gráficos de scores (A) e loadings (B) para avaliação da composição de compostos fenólicos em PANC's.

A HCA foi gerada pela distância euclidiana e pelo método de ligação simples para as duas análises e, os resultados corroboraram com os demonstrados pela PCA.

Conclusões

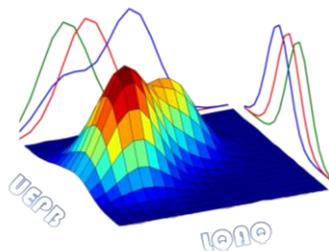
O emprego de análise multivariadas (PCA e HCA) permitiu analisar similaridades e diferenças na composição multielementar e de compostos fenólicos entre PANC's, observando-se a tendência de separação em dois grupos.

Agradecimentos

Capes; PGQA; PPGFARMA, UFBA e UNEB.

¹ Abeer, G.A. e Eman, S. *Middle East J. Appl. Sci.* **2014**, *4*, 448.

² Debnath, B.; Uddin, M.J.; Patari, P.; Das, M.; Maiti, D. e Manna, K. *Int. J. Pharm. Pharm. Sci.* **2015**, *7*, 223.



Avaliação da formação de complexo entre a sacarina e monômeros de base acrílica por titulação no ultravioleta e resolução multivariada de curvas (MCR)

Camila Santos Dourado ¹ (PQ)*, Izabella Fernanda F. Domingues ¹ (PG), Jez Willian B. Braga (PQ)¹, Ana Cristi Basile Dias (PQ)¹. camila.dourado1@gmail.com

¹Universidade de Brasília, Instituto de Química, Brasília, DF, Brasil, CEP: 70910-900

Palavras-Chave: Sacarina, Complexo, Ácido metacrílico, Monômero Híbrido, Resolução Multivariada de Curvas.

Introdução

Dentre os métodos empregados para se estimar a estequiometria de complexação na síntese de polímeros molecularmente impressos (MIP) está a titulação na região ultravioleta (UV). Apesar do grande uso, a estimativa do ponto de equivalência neste método pode ser difícil, diante das diferentes absorvidades molares do analito, titulante e complexo. Assim, este trabalho objetivou avaliar o uso de Resolução Multivariada de Curvas (MCR) para estimar o ponto de equivalência da titulação da sacarina (SAC) por UV, com dois monômeros de base acrílica, ácido metacrílico (MAA) e MAA conjugado com Aminopropiltriétoxissilano (APTES), para a síntese de um MIP para a SAC.

Resultados e Discussão

Foram titulados 2 mL de solução de SAC 0,1 mmol·L⁻¹ em acetonitrila (ACN), dispostos em em uma cubeta, adaptada em acessório de Peltier, com agitação constante. Como titulantes, empregaram-se soluções com o MAA e APTES-MAA preparadas em ACN. As concentrações das soluções foram: 0,9 mmol·L⁻¹ para MAA-APTES e 1 mmol·L⁻¹ para MAA. Foram feitas 60 adições de titulante à cubeta em intervalos de 90 s e após a estabilização foram adquiridos espectros UV. A análise por MCR foi feita na interface MCR-ALS *toolbox* e os números de componentes estimados por SVD foram 3 e 2 para as titulações com MAA-APTES e MAA, respectivamente. A estimativa inicial dos espectros foi realizada pelo método *Pure* e foi

imposta a restrição de não negatividade nos espectros. Para o MAA observou-se no gráfico de concentrações o aumento da componente atribuída ao complexo e o decréscimo da concentração da SAC com ponto de equivalência em aproximadamente 1:8. Já para o MAA-APTES observaram-se dois pontos de equivalência, compatíveis com as descontinuidades da sigmoide, que foram: 1:2 e 1:8, o que pode sugerir complexação em duas etapas, uma referente ao grupo silanol e outra referente ao nitrogênio da amida (**Fig.1**). Em ambas estratégias foi possível identificar o decréscimo da componente referente a SAC e o crescimento e estabilização da componente referente ao complexo, que confere maior confiabilidade na detecção do ponto de equivalência.

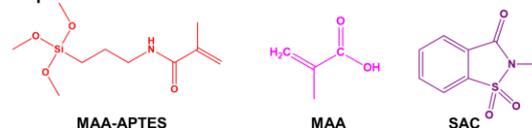


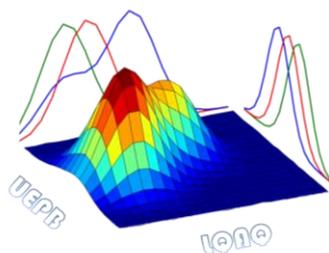
Figura 1. Estruturas moleculares do MAA-APTES, MAA e SAC.

Conclusões

O MCR apresentou-se como um método simples e eficaz para identificar o ponto de equivalência de complexação da SAC aos monômeros, reduzindo a subjetividade atribuída ao método convencional de inspeção visual e atribuição de regiões lineares.

Agradecimentos

UnB-IQ; CAPES, FAP-DF.



Avaliação da influência do processo de secagem na diferenciação de Maca Peruana utilizando Espectrometria de Massas e Análise de Componentes Principais.

¹Heloísa de Carvalho Rodrigues (PG), ²Luíza Mariano Leme (PG)*, ³Hellen Fernanda da Silva Paulino (IC), ¹Patrícia Valderrama (PQ), ²Eduardo Jorge Pilau (PQ), ¹Paulo Henrique Março (PQ)

* *lmarianoleme@gmail.com*

¹Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos – PPGTA, Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus Campo Mourão (UTFPR-CM), Via Rosalina Maria dos Santos, 1233, Área Urbanizada 1, Campo Mourão - PR, 87301-899

²Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Estadual de Maringá, Av. Colombo, 5790, Maringá – PR, 87020-900

³Departamento Acadêmico de Alimentos e Engenharia Química, UTFPR-CM, Via Rosalina Maria dos Santos, 1233, Área Urbanizada 1, Campo Mourão - PR, 87301-899

Palavras Chave: PCA, Alimentos, Controle de Qualidade.

Introdução

As macamidas são metabolitos secundários encontrados em Maca Peruana (*Lepidium meyenii* Walp), e podem ser utilizados como marcadores para a autenticação, padronização e controle de qualidade deste cultivar. Os efeitos destes compostos estão relacionados com a sexualidade, reprodução e amenização de sintomas indesejados da menopausa. Assim, o processamento da Maca deve preservar estes compostos bioativos. Logo, o objetivo deste trabalho foi avaliar a influência da secagem na diferenciação de amostras de farinha de Maca Peruana.

Resultados e Discussão

Amostras de farinha de Maca Peruana secas em forno (7) e secas ao sol (5), além de farinha (1) e farelo de arroz (1), juntamente com padrão de ác. linoleico foram analisadas por espectrometria de massas. Os espectros obtidos foram submetidos a análise de componentes principais, sendo utilizadas 8 PCs para explicar 90.34% da variância dos dados (centrados na média utilizando-se escala de Pareto). A PC2 possibilitou a separação das amostras com relação ao método de secagem (Figura 1), sendo que os principais íons atribuídos às amostras secas ao sol apresentaram razão massa carga (m/z) 112,997; 116,068; 168,043; 175,114; 188,065;

205,090; 274,265; 450.183 e 460,189; enquanto que para as amostras secas ao forno foram 234,089; 270,125; 278,115; 319,215; 307,170; 317,199 e 321,186.

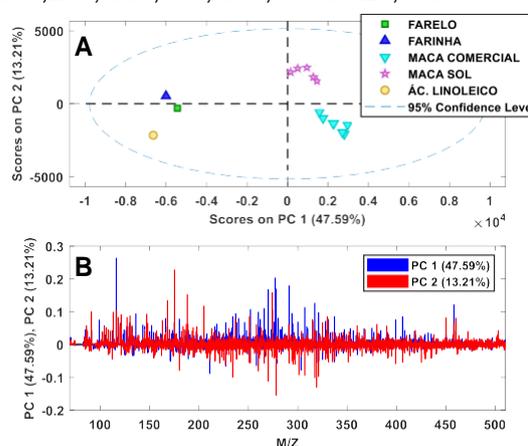


Figura 1. (A) Scores e (B) Loadings de PC1 x PC2 para os espectros de massas obtidos.

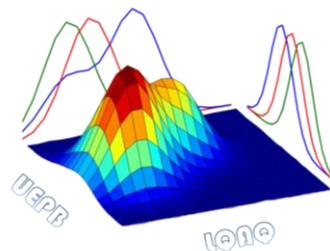
Conclusões

O método de secagem da maca peruana pode interferir na qualidade do produto e pode ser diferenciado por PCA de espectros de massas.

Agradecimentos

À Color Andina, CAPES e CNPq.

¹ Curtis, M. D.; Shiu, K.; Butler, W. M. e Huffmann, J. C. *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 3335.



Avaliação da qualidade de grãos de café armazenados em diferentes embalagens empregando espectroscopia Raman e OCPLS

Larissa B. Santos (PG)^{1*}, Camila A. Dias (PG)², Mariana R. Almeida (PQ)¹, Flávio Meira Borém (PQ)², Luisa Pereira Figueiredo (PQ)³, Luiz Fernando C. de Oliveira (PQ)⁴

E-mail: laribtsantos@gmail.com*

¹Departamento de Química, ICEx, Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG, ²Departamento de Engenharia Agrícola, Universidade de Lavras – UFLA, ³Departamento de Ciência dos Alimentos, Universidade de Lavras – UFLA, ⁴Departamento de Química, ICE, Universidade Federal de Juiz de Fora - UFJF

Palavras-Chave: cafés especiais, quimiometria, modelagem de classe.

Introdução

O armazenamento de grãos de cafés é uma etapa importante no mercado de cafés especiais, uma vez que o preço pago pelo café depende da qualidade do produto final¹. Os grãos de café são armazenados em sacos de juta, no entanto, esse tipo de embalagem não oferece proteção, ocasionando ao material, rápida deterioração e redução da qualidade inicial. Uma nova tecnologia, embalagem de papel de alta barreira, foi desenvolvida para o armazenamento dos grãos com o objetivo de preservar a qualidade do produto^{2,3}.

A proposta deste trabalho foi utilizar a técnica de espectroscopia Raman e modelagem de classe OCPLS para acompanhar as alterações químicas dos grãos crus de café especial armazenados em papel (tradicional) e embalagem de alta barreira (nova tecnologia) em um período de 12 meses.

Resultados e Discussão

Os espectros Raman obtidos foram pré-processados utilizando primeira derivada e alisamento Savitsky-Golay. Para a construção do modelo OCPLS⁴ foi realizada a validação cruzada para escolha do número de variáveis latentes. Foram escolhidas 3 VLs conforme mostrado na Figura 1a. Usando um conjunto de amostras controle (tempo 0), foram calculados os limites da classe controle (Figura 1b). A figura 2 mostra a previsão das amostras de café em embalagens de papel e alta barreira com tempo de armazenamento variando entre 3, 6, 9 e 12 meses. As amostras na embalagem de papel ficaram fora dos limites do modelo. Já na embalagem de

alta barreira, praticamente todas ficaram dentro do limite estabelecido, evidenciando assim que mesmo com a variação do tempo, a embalagem de alta barreira possui eficiência em manter as características químicas iniciais presentes nos grãos de café (amostras controle).

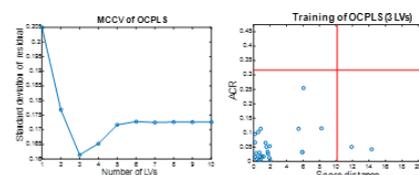


Figura 1 – Resultados OCPLS para (a) a validação cruzada e (b) conjunto treinamento para dados dos grãos de café cru.

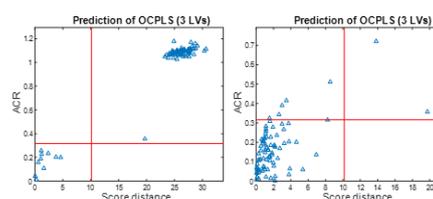


Figure 2 – Resultados OCPLS para os conjuntos teste das embalagens de papel e alta barreira.

Conclusões

O modelo OCPLS construído foi eficiente em classificar as amostras sob controle, e assim pode ser utilizado para acompanhar a variação dos espectros Raman dos grãos de café ao longo do tempo.

Agradecimentos

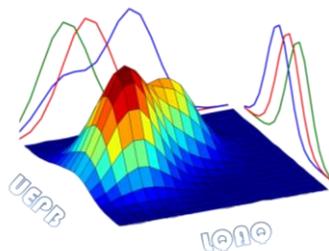
CAPES, CNPq, FAPEMIG.

¹Giomo, G. S.; Borém, F. M. Inf. Agropecuário, **32**, p.7-16, 2011.

²Abreu, G. F. et al. Food Chemistry, **287**, p.241-248, 2019.

³Borém, F. M. et al. Journal of Food Science and tech., **56**, p.4101, 2019.

⁴Xu, L. et al. Chem. and Intel Lab. Syst., **139**, p.58-63, 2014.



Avaliação de adulteração em óleos essenciais por espectroscopia de infravermelho médio (FTIR-ATR) e resolução multivariada de curvas

Creir da Silva¹ (PR), Cristiane Mengue Feniman Moritz² (PQ), Paulo Henrique Marçó³ (PQ), Otávio Akira Sakai^{1*} (PQ)

¹Instituto Federal do Paraná – Campus de Umuarama, ²Universidade Estadual de Maringá – Campus de Umuarama, ³Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus de Campo Mourão, *otavio.sakai@ifpr.edu.br

Palavras Chave: Adulteração, FTIR, óleo essencial.

Introdução

Os óleos essenciais (OEs) são empregados industrialmente pelo elevado poder aromatizante. A composição química diversificada dos OEs confere a possibilidade de serem aplicados na indústria de alimentos como potenciais antioxidantes e antimicrobianos naturais, atendendo a tendência do mercado por produtos naturais na alimentação¹. Pelo alto valor agregado, os OEs podem ser alvo de adulterações para o aumento de volume a ser comercializado. O objetivo deste estudo foi utilizar a espectroscopia do infravermelho (FTIR-ATR) e a ferramenta de quimiometria Resolução Multivariada de Curvas com Mínimos Quadrados Alternantes (MCR-ALS) para a detecção de adulterantes em OEs de limão siciliano e laranja.

Resultados e Discussão

Utilizando os OEs de limão siciliano e laranja fornecidos gentilmente pela empresa Flavor Tec®, foram obtidos os espectros na região do infravermelho médio após a adição de oito diferentes adulterantes, em 12 concentrações cada um, variando de 50 até 0,125% (v/v). As matrizes foram compostas por 97 linhas (amostras) e 1879 colunas (números de onda). Após aplicação de MCR-ALS, utilizando-se a restrição de correlação, nos dados obtidos por FTIR-ATR, foi possível recuperar os espectros e respectivas concentrações relativas. Para exemplificar os resultados, a Figura 1 apresenta (A) os espectros e (B) as respectivas concentrações relativas recuperadas para o óleo essencial de limão

siciliano (OELS) adulterado com essência de limão siciliano (ELS). A partir da aplicação de MCR-ALS a relação entre as concentrações reais com as previstas pelo método apresentaram um ajuste (R^2) de 0,78 e 0,89, para OELS e ELS, respectivamente.

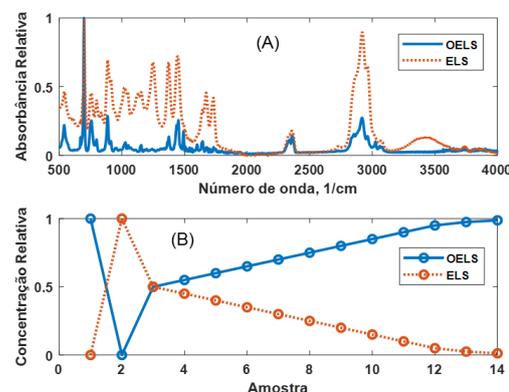


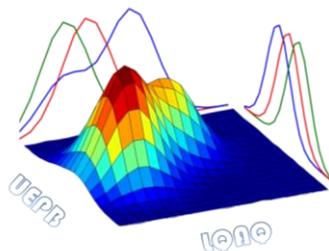
Figura 1. (A) Espectros e (B) respectivas concentrações relativas obtidas por MCR-ALS.

OELS: óleo essencial de limão siciliano; ELS: essência de limão siciliano.

Conclusões

A MCR-ALS permitiu recuperar os espectros e respectivas concentrações relativas de forma satisfatória para todos os adulterantes, mostrando-se uma ferramenta com potencial para ser aplicada no monitoramento da qualidade e na prevenção de adulteração de OEs avaliados por FTIR-ATR.

¹ Ruben, O.; Valeria, N.; Ruben, G. N. Antioxidant activity of fractions from oregano essential oils obtained by molecular distillation. *Food Chem.* **2014**, *156*, 212-219.



Avaliação de canela (*cinnamomum*) orgânica utilizando espectroscopia no infravermelho médio com reflectância total atenuada e PARAFAC.

Andressa Rafaella da Silva Bruni¹ (PG), Ana Sophia Tovar Fernandez¹ (PG), Vitoria Maria Almeida Teodoro de Oliveira¹ (PG), Otávio Akira Sakai² (PQ), Paulo Henrique Março¹ (PQ), Patrícia Valderrama¹ (PQ).

rafaela_óruni@hotmail.com

¹Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 87301-899, Campo Mourão — PR, Brasil.

²Instituto Federal do Paraná, 87507-014, Umuarama — PR, Brasil.

Palavras Chave: MIR, Orgânico, PARAFAC.

Introdução

Na atualidade o consumo de alimentos orgânicos aumentou expressivamente, bem como o interesse dos consumidores pela qualidade desses produtos¹. Alimentos rotulados como orgânicos não devem conter fertilizantes sintéticos, pesticidas químicos, hormônios e antibióticos². Entre os alimentos orgânicos, a canela se destaca por seu sabor característico e seus compostos bioativos que apresentam eficiência no combate a doenças³. Assim, o objetivo foi avaliar amostras de canela em pó orgânica e não-orgânica por espectroscopia no infravermelho médio com transformada de Fourier e reflectância total atenuada em conjunto com a Análise de Fatores Paralelos (PARAFAC).

Resultados e Discussão

Os espectros MIR das amostras de canela em pó são apresentados na Figura 1.

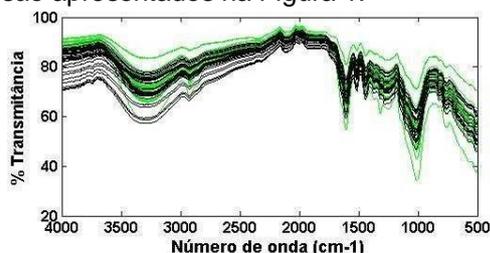


Figura 1. Espectros MIR. (—) amostras orgânicas. (---) amostras não orgânicas.

Os scores (Figura 2A) mostraram a separação das amostras orgânicas das não-orgânicas. Os loadings das replicatas (Figura 2B) demonstraram a precisão no nível de

repetibilidade e a região espectral acima de 2600 cm⁻¹ foi a responsável pela separação das amostras (Figura 3C).

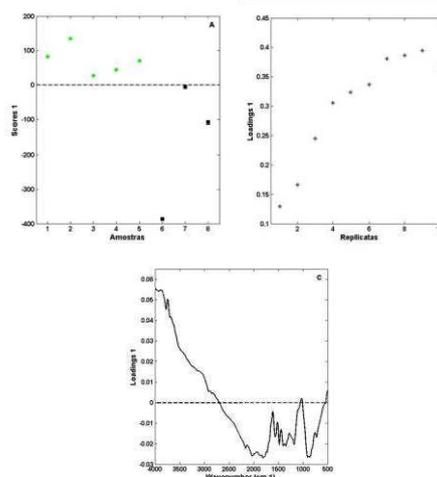


Figura 2. Resultados do PARAFAC. (A) Scores. (B) Loadings replicatas. (B) Loadings espectral. (•) amostras orgânicas (◦) amostras não-orgânicas. () replicatas.

Conclusões

A metodologia é promissora na avaliação da canela em pó, permitindo a sua distinção como orgânica e não-orgânica.

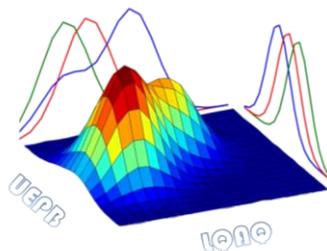
Agradecimentos

A CAPES, Fundação Araucária e UTFPR

¹Capuano, E.; Boerrigter-Eenling, R.; Van der Veer, G.; Van Ruth, S. M. *J. Sci. Food Agr.* 2013, 93,12.

²González, N.; Marquès, M.; Nadal, M.; Domingo, J. L. *Food Chem. Toxicol.* 2019, 125, 370.

³Ranasinghe, P.; Pigera, S.; Premakumara, G.A.S.; Galappaththy, P.; Constantine, G. R.; Katulanda, P. *BMC Complem. Altern. M.* 2013, 13, 1.



Avaliação de modelos SPA-LDA e GA-LDA na classificação de fármacos apreendidos utilizando ATR-FTIR

Danielle Kochenborger John^{1*}(PG), Maíra Kerpel dos Santos² (PG), Fábio Henrique Weiler¹(PG), Kristiane de Cassia Mariotti³(PQ), Rafael Scorsatto Ortiz³(PQ), Marco Flôres Ferrão¹(PQ)

¹ LAQIA, PPGQ, UFRGS, Porto Alegre, CEP 91501-970, Rio Grande do Sul, Brasil.

² PPGCF, UFRGS, Porto Alegre, CEP 91501-970, Rio Grande do Sul, Brasil.

³ Polícia Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS

*daniellekjohn@gmail.com

Palavras Chave: ATR-FTIR, fármacos, SPA-LDA

Introdução

O consumo de fármacos sem acompanhamento médico é uma grande preocupação na área de saúde pública. Com a popularização de vendas através da internet, muitos medicamentos se tornam alvos de falsificação e adulterações, causando intoxicações e até dependência. Tendo em vista a importância da clara identificação destas substâncias para melhor aplicação de programas de combate a este tipo de crime, o objetivo do presente trabalho foi a avaliação de modelos de classificação de fármacos apreendidos, empregando infravermelho médio e seleção de variáveis.

Resultados e Discussão

Métodos de seleção de variáveis, como algoritmo de projeções sucessivas (SPA) e algoritmo genético (GA), junto a dados de infravermelho são muito utilizados com o objetivo de reduzir tempo de análise e tamanho do conjunto de dados. Dados de ATR-FTIR da região de 1800 a 750 cm^{-1} de 72 amostras de cinco diferentes classes de fármacos apreendidos pela Polícia Federal foram utilizados nas construções dos modelos SPA-LDA E GA-LDA. Os contrafeitos apreendidos continham os princípios ativos femproporex, benzocaína, lidocaína, cafeína e fluoxetina e foram divididos em conjuntos de treinamento (60%) e teste (40%) através do algoritmo Kennard-Stone. Os dados foram centrados na média e os modelos avaliados de acordo com sua acurácia. Todos os cálculos foram realizados em ambiente MATLAB® (R2010b). O modelo GA-LDA apresentou acurácia de 100%, selecionando 1,1% dos números de onda iniciais. Já o modelo SPA-

LDA obteve 100% de acurácia utilizando apenas 5 variáveis (0,24% das variáveis totais), indicadas na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** O SPA mostrou-se mais seletivo em relação aos números de onda, uma vez que este método é menos sensível a ruídos instrumentais¹. Os números de onda selecionados remetem fortemente as estruturas dos compostos caracterizados previamente como princípios ativos desses fármacos. Esta relação indica que a seleção de variáveis, tanto com GA-LDA quanto SPA-LDA, foi feita de acordo com o ingrediente farmacêutico ativo, e não seus excipientes, sendo um método sensível na classificação das amostras de acordo com suas respectivas classes.

Tabela 1 - Variáveis selecionadas pelo modelo SPA-LDA²

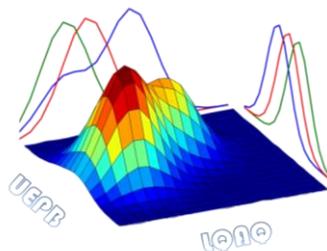
Em cm^{-1}	Identificação
995,5	deformação angular H-C=
1018,5	substituição na posição <i>para</i> do anel aromático
1058,5	estiramento C-O
1323	estiramento C-N aromático
1734,5	C=O

Conclusões

Através de métodos de seleção de variáveis aliados ao LDA pode-se obter melhores condições para a classificação correta das amostras, diminuindo o tempo de análise e possibilitando a futura criação de equipamentos portáteis específicos.

Agradecimentos

CNPq, CAPES e IFRS – Campus Porto Alegre
1 Pontes, M.J.C. *et al. Chemometr Intell Lab*, 2005, 78, 11-18.
2 Colthup, N.B., Daly, L.H., Wiberley, S.E. Introduction to infrared and Raman spectroscopy. 2ª ed. Academic Press. 1990.



Avaliação de modelos supervisionados de reconhecimento de padrões no diagnóstico médico

Raquel E. Guedes (PG), Alexandre R. Torres (PQ), Aderval S. Luna* (PQ)

asluna@uerj.br

Palavras Chave: Reconhecimento de Padrões, Diagnóstico Médico, Floresta Aleatória, Ortopedia

Introdução

O conjunto de dados biomédicos usado está disponível publicamente no MLR¹. O banco de dados contém informações de radiografias panorâmicas da coluna vertebral de 310 pacientes, onde temos 100 pacientes voluntários sem nenhuma patologia na coluna (pacientes normais), 60 pacientes com hérnia de disco (HD) e 150 pacientes com espondilolistese (ES). Cada paciente é representado por seis características: orientação da pelve e da coluna lombar: ângulo de incidência pélvica, ângulo de inclinação pélvica, ângulo da lordose lombar, inclinação sacral, raio pélvico e grau de deslizamento.

Os modelos de classificação utilizados foram Análise discriminante por mínimos quadrados parciais (PLS-DA), SIMCA (Soft Independent Modeling of Class Analogy), Máquinas de vetores de suporte (SVM) - função de base radial e função polinomial, Rede neural artificial (ANN), Floresta Aleatória, LVQ (Learning Vector Quantization), e SOM (Self-Organizing Maps).

Resultados e Discussão

Foram avaliados métodos de reconhecimento de padrões para classificação de pacientes ortopédicos: 1) pacientes com hérnia de disco, 2) pacientes com espondilolistese e 3) pacientes normais.

A classificação foi realizada na plataforma R usando a interface RStudio². Na análise exploratória dos dados, foram observados 55 outliers. Realizou-se a centralização na média, escalonamento, transformação Box-Cox, para induzir à normalidade e aplicação do sinal espacial, para o tratamento dos outliers presentes. O banco com 310 amostras foi

dividido em dados de treinamento (75%) e validação (25%).

A Tabela 1 mostra as figuras de mérito dos modelos empregados neste trabalho. A exatidão é calculada a partir dos valores preditivos, ou seja, verdadeiros e falsos positivos e verdadeiros e falsos negativos, em que a soma dos valores verdadeiros positivos e negativos são divididos pela soma de todos valores preditivos.

Tabela 1. Figuras de mérito.

Modelo	Exatidão	Kappa
Floresta Aleatória	0,922	0,875
ANN	0,909	0,855
SOM	0,908	0,853
SVM - Polinomial	0,896	0,833
PLS-DA	0,883	0,813
SVM - Base Radial	0,883	0,812
LVQ	0,857	0,771
SIMCA	0,844	0,748

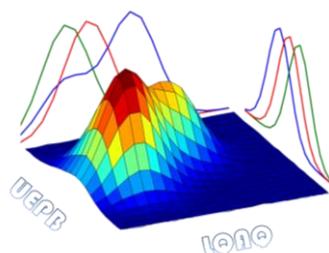
A análise de importância das variáveis para o modelo Floresta aleatória mostrou que o grau de deslizamento é o fator de maior importância para a classificação.

Conclusões

O modelo Floresta Aleatória apresentou o melhor desempenho na classificação das amostras, com índice kappa de 0,875 e exatidão igual a 0,922. Além disso, o grau de deslizamento é o fator mais relevante para a classificação.

¹ Machine Learning Repository. Disponível em: <<http://archive.ics.uci.edu/ml/datasets/Vertebral+Column>>. Acesso em: 05 abr. 2020.

² R.C. Team, R: A Language and Environment for Statistical Computing, (2017) (<https://www.r-project.org/>).



AVALIAÇÃO DO EFEITO DO TEMPO DE SECAGEM EM MODELO HIERÁRQUICO PARA IDENTIFICAÇÃO DE MANCHAS DE SANGUE HUMANO

Mirelly C.A. Pequeno (IC)¹, Aline C.S. Fonseca (PG)², José Francielson Q. Pereira (PQ)², Ricardo S. Honorato (PQ)³, M. Fernanda Pimentel (PQ)¹

¹: Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Engenharia Química, Recife, PE, Brasil

²: Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Química Fundamental, Recife, PE, Bra sil

³: Departamento de Polícia Federal – PE, Brasil.

Palavras Chave: Infravermelho próximo; Química Forense; espectrômetro portátil;

Introdução

Nas Ciências Forenses é crescente a busca por métodos analíticos robustos, confiáveis, não subjetivos, e não-destrutivos, de modo que sejam permitidas futuras análises de contraprova. Pereira *et al.*² utilizaram um espectrômetro portátil de infravermelho próximo para identificação de manchas de sangue em diferentes substratos. Fundamentado nesse estudo, este trabalho buscou construir um modelo multivariado a partir de espectros na região do infravermelho próximo para classificar manchas de sangue humano e avaliar a influência do tempo de secagem da mancha no desempenho do modelo de classificação. O conjunto de dados foi formado por espectros de sangue animal (3 animais), humano (6 doadores), e falso-positivos comuns (7 produtos de cor vermelha), coletados de manchas depositadas em porcelanato. Um modelo hierárquico foi elaborado com quatro regras de decisão para separar amostras de falso-positivos comuns (FPC), sangue animal (SA) e sangue humano (SH).

Resultados e Discussão

Foram coletados 202 espectros no infravermelho próximo, utilizando o MicroNir 1700 da Viavi, referente as diferentes amostras depositadas sob o porcelanato e secadas por 6 dias em temperatura ambiente. Com o objetivo de corrigir efeitos físicos indesejados, foram aplicadas as técnicas de pré-processamento *Standard Normal Variate* (SNV) e 1º Derivada com suavização de 13 pontos e polinômio do 2º grau. Para a construção do modelo hierárquico, foram usados como conjunto de treinamento 6 doadores de SH (48 espectros), 3 animais (2 carneiros e 1 cavalo, 24 espectros) e 105 espectros dos FPC. Para o conjunto de teste foram utilizados espectros de 2 doadores de sangue humano e 1 animal. Adicionalmente, foram obtidas amostras com tempos de secagem de 2 e 9 dias, e amostras de SH com

5, 6, 7 e 8 dias de secagem cedidas por outro pesquisador para validação externa. A primeira regra de decisão do modelo hierárquico (Figura 1) teve como objetivo a separação de *outliers* a partir de um modelo de Análise de Componentes Principais (PCA). O critério usado para separar *outliers* foi o T^2 de Hotelling ($T^2 > 4$). A segunda etapa, baseada em outro modelo de PCA, construído após a remoção de amostras de 2 FPC mais distintos, usou o critério $T^2 > 5,5$. Na terceira regra de decisão, utilizou-se outro modelo de PCA para todas as amostras de SH e SA, sem os FPC, com critério de $T^2 > 2.15$. Por último, um modelo de PCA construído apenas com as amostras de SH foi usado para rejeitar as amostras de animal, com critério de Q-residual ($q < 8$).

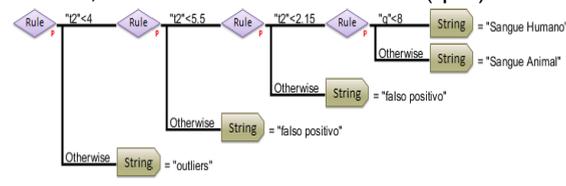


Figura 1. Modelo Hierárquico

Para o conjunto de teste de 6 dias, o modelo classificou corretamente 100% das amostras. Para as amostras com tempos de secagem de 2 a 9 dias de secagem, a taxa de classificação para sangue humano variou entre 58% e 90%, dependendo do tempo e origem da amostra.

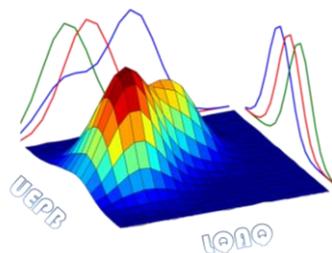
Conclusões

Os resultados obtidos demonstram o grande potencial do modelo hierárquico construído para tempos de deposição da amostra similares. Modelos mais robustos ao tempo secagem devem ser construídos e avaliados em etapas futuras

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FACEPE, NUQAPE, NEQUIFOR, INCTAA

¹ J. F. Q. Pereira, C. S. Silva, M. J. L. Vieira, M. F. Pimentel, A. Braz, R. S. Honorato, *Microchem. J.*, v. 133, p. 561–566, 201



Avaliação do melhor método de extração de cinarina das folhas secas de alcachofra por UV-Vis, RMN de ^1H e quimiometria

Elisângela F. Boffo^{1,*} (PQ), Milena O. Shiromoto² (IC), Kéture S. de Melo² (IC), Airton Damasceno Silva³ (PG), Paulo C. Vieira^{3,4} (PQ), Alessandra R. P. Ambrozini² (PQ) *eboffo@ufba.br.

¹Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia; ²Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Federal de Alfenas, Campus Poços de Caldas; ³Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos; ⁴Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo.

Palavras Chave: alcachofra, cinarina, quimiometria.

Introdução

A alcachofra (*Cynara scolymus* L.) é uma planta da família Asteraceae, que possui diversas propriedades medicinais. Quimicamente, ela produz, principalmente, polifenóis, como os derivados do ácido cafeoilquínico. Entre estes, o ácido 1,3-O-dicafecilquínico, também conhecido como cinarina, é o de maior importância econômica e medicinal¹. Com o objetivo de se avaliar o melhor solvente (etanol ou acetona) e método de extração (maceração, infusão e Soxhlet) da cinarina a partir das folhas secas de alcachofra, foi realizado o presente trabalho, que aliou métodos espectroscópicos a métodos quimiométricos para alcançar o objetivo proposto.

Resultados e Discussão

As folhas de alcachofra foram extraídas, em triplicata, por cada método e solvente escolhidos, sempre utilizando-se a relação de 3 g de folhas para 200 mL de solvente. Após evaporação do solvente, foram obtidos os espectros por UV-Vis e RMN de ^1H dos extratos. A partir dos dados espectroscópicos dos extratos, foram montadas matrizes de dados, as quais foram analisadas pelo Programa *Pirouette*® v. 4.5. Os parâmetros e a seleção de variáveis foram otimizados a fim de obter o melhor resultado nas análises por PCA e HCA. Além de ser realizada seleção de variáveis, os dados de UV-Vis foram centrados na média e utilizou-se norma-1. Já para os dados de RMN de ^1H , utilizou-se seleção de variáveis, autoescalamento e norma-1.

O gráfico de escores (**Figura 1**) obtido pela análise dos dados de RMN de ^1H dos extratos

mostra que a discriminação está relacionada ao solvente usado na extração dos constituintes da alcachofra e ao processo de extração.

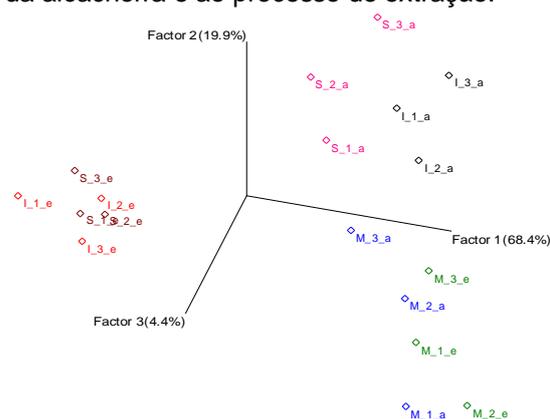


Figura 1. PCA dos dados de RMN de ^1H

Pelas análises quimiométricas dos dados espectroscópicos, pode-se concluir que as diferentes formas de extração e tipo de solventes extratores influenciam a composição química dos extratos. Apesar disso, pela análise dos espectros de RMN de ^1H , concluiu-se que os extratos de alcachofra não continham cinarina, provavelmente devido à sua hidrólise.

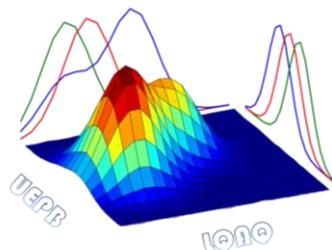
Conclusões

A quimiometria foi eficiente para diferenciar os extratos segundo o tipo de solvente e o processo de extração, indicando a diferença na composição química dos extratos.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPESB e FINEP.

¹Schutz, K.; Kammerer, D.; Carle, R.; Schieber, A. *J. Agric. Food Chem.*, **2004**, 52, 4090.



Avaliação do perfil físico-químico, compostos fenólicos e atividade antitumoral do mel de *Tetragonisca angustula* (Jataí) utilizando PCA

Adriane B. Ferreira^{1*} (PG), Cleber G. Novaes¹ (PQ), Hion O. de Jesus¹ (PG), Julita M. P. Borges¹ (PQ), Rosane M. Aguiar¹ (PQ). *adrianebastoss@gmail.com

1- Programa de Pós-Graduação em Química – PGQUI. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – Campus Jequié, Jequié – BA.

Palavras Chave: Mel jataí, estudo fitoquímico, PCA.

Introdução

O mel de abelhas sem ferrão tem sido admirado em virtude do seu sabor peculiar e qualidade nutricional, o que justifica seu êxito comercial. A composição química apresentada por esse produto pode variar a depender de fatores edafoclimáticos, região de cultivo, espécie de abelha e período de coleta¹. Nesse sentido, este estudo buscou analisar as características físico-químicas do mel de abelha jataí coletados nos períodos seco (MPS) e úmido (MPU) na região sudoeste da Bahia, quantificar os compostos fenólicos e avaliar sua atividade antitumoral.

Resultados e Discussão

A análise dos parâmetros físico-químicos (pH, acidez, açúcares redutores, umidade, cinzas e cor), para o MPS e MPU, permitiu observar diferenças estatisticamente significativas entre as amostras, informação corroborada por estudos anteriores². No entanto, o teor de fenólicos e flavonoides para MPS e MPU foram estatisticamente semelhantes.

Os resultados foram melhor analisados através da aplicação de Análise de Componentes Principais (PCA), onde PC1 e PC2 foram selecionadas por explicarem aproximadamente 98% de variância dos dados. O gráfico de *escores* obtido evidenciou bem a distinção entre as amostras de MPS e MPU e o gráfico de *loadings* demonstrou com precisão as variáveis responsáveis pela distinção das amostras (Figura 1). As características físico-químicas foram as principais variáveis responsáveis pela diferença entre as amostras de MPS e MPU, em que o pH e a umidade se destacam na justificável semelhança entre as amostras de MPU e são pontuais para evidenciar sua diferença com as amostras de MPS. Já as

demais características (acidez, açúcares redutores, teor de cinzas e cor) foram relevantes para propor a semelhança entre as amostras de MPS. O teor de fenólicos e flavonoides não diferiram entre as amostras.

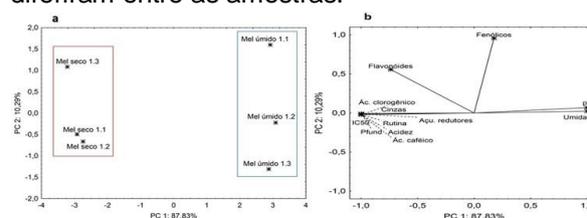


Figura 1. a) Gráfico de escores e b) Gráfico de loadings.

Foram identificados ainda os ácidos clorogênico, ácido cafeico e rutina, após extração por Microextração Líquido-Líquido Dispersiva (DLLME) e analisadas por CLAE-UV. Para o teste antitumoral determinou-se atividade citotóxica do tipo dose/dependente com Concentração Mínima Citotóxica de 1000 ng.mL⁻¹ do mel e diferença de 16,19% do grupo controle.

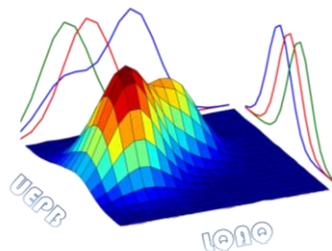
Conclusões

As correlações que podem ser evidenciadas no presente trabalho apontam que o MPS apresenta maior teor de cinzas, de açúcares redutores e acidez, com menor teor de umidade em comparação com MPU. Tais variações são justificáveis pelas características climáticas e variabilidade florística nos períodos do ano na região sudoeste do Bahia. Além disso, o extrato apresentou resposta positiva para atividade antitumoral em baixas concentrações.

Agradecimentos

UESB, PGQUI, CAPES, CNPq.

- 1- Ávila, S. et al. *Trends in Food Science and Technology*, 2018, pp. 37–50.
- 2- Biluca, F. C. et al. *Journal of Food Composition and Analysis*. 2017, Elsevier Inc., 63, pp. 89–97.



Avaliação quimiométrica de dados de fluorescência síncrona com análise direta de sólidos para a classificação geográfica de cafés verdes

Aderval Severino Luna¹ (PQ), Jarbas Verissimo Robert¹ (PG), Rodrigo Barros Rocha² (PQ), Jefferson Santos de Gois^{1*} (PQ)

¹Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rua São Francisco Xavier, 524;

²Embrapa Rondônia, BR 364 Km 5,5 - Zona rural, Porto Velho, RO, Brasil, 76815-800

*jefferson.gois@uerj.br

Palavras Chave: fluorescência, quimiometria, classificação

Introdução

Este trabalho tem por objetivo a utilização de métodos quimiométricos para a classificação da origem de amostras de clones de grãos de café colhidas em quatro localizações em Rondônia: os municípios de Alta Floresta, Ariquemes, Porto Velho e Ouro Preto do Oeste

Resultados e Discussão

Duzentas amostras de quatro classes de grãos de café, 50 de cada classe (isto é, cada cidade), foram moídas, peneiradas e analisadas por espectroscopia de fluorescência molecular sincronizada. As amostras foram analisadas em triplicata em dois *offsets*: 10 nm (com comprimentos de onda de emissão entre 240 nm a 600 nm) e 40 nm (entre 240 nm a 560 nm) todos com resolução de 1 nm. Os resultados dados foram analisados no software R. A primeira etapa foi o pré-processamento dos dados, realizando a diminuição do ruído espectral, a correção da linha de base e a correção do espalhamento de radiação. Feito isto, realizou-se a análise exploratória e verificação da distribuição por Análise dos Componentes Principais (PCA) e da Análise Robusta dos Componentes Principais (RPCA). Para a classificação, as amostras foram divididas em grupo treinamento (75%) e teste (25%). Cada *offset* (10 nm e 40 nm) foi testado isolado ou fusionados. O desempenho dos métodos lineares e não-lineares foi comparado, dentre eles LDA, RDA, QDA, MDA, SVM Linear, SVM

Radial, SVM Polinomial, Floresta Randômica, Redes Neurais, KNN, GBM, LVQ e LVQ otimizado. Os melhores resultados foram obtidos a partir dos dados brutos da fusão dos espectros de *offset* de 10 nm e 40 nm, com otimização de Pareto, onde o modelo SVM Polinomial alcançou exatidão de 97,98% na classificação

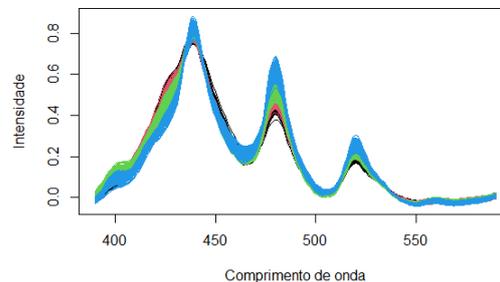


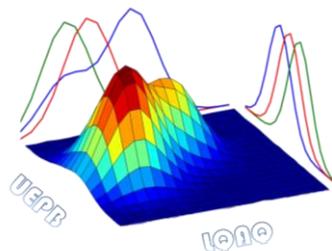
Figura 1. Espectro das 200 amostras de café, correspondendo a quatro classes, cada cor representa uma classe

Conclusões

Foi possível realizar a classificação com elevada exatidão, mesmo em amostras geneticamente idênticas, plantadas no mesmo estado e com preparo de amostra simplificado, mostrando a capacidade dos métodos quimiométricos na resolução de problemas de alta complexidade como este.

Agradecimentos

Agradecemos o apoio dos órgãos CNPq, CAPES, FAPERJ e Embrapa.



Avaliação temporal de metais e As em material particulado em suspensão nas praias do litoral norte do Espírito Santo usando PCA

Maiara Krause (PG),¹ Vinicius Câmara Costa (PQ),¹ Luiza Valli Vieira (PG),¹ Mateus Rasch (IC),¹ Geisamanda Pedrini Brandão Athayde (PQ),¹ Jefferson Rodrigues de Souza (PQ)¹ e Maria Tereza Weitzel Dias Carneiro Lima (PQ)¹ maiarakrause@gmail.com

¹Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), Vitória, ES.

Palavras-Chave: material particulado, metais e Rio Doce

Introdução

Um importante fator a ser considerado na carga do material particulado em suspensão (MPS) nas praias do litoral norte do Espírito Santo, está relacionado a vazão do Rio Doce, que por sua vez, está associado à alta variabilidade das chuvas.¹ Nesse sentido, o presente trabalho tem por objetivo determinar a significância em escala temporal com relação a concentração de metais e As no MPS ao longo do litoral norte do Espírito Santo.

Resultados e Discussão

Os resultados obtidos nesse trabalho são provenientes de duas campanhas amostrais, que foram realizadas durante o período chuvoso (dezembro/2019 e fevereiro/2020). Um total de 52 amostras foram coletadas, e as variáveis determinadas foram as concentrações de metais e As. Os dados obtidos foram submetidos a uma análise exploratória de dados usando a análise de componentes principais (PCA). As duas primeiras componentes principais (PC1 e PC2) explicaram aproximadamente 97% da variância dos dados. A Figura 1a mostra que existe uma tendência para separação das amostras em função das campanhas amostrais de dezembro (2019) e fevereiro (2020), simbolizadas pelas cores vermelho e azul, respectivamente. A Figura 1b (*imagem ampliada do aglomerado de amostra da Figura 1a*) sinaliza que de forma geral as amostras da campanha de dezembro (2019), tendem a ter maiores concentrações, de metais e As, como pode ser verificado no gráfico de pesos (Figura 1c). Apesar de uma menor vazão do Rio Doce durante a

campanha de dezembro (2019), a tendência as maiores concentrações nessas amostras podem ser justificadas pela influência de ressuspensão de sedimentos que provavelmente ocorreu devido a eventos de onda. Algumas amostras da campanha de fevereiro (2020), apresentam um comportamento diferente da tendência do agrupamento geral das amostras.

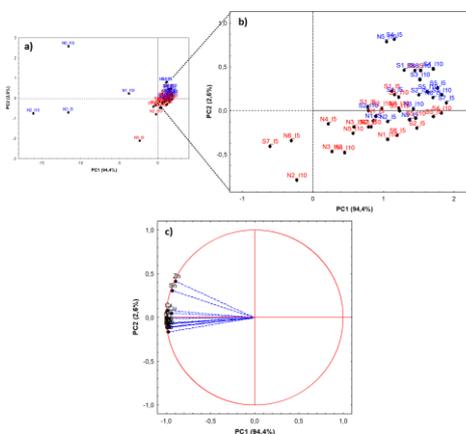


Figura 3. Scores (a-b) e pesos (c) para PC1 e PC2 em função das campanhas amostrais.

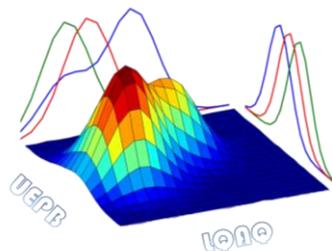
Conclusões

A PCA mostrou-se como uma excelente ferramenta exploratória para indicar tendências com relação a distribuição das amostras. Além disso, hipóteses estão sendo levantadas para melhor explicar por que algumas amostras da campanha de fevereiro (2020) apresentaram um comportamento diferente da tendência global.

Agradecimentos

PMBA/FEST/Renova

¹ Oliveira, K.S.S.; Quaresma. *J. Sour. Am. Earth. Sci.* **2017**, *78*, 101.



Caracterização de sucos de uva produzidos no sul do Brasil empregando análise exploratória pelos métodos de HCA e de PCA

Natalia Alejandra Pisoni Canedo Reis¹ (PG), Carlos Henrique Junges² (PG)*, Ana Maria Bergold¹ (PQ), Marco Flôres Ferrão² (PQ), Celito Crivellaro Guerra³ (PQ)

E-mail: carlosjunges88@gmail.com

¹ UFRGS, Faculdade de Farmácia, Avenida Ipiranga, 2752, Porto Alegre, RS, Brasil, CEP 90610-000

² UFRGS, Instituto de Química, Avenida Bento Gonçalves, 9500, Porto Alegre, RS, Brasil, CEP 91501-970

³ EMBRAPA, Unidade Uva e Vinho, Rua Livramento, 515, Bento Gonçalves, RS, Brasil, CEP 95701-008

Palavras Chave: Sucos, Uva, Análise Exploratória

Introdução

O consumo do suco de uva ampliou ao longo dos últimos anos e o Brasil está entre os maiores países produtores e consumidores. A região sul do Brasil é responsável por mais de 60% da produção de uva e suco no país¹. Entretanto, essa produção é heterogênea devido tanto as variedades de uva empregadas quanto ao tipo de cultivo e modo de elaboração do suco. Além disso, as condições climáticas e a geografia física de cada região e de cada safra influenciam muito nas uvas produzidas e, por consequência, nos sucos gerados por meio destas. Neste cenário o objetivo deste estudo foi caracterizar amostras de suco de uva produzidos no Rio Grande do Sul empregando análise quimiométrica.

Resultados e Discussão

A análise multivariada foi conduzida por meio das concentrações encontradas para 16 compostos fenólicos por UPLC-MS avaliados em 19 amostras de suco de uva, sendo 14 produzidas na Embrapa Uva e Vinho em Bento Gonçalves (7 elaboradas pelo método convencional com defensivos agrícolas e 7 elaboradas pelo método orgânico) e 5 comerciais adquiridas em um mercado local. Os sucos foram diferenciados por cores de acordo com o tipo de cultivo empregado em sua elaboração (verde convencional, vermelha orgânica e azul comercial). Os métodos quimiométricos utilizados foram a análise por agrupamentos hierárquicos (HCA) (Figura 1) e análise por componentes principais (PCA) (Figura 2) por meio do software gratuito ChemoStat® versão [1.0.1.4].

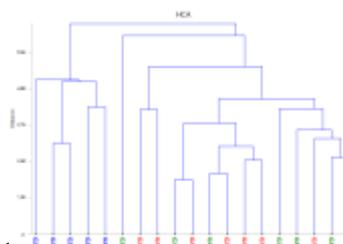


Figura 1. Dendrograma das amostras de suco de uva.

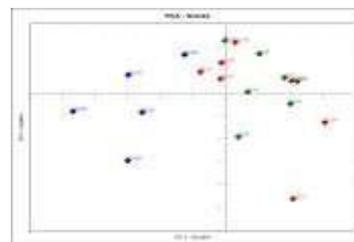


Figura 2. Gráfico de escores de PC1 vs PC2 das amostras de suco de uva.

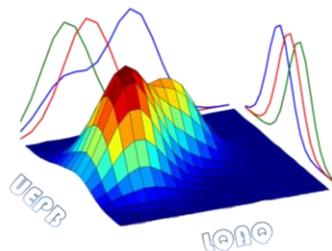
Conclusões

As análises quimiométricas evidenciaram que as amostras de suco de uva mostraram-se distintas quando avaliado a sua origem e modo de produção com tendência das amostras comerciais se segregarem das demais, provavelmente devido a grande mistura de variedades de uvas na elaboração desses sucos.

Agradecimentos

Capes e CNPq pelo apoio financeiro.

¹ Mello, L. M. R. de. (2018). Vitivinicultura brasileira: Panorama 2017. Comunicado Técnico 207 (1st ed.). Bento Gonçalves, RS: Embrapa Uva e Vinho.



Caracterização do azeite de dendê produzido em Valença/Bahia por RMN de ^1H

Yasmin A. Alvarenga^{1,*} (IC), Heiter V. M. Boness¹ (PG), Rafaela S. Bomfim² (PG), Deusdélia T. de Almeida² (PQ), Elisângela F. Boffo¹ (PQ). yasmin.alvarenga@hotmail.com.

¹ Departamento de Química Orgânica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia.

² Escola de Nutrição, Universidade Federal da Bahia.

Palavras chave: Qualidade, autenticidade, métodos de produção.

Introdução

O azeite de dendê (AD) é ingrediente de pratos típicos da culinária baiana como acarajé, moqueca, caruru e vatapá, além de ser utilizado pelas religiões de matriz africana¹.

O Baixo Sul da Bahia é a região com maior produção de AD do estado. A cidade de Valença é responsável pela maior produção de cachos de dendê por hectare. Nesse município é produzido o AD subespontâneo, da variedade Dura, e as técnicas empregadas para a sua extração variam desde as tradicionais e rudimentares (extração pelo pilão e rodão pouco mecanizado) até a utilização de equipamentos que fazem todo o processo de extração (rodão mecanizado).

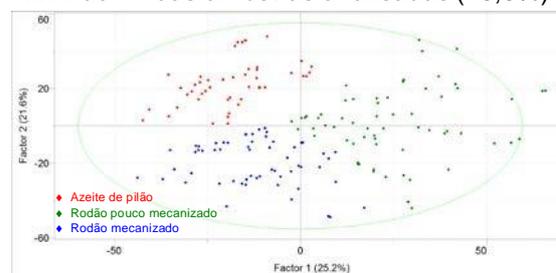
A qualidade final do AD é influenciada por fatores como o processo de produção, que pode contribuir para o aumento de reações de hidrólise, aumentando a sua acidez e impactando em suas características².

Resultados e Discussão

Nesse trabalho foram estudados 20 azeites de dendê produzidos na cidade de Valença (BA): azeite de pilão (AP, 6 amostras), rodão pouco mecanizado (RPM, 7 amostras) e rodão mecanizado (RM, 7 amostras). As amostras foram coletadas em três períodos do ano de 2017.

Os espectros de RMN de ^1H foram adquiridos a 25 °C no espectrômetro Inova 500 de 11,7 T. A figura 1 apresenta a discriminação das amostras em três grupos, mostrando que há diferença entre os AD produzidos pelos três métodos e que aqueles produzidos pelo método pilão se diferenciam dos outros dois. Essa separação pode ser justificada pelas características dos métodos de produção.

Figura 1. Escores de PC1 x PC2 dos dados de RMN de ^1H das amostras analisadas (46,8%)



A técnica de pilão é totalmente manual e rudimentar, mas apesar disso há um cuidado maior na seleção dos frutos e higienização dos mesmos para a produção do azeite de dendê se comparado às outras técnicas. Esse fato pode explicar a obtenção dos menores teores de acidez para as amostras, em torno de 4,5%. O método de RPM utiliza um digestor movido a diesel, porém as demais etapas do processo são manuais, esse método gera azeites com acidez em torno de 10,6%. Já o método de RM é mais veloz e eficaz que os outros dois e gera azeites com acidez em torno de 7,7%³.

Conclusões

A metodologia utilizada foi eficaz na discriminação entre os azeites de dendê produzidos pelos três métodos mais utilizados na cidade de Valença (BA).

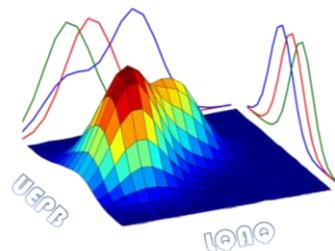
Agradecimentos

LABAREMN/UFBA, CNPq, FAPESB e FINEP.

¹ WATKINS, C. Environment and History, v.21, n.1, p. 13–42, 2015.

² ALMEIDA, D. T. et al. Grasas y Aceites, Sevilla, v. 64, n. 4, p. 387-394, 2013.

³ ALECRIM, M. M. et al. Encontro Nacional de Análise de Alimentos, 2019.



Caracterização química de solos cultivados com pimenta-do-reino (*piper nigrum L.*) empregando mapas auto-organizáveis de Kohonen (KSOM)

Vinicius Câmara Costa (PQ),^{1*} Merisnet Ferde (PG),^{1*} Geisamanda Pedrini Brandão (PQ),¹ Jefferson Rodrigues de Souza (PQ),¹ Maria Tereza Weitzel Dias Carneiro (PQ),¹ Erik Galvão Paranhos da Silva (PQ)² camara.costa@hotmail.com

¹Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), Vitória, ES.

²Universidade Estadual de Santa Cruz, Departamento de Ciências Exatas e Tecnológicas, Ilhéus, BA.

Palavras-Chave: solos, pimenta-do-reino e mapas de Kohonen

Introdução

Nesse trabalho avaliamos as características químicas de solos de cultivo de pimento-do-reino no norte do Espírito Santo, a fim de estabelecer um perfil químico em diversas propriedades rurais. Um total de 17 parâmetros químicos foram avaliados, incluindo concentração elementar, pH, soma de bases trocáveis, entre outros. As amostras analisadas são provenientes de 10 diferentes propriedades rurais (P1 à P10). Para a interpretação dos dados e classificação dos solos em função das similaridades das amostras foram usados os mapas auto-organizáveis de Kohonen (KSOM), que é um tipo de rede neural.

Resultados e Discussão

A metodologia empregada para a determinação dos parâmetros químicos está de acordo com o protocolo proposto pela EMBRAPA.² A rede neural Kohonen obtida [4x9] proporcionou uma ótima separação das amostras, sendo possível observar a formação de quatro grupos diferentes a partir do mapa topológico (Figura 1a) e a matriz de distância (Figura 1b). O mapa neural das variáveis estudadas é mostrado na Figura 2, evidenciando quais variáveis avaliadas que influenciam no agrupamento das amostras. É possível verificar que existe uma tendência a formação de quatro grupos. O grupo 1 é formado pelas amostras P1, P2 e P; grupo 10, formado pelas amostras P10; grupo 3 formado pelas amostras P8; e grupo 4 formado pelas amostras P3, P5, P6, P7 e P9.

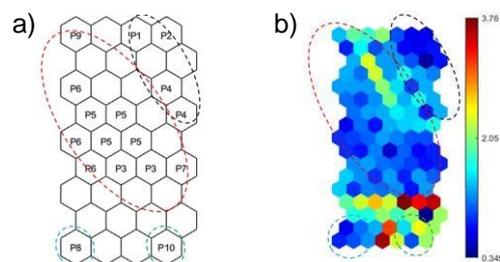


Figura 1. (a) mapa topológico; (b) matriz de distância.

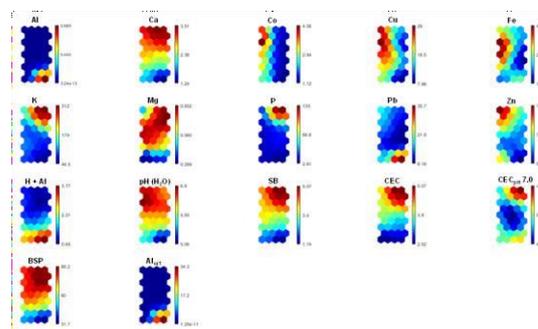


Figura 2. Mapa neural das variáveis.

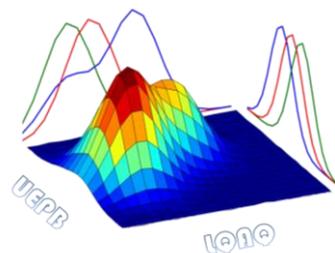
Conclusões

O mapa auto-organizável Kohonen mostrou-se eficaz como estratégia exploratória para classificação de solos.

Agradecimentos

FAPES e UFES

¹ EMBRAPA. Manual de métodos de análise de solo. Rio de Janeiro, 2011, 230p..



Cinética da degradação de amostras de lúpulo em diferentes tempos de estocagem por espectrofotometria no UV-vis e quimiometria.

Lavinia Silva Verissimo¹ (IC)* e Juliano Souza Ribeiro¹ (PQ)

*laviniaverissimo@gmail.com

¹Instituto Federal do Espírito Santo – Campus Vila Velha. Av. Min. Salgado Filho, 1000 – Soteco, Vila Velha – ES, 29106-010.

Palavras Chave: lúpulo, estocagem, degradação, PCA

Introdução

O lúpulo (*Humulus Lupulus*) é um dos componentes essenciais na fabricação de cervejas. Dentre seus principais componentes químicos, as resinas, compostas em sua maioria por α - (2-21% m/m) e β -ácidos (4-10% m/m), são responsáveis pelo amargor e pela sua ação antibacteriana (DURELLO, 2019). Por ser uma flor, o modo em que o lúpulo é armazenado afeta, diretamente, a qualidade e estrutura de seus α -ácidos e outros componentes. Isso porque, estes compostos são facilmente oxidados e perdem suas propriedades organolépticas favoráveis. Assim, recomenda-se que o lúpulo seja armazenado de forma correta. Neste estudo, 3 diferentes lúpulos de variedades distintas (*H, MeZ*) foram armazenados em 4 diferentes condições, (AN) ambiente natural, (AV) ambiente vácuo, (CN) congelado natural e (CV) congelado vácuo. Extratos metanólicos de cada uma das amostras foram analisados por espectrofotometria no UV-vis desde a abertura dos pacotes e durante os 8 meses seguintes. Os dados espectrofotométricos obtidos foram transformados em matriz $X(l \times J)$, sendo l as amostras (em triplicata) e J os comprimentos de onda. Utilizando os comprimentos de onda entre 230 e 400nm numa análise por componentes principais (PCA) foi realizada. Para isso, os dados originais foram normalizados por unidade de área e a primeira derivada foi aplicada, juntamente, com um alisamento de média móvel (SAVITZKY e GOLAY, 1967). O pré-processamento utilizado nos dados foi a centralização na média.

Resultados e Discussão

PC1 demonstra a tendência de degradação dos lúpulos, deslocando as amostras da parte positiva (direita) para parte negativa da componente (amostras degradadas). Em PC1 é possível perceber ainda que as amostras que possuem maiores teores de α -ácidos continuam a degradação durante um período

maior (mais à esquerda) enquanto que as amostras com pouco teor de α -ácidos, rapidamente são degradadas (parte central).

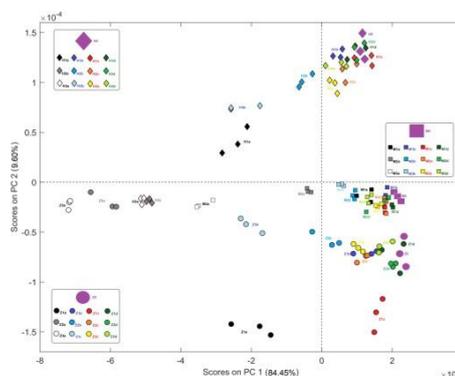


Figura 1. Gráfico de Escores entre PC1 e PC2 apresentando as amostras em todas as condições.

Já a separação em PC2 ocorre devido ao teor original de α -ácidos nas amostras. Nessa componente, na parte positiva, encontram-se as amostras do lúpulo *H* (2,5% m/m), central (*M*, 11% m/m) enquanto que na parte negativa o *Z* (16% m/m).

Analisando os pesos em PC1 e PC2 foi possível notar que a região próxima a 275 nm passa a apresentar maiores absorvâncias referentes aos compostos oxidados, enquanto as regiões entre 325 e 355 apresentam diminuição de seus sinais devido a oxidação das resinas originais.

Conclusões

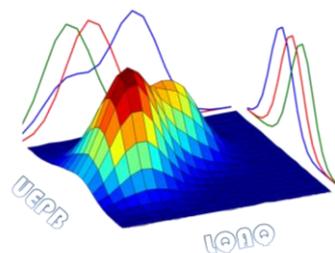
O melhor método de armazenagem para as amostras de lúpulo foi utilizando baixas temperaturas e em ambiente fechado à vácuo (CV), mantendo assim, suas propriedades organolépticas por mais tempo.

Agradecimentos

IFES, LACEMPOES e FAPES

DURELLO, Renato *et al.* QUÍMICA DO LÚPULO. *Quím. Nova*, [S.L.], p. 900-919, set. 2019.

SAVITZKY & GOLAY. *Anal. Chem.* 1964, 36, 1627-1679.



Clasificación multivariada de polen de abeja como un suplemento dietético en función del contenido proteico utilizando espectroscopia NIR

Soledad G. Paoloni^{a,b} (PG), Federico D. Vallese^b (PG), Valeria Springer^b (PQ), David D.S. Fernandes^{c*} (PQ), Paulo H.G.D. Diniz^d (PQ), Marcelo F. Pistonesi^b (PQ).
*daviddsf013@gmail.com

^a INTA, Argentina, ^b Universidad Nacional del Sur, Argentina, ^c Universidade Federal da Paraíba, ^d Universidade Federal do Oeste da Bahia,

Palabras Clave: Polen, Humedad, Proteínas.

Introducción

El polen de abeja (*Apis mellifera* L.) es uno de los productos de la colmena más conocidos y utilizados después de la miel. Debido a su composición nutricional y a sus propiedades bioactivas está aumentando su consumo. Por otra parte, debido principalmente al origen botánico, presenta una alta variabilidad composicional dificultando el correcto rotulado comercial.¹ Entre los principales parámetros para conocer su calidad nutricional se encuentran la humedad y el contenido proteico², pero la determinación analítica de éstos insume mucho tiempo o genera sustancias tóxicas para el analista y el ambiente. Así, este trabajo tiene como objetivo el uso de espectroscopia NIR y algoritmos PLS para la discriminación del polen de abeja como suplemento dietario en función del contenido proteico.

Resultados y Discusión

Inicialmente, los espectros fueron preprocesados con SNV y MSC. Los modelos de calibración (PLS, SPA-MLR, e iSPA-PLS (dividido en intervalos de 5, 10, 15 y 20)) fueron construidos con 40 y 21 muestras de calibración y predicción, respectivamente. Los mejores resultados son presentados en la Tabla 1.

Tabla 1. Parámetros cuantitativos obtenidos.

Modelo	RMSECV (g/100g)	r _{cv}	RMSEP (g/100g)	RPD _{pred}	REP (%)	r _{pred}
Humedad/ SNV/ 20-iSPA-PLS(10)	1,0699	0,9844	0,6581	14,807	5,7659	0,9956
Proteínas/ MSC/ SPA-MLR (13)	1,4584	0,8523	0,8109	3,4942	3,9324	0,9328

Basado en el mejor resultado, se construyeron modelos de clasificación (PLS-DA e iSPA-PLS-DA (en intervalos de 5, 10, 15 y 20)) de

acuerdo con el contenido de proteína, con 33 muestras con un contenido superior al 20% p/p (clase objetivo) y 28 con un contenido inferior al 20% p/p. Finalmente, el mejor resultado se obtuvo utilizando el modelo SNV/20-iSPA-PLS-DA, el cual clasificó correctamente el 100% de las muestras de la clase objetivo. Por otra parte, solo dos muestras de la clase no objetivo (con valores muy cercanos al 20% p/p) fueron clasificadas erróneamente en el conjunto de prueba (Fig. 1).

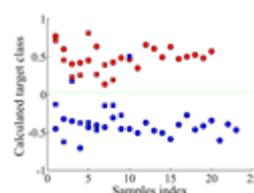


Figura 1. Clasificación de muestras de polen. Contenido de proteínas inferior a 20% p/p (azul) y superior (rojo).

Conclusiones

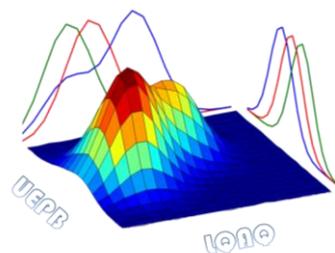
En este trabajo, se obtuvo información analítica cualitativa y cuantitativa en la región NIR de las muestras de polen corbicular. La metodología propuesta resulta útil, rápida y de bajo costo para poder clasificar el polen de abeja con el fin de comercializarlo como un suplemento dietético. En consecuencia, esta eficaz herramienta podría utilizarse en las plantas procesadoras de polen con fin comercial o en laboratorios de control de calidad.

Agradecimientos

INTA, UNS, CIC, CONICET, CNPq y a los apicultores que generosamente proporcionaron las muestras.

¹ Cinkmanis I, et al. Foodbalt 2017; 201–203.

² Campos MGR, et al. J. Apic. Res. 2008, 47, 154–161.



Classificação de cachaça e rum usando espectroscopia de fluorescência sincronizada e PLS-DA

Amanda L Silveira (PG)*, Paulo J S Barbeira (PQ)

Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG)

*amandasilveira@ufmg.br

Palavras Chave: cachaça, rum, fluorescência.

Introdução

Cachaça e rum são bebidas destiladas obtidas a partir da mesma matéria-prima: cana-de-açúcar. Enquanto a cachaça é obtida pela destilação do mosto fermentado do caldo de cana-de-açúcar, o rum é o destilado do melaço ou da mistura de caldo de cana-de-açúcar e de melaço fermentados¹.

Entre as diversas técnicas espectroscópicas utilizadas em estudos de discriminação de bebidas, a fluorescência molecular se destaca pelas elevadas sensibilidade e seletividade. A fluorescência sincronizada ainda pode favorecer a resolução de bandas sobrepostas nos espectros de fluorescência convencional². Neste trabalho, espectros de fluorescência sincronizada (SFS) de amostras de cachaça e de rum foram utilizados para a construção de modelos de classificação supervisionada por meio da análise discriminante pelo método de quadrados mínimos parciais (PLS-DA).

Resultados e Discussão

SFS de amostras de cachaça (C) e de rum (R) foram registrados na faixa de comprimento de onda de excitação de 250 a 800 nm, com $\Delta\lambda$ de 10 a 100 nm e com intervalo de 10 nm. SFS representativos obtidos em $\Delta\lambda$ de 10 nm são apresentados na Fig 1.

Os espectros foram submetidos ao alisamento pelo método de Savitzky-Golay e, em seguida, os dados foram centrados na média. Os conjuntos de calibração e de validação foram separados usando o algoritmo Kennard-Stone. O modelo foi construído com 6 variáveis latentes, explicando 98 e 61% das variâncias em **X** e em **Y**, respectivamente.

Os parâmetros de desempenho: sensibilidade (SEN), especificidade (SPE) e confiabilidade (RLB) são apresentados na Tabela 1.

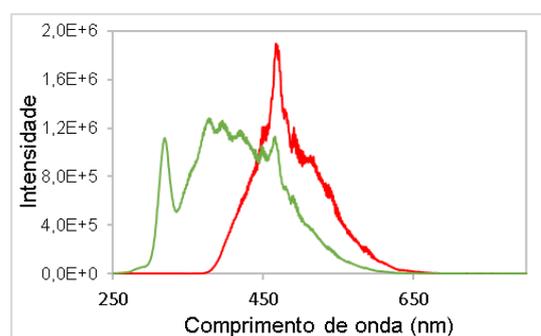


Figura 1. SFS representativos de rum (verde) e cachaça (vermelho) obtidos em $\Delta\lambda$ 10 nm.

Tabela 1. Taxas de SPE, SEN e RLB para a classificação de cachaças e rums no modelo PLS-DA

Conjunto	Classe	SPE(%)	SEN(%)	RLB(%)
Calibração	R	92	92	71
	C	92	92	89
Validação	R	95	83	67
	C	83	95	84

Conclusões

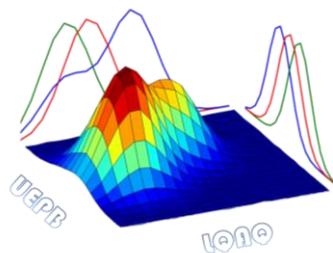
A espectroscopia de fluorescência sincronizada foi utilizada juntamente com a PLS-DA para a discriminação entre cachaça e rum. O modelo apresentou boas taxas de sensibilidade e especificidade para os conjuntos de calibração e de validação para as classes analisadas.

Agradecimentos

CAPES, PPGQ-UFMG.

¹ Brasil. Decreto n. 6.871, de 4 de junho de 2009.

² Sádecká, J.; Urícková, V.; Májeck, P.; Jakubíková, M. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc.* **2019**, *216*, 125-135.



Classificação de cafés empregando espectroscopia de impedância eletroquímica e análise multivariada de números complexos

Dayvison R. Rodrigues (PG), Wallace D. Fragoso (PQ), Sherlan G. Lemos (PQ)

Universidade Federal da Paraíba, Departamento de Química, João Pessoa, Paraíba, Brasil, 58051-970

Palavras Chave: classificação, impedância, café.

Introdução

O café torrado e moído é um dos produtos alimentares mais consumidos no mundo e sua adulteração com cascas e paus do próprio cafeeiro é uma prática comum. Neste trabalho avaliou-se a utilização de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE) na identificação de cafés adulterados. A impedância eletroquímica (Z) pode ser caracterizada pela relação entre um potencial senoidal aplicado a um sistema eletroquímico e a corrente senoidal observada. Na EIE, a impedância depende dos processos na interface eletrodo-solução e da frequência do sinal aplicado (espectro de impedância). Na forma polar de representação a impedância é descrita em função do módulo ($|Z|$) e ângulo de fase (φ), e na forma retangular é descrita como número complexo do tipo $Z' + jZ''$,¹ onde Z' representa a componente resistiva e Z'' a componente capacitiva da impedância. As medidas de impedância foram realizadas em noventa amostras de extratos de cafés torrados (certificados pela ABIC), sendo 60 amostras não adulteradas e 30 amostras adulteradas com cascas e paus. Modelos PLS-DA e SIMCA foram construídos para cada uma das quatro respostas instrumental (Z' , Z'' , $|Z|$ e φ) e as taxas de erro da validação cruzada (TEVC) e a quantidade de erros de amostras de teste foram comparadas as fornecidas pelo modelo construído com a impedância escrita na sua forma complexa ($Z' + Z''$). 60% das amostras foram usadas no conjunto de treinamento.

Resultados e Discussão

O modelo construído com os dados de φ apresentou a menor TEVC (0,08) entre os modelos PLS-DA, selecionando dois fatores, seguido do modelo construído com os dados de impedância na forma complexa (0,10), que utilizou três fatores. Porém, o modelo construído com os dados complexos apresentou uma maior robustez ao errar apenas uma amostra de teste, enquanto o modelo baseado em dados de φ cometeu quatro erros. Entre os modelos SIMCA, o baseado nos dados de Z'' apresentou a menor TEVC (0,08), selecionando duas PCs por classe (cafés puros e adulterados). O modelo construído com os dados de impedância na forma complexa alcançou a terceira menor TEVC (0,16), utilizando duas PCs por classe. A quantidade de erros de amostras de testes dos três modelos com menor TEVC variou de três a cinco.

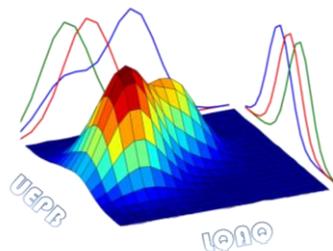
Conclusões

O modelo PLS-DA construído com os dados expressos como números complexos foram mais robustos na previsão das amostras de teste. Os modelos SIMCA apresentaram resultados similares de predição. O uso dos dados complexos apresenta como vantagem a ausência de busca da representação da impedância mais adequada à classificação.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FINEP

¹ Geladi, P.; Nelson, A.; Sethson, B. L, Anal. Chim. Acta. 2007, 595, 152.



Classificação de cafés solúveis descafeinado utilizando NanoNIR e classificador one-class.

Rossana O. da Nóbrega¹, Suelly F. da Silva (PG)¹, Taynná K. L. de Araujo (IC)¹, Paulo H. G. D. Diniz (PQ)²; David D. S. Fernandes (PQ)^{1*}; Mário C. U. Araujo (PQ)¹.

¹Universidade Federal da Paraíba (UFPB), ²Universidade Federal do Oeste da Bahia (UFOB)

Palavras Chave: café instantâneo, NanoNIR, classificador one-class

Introdução

Café é uma das bebidas mais consumidas e preferidas do mundo devido às suas propriedades organolépticas (aroma e sabor). Para fins de consumo o café está disponível em três formas: torrados (grãos); torrados e moídos; e cafés solúveis (ou instantâneos) [1]. Atualmente o Brasil é considerado o líder de exportações de café solúveis e o segundo maior consumidor mundial, perdendo apenas para os EUA [2]. O aumento do consumo deste produto deve-se à sua praticidade na preparação de bebidas, à sua longa vida de prateleira e pela presença da cafeína que tem como efeito de estimular o sistema nervoso central, mas em altas doses, pode ocasionar insônia, inquietação e perturbação gastrointestinal. Por este motivo, alguns consumidores fazem uso de cafés do tipo descafeinado. Dessa forma, produtores de cafés descafeinados devem assegurar que o produto de fato possui baixo teor de cafeína. Nesse estudo foram analisadas 101 amostras de cafés solúveis produzidos por diferentes processos de secagem, em 17 marcas diferentes adquiridos em supermercados espalhados nas cidades de João Pessoa - PB, Arapiraca - AL e Barreiras - BA. As amostras foram subdivididas em produtos regulares (com cafeína) com 77 amostras e descafeinado com 24 amostras. Todas as amostras foram pesadas e acondicionadas em placa petri e, em seguida, os espectros de reflectância foram registrados em triplicata na região de 900 a 1700 nm empregando espectrofotômetro miniaturizado (Texas Instruments, nanoNIR). Nesse trabalho, propomos uma metodologia para classificar cafés solúveis descafeinados usando classificador one-class DD-SIMCA.

Todos os cálculos foram realizados utilizando o programa Matlab® na versão 2011b.

Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta os gráficos de áreas de aceitação para DD-SIMCA nos conjuntos de treinamento e teste para dados com pré-processamento de correção de linha de base. Podemos observar que para o DD-SIMCA não foram detectadas amostras extremas e outliers no conjunto de treinamento. No conjunto de teste, as taxas de sensibilidade e especificidade foram 85,7% e 97,4%, respectivamente. Apenas 3 amostras não foram classificadas corretamente.



Figura 1 Gráficos de área de aceitação para o conjunto de (a) treinamento e (b) teste para o algoritmo DD-SIMCA. As bolas verdes e vermelhas representam amostras de cafés descafeinado e regular, respectivamente.

Conclusões

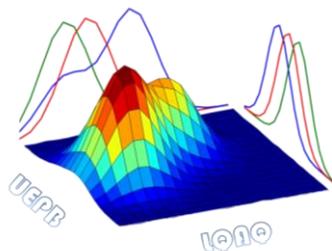
Nesse trabalho, os resultados demonstraram que DD-SIMCA usando o nível de significância de 0,01% atingiu altas taxas de sensibilidade e especificidade. Apesar da diversidade das amostras, o uso do espectrofotômetro miniaturizado NanoNIR acoplado ao DD-SIMCA demonstrou ser uma metodologia apropriada de baixo custo e alinhado aos princípios da química verde para fins de identificação de cafés descafeinados.

Agradecimentos

INCTAA, CAPES, CNPQ

¹P. Capek, E. Paulovičová, M. Matulová, D. Mislovičová, L. Navarini, F. Suggi-Liverani. *Carbohydr Polym.* **2014**, 103, 426.

²ABICS. Relatório do Café Solúvel do Brasil. https://www.abics.com.br/noticia.php?noticia=199&relatorio_do_cafe_solavel_do_brasil_janeiro_de_2020¹



CLASSIFICAÇÃO DE MATURAÇÃO DE FRUTA-ESTRELA (*AVERRHOA CARAMBOLA* L.) USANDO ESPECTRÔMETRO NIR PORTÁTIL.

Ingrid Alves de Moraes (PG)¹, Luis Jam Pier Cruz Tirado (PG)¹, Douglas Fernandes Barbin (PQ)¹

¹dfbarbin@unicamp.br*

Palavras Chave: Não destrutivo, Análise discriminatória, Quimiometria.

Introdução

A *Averrhoa Carambola*, rica em vitaminas e minerais, possui atributos de maturação e qualidade normalmente classificados com base no índice de cor e tamanho (peso). Essa classificação é conduzida visualmente por avaliadores treinados, que, no entanto apresenta alta variabilidade nos resultados¹. Assim, neste estudo considerou-se a viabilidade de utilizar um espectrômetro portátil no infravermelho próximo (NIR) combinado com métodos supervisionados e não supervisionados de reconhecimento de padrões, para distinguir os estádios de maturação da Carambola.

Resultados e Discussão

Foram classificados 177 frutos em três estádios de maturação de acordo com os parâmetros de cor². Para a análise discriminante PLS-DA foram separadas entre as classes, 153 amostras para calibração e 54 amostras para predição. Após analisar diferentes métodos de pré-tratamentos, a aplicação da 1ª derivada com suavização apresentou os resultados mais promissores vistos na Tabela 1.

Tabela 1. Calibração, validação cruzada e predição em termos de capacidade de classificação (%) das classificações PLS-DA.

Classes	CCC (%)	CVC (%)	CPC (%)
MS1	83	75	83
MS2	83	67	71
MS3	90	80	85

*CCC, Conjunto de calibração classificado corretamente; CVC, Conjunto de validação cruzada classificado corretamente; CPC, Conjunto de predição classificado corretamente.

Ao aplicar-se PLS-DA houve separação entre as amostras, e as classes MS1 e MS3 apresentaram maior distinção. No entanto, há limitação na separação baseada em cor, vez que a Carambola apresenta cultivares com colorações diferentes. Assim o uso de parâmetros como pH e doçura também tem sido relatado como fatores importantes na maturação, e o uso dos mesmos, em concomitância a cor, podem auxiliar no desempenho da análise discriminatória¹.

Conclusões

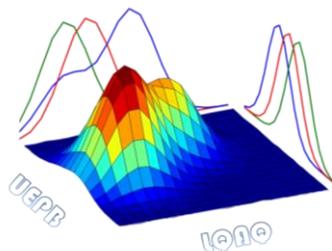
Os resultados mostram que o espectrômetro NIR portátil pode ser útil para classificar os estádios de maturação da Carambola. Este estudo também indica que a cor é um importante parâmetro para a distinção entre os estádios, entretanto, a combinação com outros parâmetros físico-químicos do fruto, pode gerar modelos promissores e com maior precisão para a padronização automatizada dessa seleção.

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. Agradecemos também, o apoio da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP).

¹ Omar, A. F., & Yahaya, O. K. M. (2017). Spectrometry evaluation of B10 averrhoa carambola L. and sala mango physical attributes.

² FAMA. 2016. Gred Piawaiian dan Spesifikasi Buah-Buahan dan Sayur-Sayuran. Acesso: 29 outubro 2020, disponível em: <http://www.fama.gov.my/spesifikasigred-dan-piawaiian>.



Classificação de sementes de milho transgênico utilizando espectroscopia Raman e análise discriminante linear

Samia. R. Dib^{1*} (PG), Tiago. S. Varão² (PG), José. A. Gomes Neto¹ (PR), Lauro. J. M. Guimarães³ (PR), Ednaldo. J. Ferreira⁴ (PR), Edilene, C. Ferreira¹ (PR)

¹Universidade Estadual Paulista, Av. Prof. Francisco Degni, 55, 14800-900, Araraquara, SP.

²Universidade Estadual de Londrina, Rodovia Celso Garcia, Km 445, 86057-970 Londrina, PR.

³Embrapa Milho e Sorgo, Rod MG 424, Km 45, 35701-970, Sete Lagoas, MG.

⁴Embrapa Instrumentação, Rua XV de novembro, 1452, 13560-970, São Carlos, SP.

*rdib.samia@gmail.com

Palavras Chave: milho transgênico, classificação, espectroscopia Raman

Introdução

O milho é um dos principais ingredientes energéticos utilizado na alimentação humana e animal¹. Com a finalidade de produção de espécies de milho tolerantes a herbicidas ou resistentes a insetos e larvas, a agricultura moderna está adotando a modificação genética e produzindo os chamados transgênicos. Apesar do aumento da produção de transgênicos, seu consumo ainda é questionável².

Um dos principais métodos de detecção de produtos e culturas transgênicas é a reação em cadeia da polimerase (PCR)³, que apresenta alta especificidade e sensibilidade. Contudo, além do alto custo por análise a detecção por PCR é morosa. A espectroscopia Raman pode ser uma alternativa à PCR por permitir análise direta, rápida, de baixo custo e não destrutiva⁴. No presente trabalho, espectroscopia Raman foi explorada para detectar sementes de milho transgênico.

Resultados e Discussão

Amostras de sementes de milho da tecnologia VT PRO foram utilizadas, sendo 14 não transgênicas e 14 transgênicas. As amostras foram homogeneizadas e convertidas em pastilhas. As pastilhas foram analisadas por espectroscopia Raman utilizando um espectrômetro (iRaman BWS415-785H (B&W Tek)).

O conjunto de espectros foi pré-processado utilizando Whittaker filter (WF), seguido da suavização Savitzky-Golay (SG) e Standard Normal Variate (SNV). A Análise Discriminante Linear (LDA) foi avaliada para ajustar o modelo de classificação. Para tal tarefa, o conjunto espectral foi dividido aleatoriamente

em treinamento e validação com, respectivamente, 80% e 20% das amostras. Uma abordagem de seleção de variáveis utilizando a própria LDA foi empregada em conjunto com o algoritmo best first (backward) sobre o conjunto de treinamento. As variáveis selecionadas foram: 523, 619, 712, 852, 1043, 1026, 1518 e 1628 cm^{-1} .

O modelo BF-LDA obtido apresentou RMSEC=0.3615, RMSEV=0.5077 e taxa de acerto de 75%. Analisando as variáveis selecionadas, observou-se que 62,5% são associadas aos carboidratos, (619, 712, 852, 1026 e 1043 cm^{-1}). Esse resultado sugere que a modificação genética pode causar diferentes expressões em termos de carboidratos. Além disso, também foram selecionadas variáveis associadas à carotenoide (1518 cm^{-1}), proteína (523 cm^{-1}) e lignina (1628 cm^{-1}), também sugerindo que a transgenia ocasiona alteração na produção desses compostos.

Conclusões

Um novo método, baseado em espectroscopia Raman e LDA foi desenvolvido para classificar milho transgênico. O método é capaz de classificar sementes com precisão de 75%. A seleção de variáveis sugeriu alteração na expressão de alguns compostos devido a modificação genética. O método desenvolvido apresenta vantagens comparado a PCR.

Agradecimentos

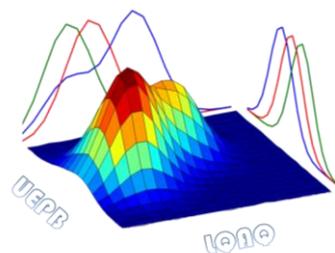
Cnpq, Capes e Embrapa Milho e Sorgo.

¹Shiferaw, B. *et al. Food Secur.* **2011**, 3, 307–327.

²Rahman, M. *et al. Environ. Chem. Lett.* **2015**, 13, 239–249.

³Wang, X. *et al. Food Control.* **2019**, 98, 380–388.

⁴Ildiz, G. O. *et al. J. Mol. Struct.* **2019**, 1184, 246–253.



Classificação e determinação do teor de óleo de sementes *Brassicac* usando espectroscopia no infravermelho

Maria Lucimar da Silva Medeiros^{1(PG)}, J.P. Cruz-Tirado^{1(PG)}, Ana Paula Badan Ribeiro^{1(PQ)}, Douglas Fernandes Barbin^{1(PQ)*}

¹Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, Brasil.

*Autor correspondente: dfbarbin@unicamp.br

Palavras-Chave: *espectrômetro portátil; imagem hiperespectral; machine learning.*

Introdução

Brassica é um gênero de plantas com alto interesse industrial na produção de óleos comestíveis, industriais e biocombustíveis. O indicador químico mais importante para avaliar a qualidade dessas sementes para a indústria de processamento é o teor de óleo, o qual é influenciado pela variedade da semente. A indústria exige métodos analíticos rápidos e eficientes para quantificar o teor de óleo e selecionar sementes com alto rendimento. Nesse trabalho, a espectroscopia de infravermelho próximo (NIR) e imagem hiperespectral (NIR-HSI) foram investigadas para discriminar espécies e prever o teor de óleo em sementes *Brassicac* intactas.

Resultados e Discussão

Tabela 1. Performance dos modelos PLS-DA para classificação de espécies de sementes *Brassicac*.

Faixa espectral	LV	Espécies	Validação externa		
			Sens.	Espec.	Acurácia
NIR¹					
900 – 1700 nm	11	<i>B. juncea</i>	0.95	0.87	0.87
		<i>B. rapa</i>	0.91	0.91	
		<i>B. napus</i>	1.00	0.95	
924, 1090, 1207, 1329, 1378, 1463, 1676 nm	3	<i>B. juncea</i>	0.81	0.78	0.89
		<i>B. rapa</i>	0.90	0.83	
		<i>B. napus</i>	1.00	0.95	
NIR-HSI²					
900 – 1700 nm	4	<i>B. juncea</i>	0.90	1.00	0.98
		<i>B. rapa</i>	1.00	1.00	
		<i>B. napus</i>	1.00	0.90	
985, 1123, 1211, 1255, 1669, 1713, 1876, 1920, 2238, 2300 nm	6	<i>B. juncea</i>	1.00	1.00	1.00
		<i>B. rapa</i>	1.00	1.00	
		<i>B. napus</i>	1.00	1.00	

¹ Espectros pré-tratados com suavização de Savitzky-Golay, ² MSC + 2° derivada. Sens. - Sensitividade, Espec. - Especificidade.

Tabela 2. Performance dos modelos PLSR para predição do teor de óleo em sementes *Brassicac*.

Faixa espectral	LV	Calibração		Predição		
		R ²	RMSEC	R ²	RMSEP	RPD
NIR						
900 – 1700 nm ¹	5	0.80	0.84	0.72	0.93	2.04
981, 1140, 1207, 1357, 1388, 1487, 1618, 1679 nm ²	4	0.79	0.86	0.71	0.94	2.03
NIR-HSI						
928 - 2524 nm ³	5	0.82	0.86	0.68	0.87	2.36
997, 1111, 1205, 1306, 1582, 1738, 2094, 2499 nm ¹	3	0.81	0.87	0.70	0.85	2.42

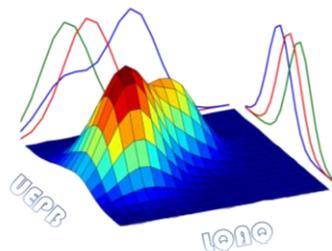
¹ Espectros pré-tratados com MSC, ² 2° derivada e ³ espectrobruto.

Conclusões

Os espectros NIR combinados com quimiometria podem ser usados para classificar espécies *Brassicac* e fornecer uma estimativa rápida do teor de óleo das sementes. A seleção de comprimentos de ondas importantes possibilitou reduzir a dimensão dos dados espectrais sem prejudicar o desempenho dos modelos, permitindo desenvolver métodos NIR multiespectrais mais baratos para aplicações durante a colheita ou recebimento da matéria-prima pelas indústrias de processamento.

Agradecimentos

Este estudo foi parcialmente financiado pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código Financeiro 001; e Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) (projeto número 2019/06846-5, 2015/24351-2). Maria Lucimar da Silva Medeiros (processo n° 2019/06846-5) e Luis Jam Pier Cruz-Tirado (processo n° 2018/02500-4) agradecem a FAPESP pelo auxílio financeiro.



Classification of intact and ground coffee roasted under different conditions using NIR spectroscopy and PLS-DA strategies of one and multiclass

Fabiana de Carvalho Pires¹ (PG), Rosemary Gualberto Fonseca Alvarenga Pereira¹ (PQ), Michel Rocha Baqueta² (PG), Patrícia Valderrama³ (PQ), Roney Alves da Rocha^{1,*} (PQ)

* roney.rocha@ufla.br

¹ Universidade Federal de Lavras (UFLA), Lavras, Brazil.

² Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, Brazil.

³ Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) Campo Mourão, Brazil.

Keywords: Specialty coffee roast, Supervised classification monitoring, Near-Infrared spectroscopy

Introduction

The Agron Roast Colour Classification System is a valuable tool¹ for determining the degree of roasting in coffee industries², but it presents many obstacles due to equipment unfeasibility. In this study, specialty coffees were roasted in the main commercial roasting degrees (medium, light and dark) and near-infrared (NIR) spectroscopy coupled to partial least square with discriminant analysis (PLS-DA) was implemented for classifying the intact and ground samples based on degree of roasting, in two strategies: one-class and multi-classes modeling³.

Results and Discussion

Table 1. Results obtained in PLS-DA models.

Prediction set in one-class PLS-DA ^a				
	Intact samples ^b		Ground samples ^b	
	Sensitivity	Specificity	Sensitivity	Specificity
1	0.767	0.817	0.800	0.917
2	0.467	0.717	0.800	0.583
3	0.900	0.983	0.833	0.983
Prediction set in multi-classes PLS-DA ^a				
	Intact samples ^b		Ground samples ^b	
	Sensitivity	Specificity	Sensitivity	Specificity
1	0.800	0.750	0.733	0.917
2	0.433	0.767	0.667	0.650
3	0.967	0.950	0.867	0.967

Different criteria were adopted in the models development: identification and elimination of outliers and selection of the optimal number of latent variables based on class border evaluation by Bayesian decision, lower classification errors, variance explained in Y block and receiver operating characteristics (ROC) curves. The results show that one-class PLS-DA models achieve slightly better classifications than multi-classes models, in both

cases, for classifying the intact and ground samples. The degree of roasting is a determining factor during multivariate classification. Intact and ground coffees, with medium degree of roasting, is poorly classified by both models (one and multi-classes PLS-DA). If the medium roasting profile is not strictly maintained, such samples may exhibit light or dark roasting profiles, which probably implies in the performance of the models to correctly classify them. Both models (one and multi-classes PLS-DA) presents satisfactory results to classify mainly samples with light or dark roasting degree in both physical states, intact and ground.

Conclusions

NIR spectroscopy in combination with multivariate classification is a method that can classify specialty coffees based on their roasting profile, both intact and ground, especially when they exhibit light and dark roasting profiles. In the comparison study regarding the efficiency of implementing PLS-DA methods, one-class modeling showed slightly better results than those obtained with multi-classes modeling. Given the greater work in building the one-class models and the workflow in the coffee industries, the multi-classes model would be a viable alternative in specialty coffee classification based on degree of roasting.

Acknowledgments

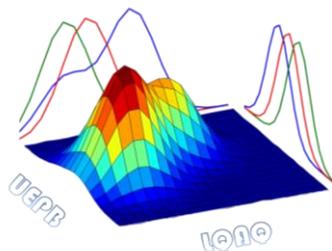
CNPq, CAPES and FAPEMIG for their financial support.

¹ Cho, J. et al. *Food Chem.* **2017**, 220, 505-509.

² AGTRON. *The M-Basic II Agron process analyzer*. Nevada: Agron, 2020. Disponível em:

<http://www.agtron.net/M_BasicII.html>. Acesso em: 1 set. 2020.

³ Santana, F. et al. *Quim. Nova.* **2020**, 43, 371-381.



Comparação de algoritmos de Aprendizado de Máquina aplicados a predição de classe em processo industrial de manufatura

Thiago M. R. Bastos¹(PG)*, Cléber Zanchettin²(PQ)

¹*tmrbr@cin.ufpe.br, ²cz@cin.ufpe.br

Palavras Chave: *Inteligência Artificial, Aprendizagem de máquina, Classificadores.*

Introdução

Com o intuito de obter o melhor classificador em um problema de predição de classe utilizando dados obtidos pelo processo industrial de deposição metálica a vácuo em filme polimérico, foram comparados 4 classificadores de bases matemáticas e formas de predições distintas. O primeiro deles, *Gradient Boosting - GB* é algoritmo de AM baseado em regras hierárquicas e formado a partir da combinação de árvores de decisão (Chen; Guestrin, 2016). O segundo algoritmo, apresenta alto desempenho de adaptação a problemas não-lineares, e de forma conexionista constrói correlações ponderadas pelos dados de treinamento, se trata da forma mais simplista de Rede Neural (RN), o Multi Layer Peceptron – MLP (Hornik *et al.*, 1989). O terceiro algoritmo utilizado neste trabalho, o *Key Nearest Neighbors* – KNN, não apresenta nenhum modelo matemático na sua construção, sendo um novo exemplo classificado de acordo com a classe majoritária dentre os k exemplos mais próximos (Goldberger *et al.*, 2005). Por fim, foi escolhido o algoritmo de Regressão Linear – REG, devido a sua simplicidade e formação de combinações lineares para predição das classes (Su *et al.*, 2012). Os hiperparâmetros e a implementação dos algoritmos foram feitas através da biblioteca Scikit-Learn (Varoquaux *et al.*, 2015).

Resultados e Discussão

A Figura 1 mostra de forma hierárquica a importância das variáveis do processo industrial na construção de cada modelo. Também é possível observar que além de hierarquias distintas, cada modelo possui uma distribuição de importância das variáveis diferentes dos demais.

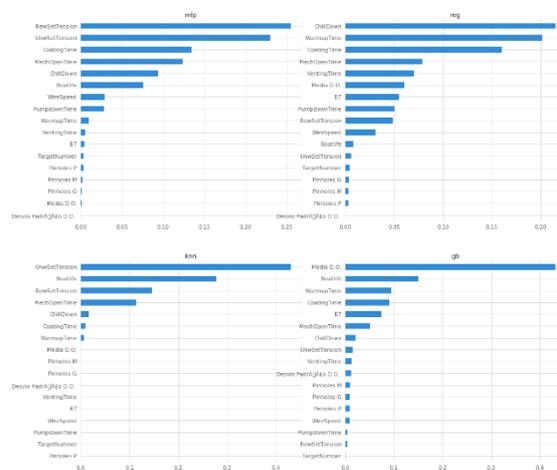


Figura 1. Importância das variáveis do processo industrial para os diferentes classificadores de AM.

Conclusões

Diferentes modelos de AM interferem diretamente na construção do modelo, e na relevância dada as variáveis do problema. Tornando necessário análises mais aprofundadas acerca dessas variáveis e de sua importância real para o problema modelado.

Agradecimentos

CIN/UFPE, CNPQ

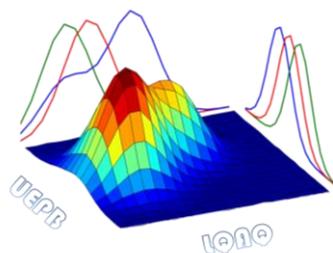
Chen T. and Guestrin C., “XGBoost : A Scalable Tree Boosting System,” 2016.

Hornik K., Stinchcombe M. and White H., “Multilayer feedforward networks are universal approximators,” *Neural Networks*, vol. 2, no. 5, pp. 359–366, 1989.

Goldberger J., Sam G. R., and Salakhutdinov R., “Neighbourhood Components Analysis,” *Adv. Neural Inf. Process. Syst.*, vol. 17, pp. 513–520, 2005.

Su X., Yan X., and Tsai C. L., “Linear regression,” *Wiley Interdiscip. Rev. Comput. Stat.*, vol. 4, no. 3, pp. 275–294, 2012.

Varoquaux G., Buitinck L., Louppe G., Grisel O., Pedregosa F., and Mueller A., “Scikit-learn: Machine Learning in Python Fabian,” *GetMobile Mob. Comput. Commun.*, vol. 19, no. 1, pp. 29–33, 2015.



Comparação dos parâmetros de textura entre proteínas de origem vegetal e de origem animal por PCA.

Marcela de Souza Zangirolami^{1*} (PG), Thaysa Fernandes Moya Moreira² (PG), Fernanda Vitória Leimann¹ (PQ), Patrícia Valderrama¹ (PQ), Paulo Henrique Março¹ (PQ)

e-mail: marcelazangirolami@gmail.com*

¹ Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), CEP 87301-899- Campo Mourão- PR.

² Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos, Universidade Estadual de Maringá (UEM), CEP 87020-900- Maringá- PR.

Palavras Chave: Proteínas, Textura, PCA.

Introdução

Parte importante do público que se atenta para a origem dos alimentos, principalmente quando se trata de proteínas, são interessadas na nutrição suplementar ou com questões filosóficas relacionadas ao trato animal e ao meio ambiente. Logo, são extremamente restritivos, gerando uma demanda de distinção entre as fontes de alimentos. Dentre as características intrínsecas dos alimentos, os parâmetros de textura trazem informações importantes sobre as possibilidades de aplicação destes. Dessa forma, o estudo teve como objetivo a aplicação da Análise de Componentes Principais (PCA) nos resultados obtidos através da análise do perfil de textura (TPA) de proteínas comerciais, em pó, de origem animal e vegetal, a fim de identificar padrões entre as amostras.

Resultados e Discussão

A Figura 1 (A) apresenta os scores da PCA entre PC1 e PC2, para as amostras de proteínas de origem vegetal e de origem animal. Observa-se que a PC1 foi responsável pela separação da maioria das proteínas em relação a origem (vegetal vs animal). As variáveis atribuídas a separação (*loadings*) estão dispostas na Figura 1 (B). As proteínas de origem animal se assemelharam pelas características de adesividade e elasticidade enquanto as de origem vegetal se mostraram semelhantes com relação a coesão, resiliência, mastigabilidade, gomosidade e dureza.

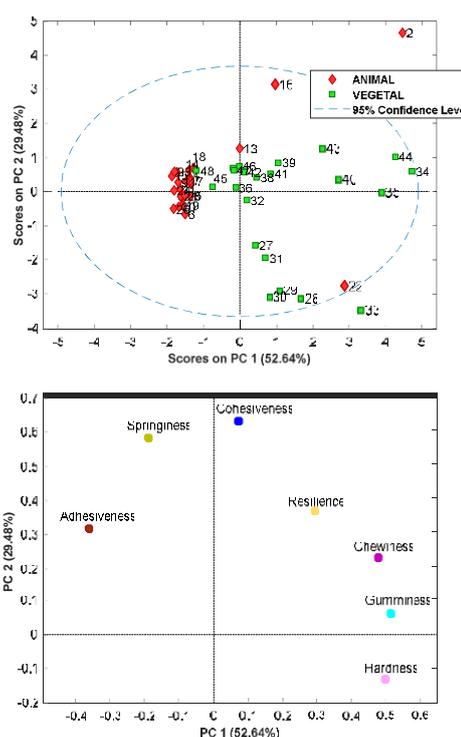


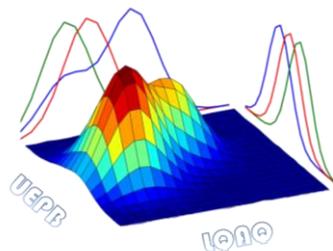
Figura 1. (A) scores e (B) loadings obtidos por PCA para TPA de amostras de proteínas de origem animal e vegetal.

Conclusões

A análise via TPA possibilitou a separação das proteínas com relação as suas fontes e possibilitou verificar quais parâmetros estão relacionados com cada tipo de alimento.

Agradecimentos

A CAPES- Código de Financiamento 001, Fundação Araucária e CAMultiCM.



Comparação entre pares de diferentes amostras de gasolina automotiva com base em parâmetros físico-químicos e Análise de Componentes Principais.

*¹Maria Eduarda Fernandes da Silva (IC), ²Luan Cássio Barbosa Patrício (PG), ³Neirivaldo Cavalcante da Silva (PQ), ⁴Lívia Rodrigues e Brito (PR), ¹Maria Fernanda Pimentel Avelar (PQ).

¹ Departamento de Engenharia Química, UFPE; ² Departamento de Química Fundamental, UFPE; ³ Faculdade de Química, ICEN, UFPA; ⁴ Instituto de Criminalística, Polícia Científica de Pernambuco, PE;

* eduarda920@hotmail.com

Palavras Chave: Gasolina, Química Forense, Quimiometria.

Introdução

No estado de Pernambuco, alguns casos forenses enfrentados pela Polícia Civil demandam identificar se amostras de gasolina apreendidas em diferentes condições são ou não a mesma gasolina. A gasolina é uma mistura complexa formada, principalmente, por hidrocarbonetos com diferentes tamanhos.^{1,2} Sua composição depende do processo de produção e da origem do petróleo. A Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) estabelece alguns parâmetros de qualidade para a gasolina comercializada no Brasil, como temperaturas de destilação, densidade, teor de alguns componentes e outros^{2,3}. Neste contexto, esse trabalho utiliza a Análise de Componentes Principais (PCA) e os ensaios de qualidade normalizados pela ANP para comparar diferentes amostras de gasolina.

Resultados e Discussão

A Figura 1 mostra a PCA realizada para 700 amostras de gasolina, com base nas variáveis: porcentagem de destilação em 10%, 50%, 90%, ponto final e resíduo, massa específica e teor de etanol. Os dados foram auto-escalonados. Não são observados agrupamentos evidentes.

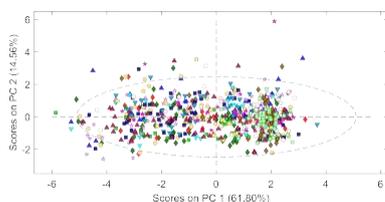


Figura 1. PCA realizada com 700 amostras.

As amostras foram, então, selecionadas duas a duas por ordem de distância, utilizando o algoritmo *Kennard-Stone*. Do total, 135 pares de amostras mais semelhantes foram avaliados. Às amostras de cada par, foi incluída a incerteza de medição associada com cada ensaio (variável), estimadas conforme recomendações do INMETRO. Assim, além do valor experimental de cada variável, foram obtidos mais 9 valores gerados aleatoriamente dentro da incerteza correspondente. Nos escores de novas PCAs conduzidas entre os pares de amostras se observam 10 pontos para cada amostra, como no exemplo da Figura 2. Esta tendência de separação, exemplificada na Figura 2, foi observada para todos os pares analisados.

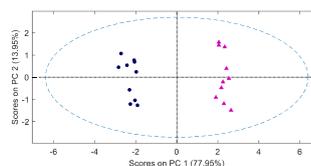


Figura 2. PCA de um par de amostras.

Conclusões

As análises em pares de gasolinas realizadas por PCA mostraram uma tendência de separação em todos os casos verificados, demonstrando o potencial da utilização das análises físico-químicas para discriminação de amostras para fins forenses.

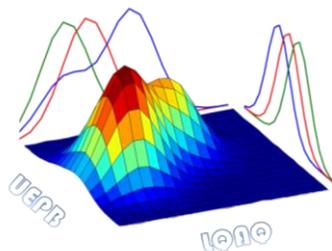
Agradecimentos

FACEPE, CNPq, CAPES, NUQAAPE, NEQUIFOR, INCTAA.

¹Barnett, I. e Khang, M. *Forensic Chemistry*, 2018, v. 10, p. 58-66;

²Aleme, H. G.; Costa, L. M. e Barreira, P. J. S. *Fuel*, 2008, v. 87, p. 3664-3668;

³De Oliveira, F. S. et al. *Fuel*. 2004, v. 83, p. 917-923.



Correção do efeito da umidade em espectros NIR via EPO para o desenvolvimento de modelos PLS-DA para discriminação de madeiras

Daniele C. G. C. Kunze*¹ (PG), Jez W. B. Braga¹ (PQ), Tereza C. M. Pastore² (PQ)

*e-mail: danielecgcck@gmail.com

¹ Laboratório de Automação, Quimiometria e Química Analítica (AQQUA), Instituto de Química, UnB

² Laboratório de Produtos Florestais (LPF), Serviço Florestal Brasileiro, Brasília, DF

Palavras Chave: identificação de madeira, madeiras tropicais, quimiometria.

Introdução

A espectroscopia NIR empregando modelos PLS-DA é capaz de identificar diferentes espécies florestais produtoras de madeira em condições de umidade controladas¹. Entretanto, o fato da umidade das amostras de treinamento ter que ser compatível com a das amostras que serão analisadas em campo tem restringido a aplicabilidade do método. A ortogonalização dos parâmetros externos (EPO) vem se mostrando eficaz na correção do efeito da umidade de solos². O presente trabalho teve como objetivo avaliar a utilização do EPO para correção da umidade nos espectros de madeira afim de minimizar o problema na discriminação de amostras de mogno (MO) e de outras quatro espécies florestais: andiroba (AN), cedro (CE), cedrinho (CH) e curupixá (CX) com teores de umidade diferentes daquelas utilizadas para criação do modelo.

Resultados e Discussão

Por PCA, observou-se que o EPO foi capaz de eliminar a separação de amostras com teor de umidade ambiente (~12,6%) das mesmas após secagem em estufa (~6,8%). Dois modelos (sem e com o EPO) foram treinados utilizando espectros NIR de amostras em umidade ambiente e validação com amostras secas em estufa. Os espectros foram pré-processados com SNV e 1ª derivada. A tabela 1 mostra as taxas de eficiência (TEF) obtidas pelo modelo construído na condição ambiente e validado com espectros medidos na condição estufa (AE). Foi observada exclusão em massa de *outliers* no modelo de discriminação de mogno e andiroba sem correção por EPO (Figura 1a). Após aplicação do EPO o número de *outliers* se reduziu a apenas 5 espectros (Figura 1b). A taxa de resultados inconclusivos (soma dos *outliers* e amostras classificadas fora das classes propostas) do modelo sem EPO foi de 79,6%,

enquanto a do corrigido foi de 14,3%. Devido essa grande exclusão, as TEF de CE, CH e CX foram aparentemente altas, mas foram estimadas com um número muito menor de espectros, o que não apresenta um conjunto de dados representativo.

Tabela 1) Taxas de eficiência com e sem a EPO em matrizes de treinamento e validação com teores de umidade diferentes entre si.

	AN	CE	CH	CX	MO
AE	##	100,0	97,8	75,0	##
AE (EPO)	88,9	97,5	100,0	90,0	100,0

*AN: andiroba; CE: cedro; CH: cedrinho, CX: curupixá; MO: mogno; AE: ambiente+estufa; EPO: corrigido por EPO; ##: exclusão de todos os espectros da classe como *outliers*.

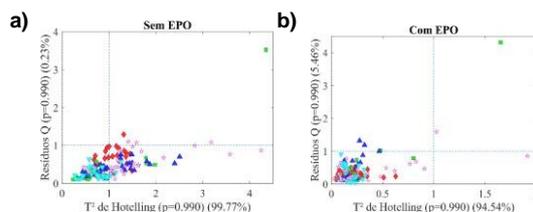


Figura 1) Gráficos T² versus Q referentes às amostras de mogno com e sem correção.

Conclusões

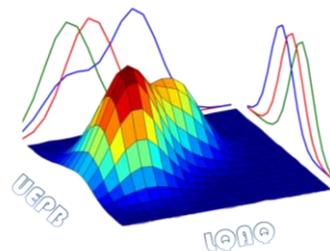
Com correção da umidade por EPO as amostras são classificadas corretamente sem exclusão significativa de *outliers*. Assim, o EPO será usado nos modelos para diferenciar outras espécies florestais, como *Dalbergias*, em futuro próximo.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, CITES, FAP-DF, FUNTEC.

¹ Pastore, T. C. M. *et al.* *Holzforchung*. **2011**, 65, 73–80.

² de Santana, F. B., de Giuseppe, L. O., de Souza, A. M. & Poppi, R. J. *Microchem. J.* **2019**, 145, 1094–1101.



Desenvolvimento de algoritmo na interpretação de imagens digitais para aplicações analíticas: Estudo de caso sílica e absorção de água.

Eduardo dos Santos Possamai(IC)¹, João Vitor da Silva Ferreira(IC)¹, Juliano Passaretti Filho(PQ)*, Rodrigo Sequinel(PQ)¹

UFPR, Univ. Federal do Paraná, Setor Palotina, Departamento de Engenharias e Exatas, Palotina, PR, Brasil.
juliano.passaretti@gmail.com

Palavras Chave: *Imagem Digital, Visão computacional, Sílica Gel*

Introdução

Diversas reações químicas conhecidas produzem como produto espécies cromóforas ou que interagem com a luz. Essa característica vem sendo empregada para o desenvolvimento de diferentes sensores químicos, dispositivos analíticos com aplicações que vão de processos industriais ao reflexo na qualidade de vida dos seres humanos[1]. Para esses fins os dispositivos analíticos baseados na produção de cromóforos na região do visível podem ser acompanhados em tempo real por imagens digitais[2]. Neste trabalho submetemos porções de sílica gel azul seca com massa 5,000 g a uma atmosfera com umidade controlada[3], acompanhado em tempo real por um sensor DHT22 no qual as imagens foram adquiridas por uma webcam Logitech C920 HD Pro, representado na figura 1. As imagens foram adquiridas de zero a 210 minutos para acompanhar a mudança de cor da sílica gel de azul para rosa. O modelo foi escolhido por tratar-se de uma matriz de substrato sólido e diferentes tamanhos de partícula fator que dificulta os experimentos clássicos de acompanhamento de variação de intensidade do cromóforo. O objetivo desse trabalho foi o desenvolvimento de um algoritmo robusto para interpretação de diferentes cores e maximizar as informações obtidas por métodos empregando imagens digitais.

Resultados e Discussão

A sílica gel azul contém sal anidro de CoCl_2 adicionado como indicador para água: As imagens da sílica gel foram adquiridas resolução 1920 x 1080 pixels e agrupadas

pelo tempo de aquisição. As imagens foram agrupadas e sinal foi processado com o software Octave 5.2.0. (Licença GNU). O algoritmo desenvolvido consiste em 3 etapas críticas 1) Conversão da imagem RGB em CIELAB; 2) Identificação da região de mudança de cor em função na primeira derivada de $\Delta(E) = f(a)$; 3) definindo os limites $\Delta(E)'$ a região para aquisição de sinal linear pode ser delimitada e aplicada para funções analíticas. Na aplicação proposta foi possível acompanhar a variação de umidade em diferentes partículas de sílica gel. Mesmo em porções heterogêneas foi possível estabelecer a saturação do material na condição de 90 % umidade relativa numa vazão de 1 L. min^{-1} ($R^2 = 0.988$ sensibilidade de $0,831 \Delta E \text{ min}^{-1}$). O processamento revelou uma condição linear entre o tempo de exposição do material e a mudança na absorção de luz na região visível.

Conclusões

O método apresentou vantagens em relação aos sistemas univariados de colorimetria agrupando as imagens em regiões com diferentes domínios de cor, possibilitando fácil interpretação e correlação para materiais heterogêneos com variações e mistura de cores.

Agradecimentos

CNPQ 409971/2018-9

¹ Wolfbeis, O.S. Analytical chemistry with optical sensors. *Z. Anal. Chem.* 325, 387–392 **1986**.

² Shishkin, Y. L et al, *Use of a Scanner and Digital Image-Processing J. Ana. Chem.* 59(2), 102–106 **2004**.

³ Harrison, R. M.. *Handbook of air pollution analysis*. Springer Science & Business Media. **2012**

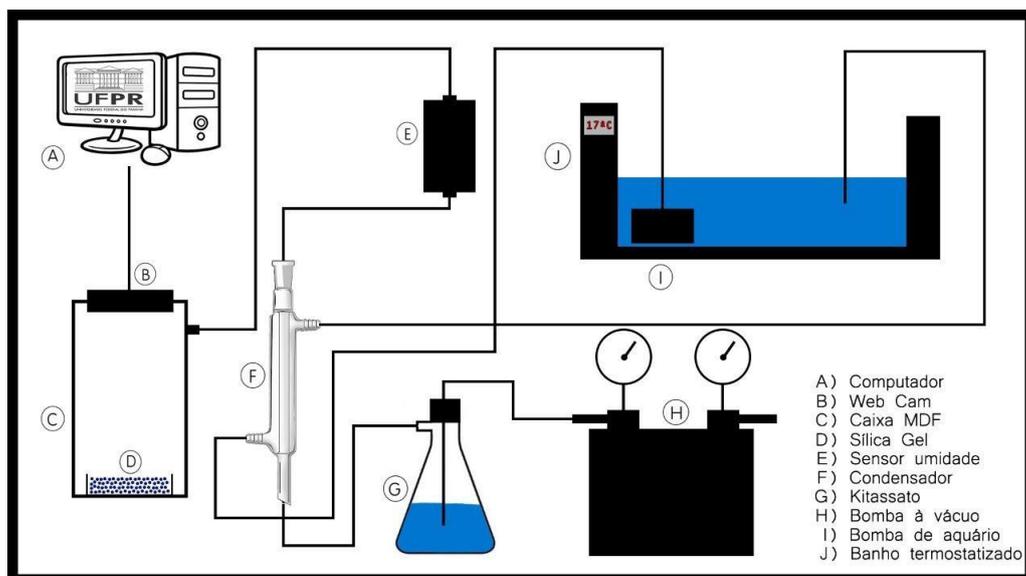
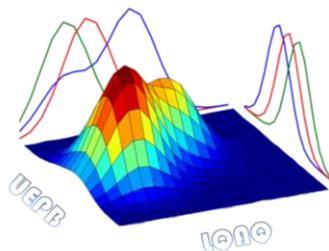
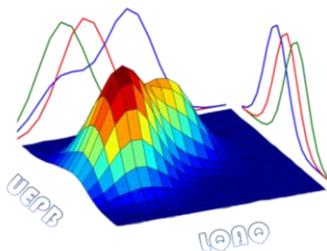


Figura 1. Diagrama do sistema de aquisição das imagens de sílica e padronização da umidade relativa.



Desenvolvimento de modelos de predição com um pipeline na linguagem R para o °Brix da polpa do maracujá pérola do cerrado utilizando a MIR

Mariana Tigano^{1*} (IC), Diego José da Silva¹ (PR), Ana Maria Costa² (PQ), Dario Grattapaglia³ (PQ), Juan Jose Acosta⁴ (PQ), Lúcio Flávio de Alencar Figueiredo¹ (PQ)

¹ Departamento de Botânica, Instituto de Biológicas, Universidade de Brasília, Brasília-DF

² Embrapa Cerrados, Brasília-DF

³ Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, Brasília-DF

⁴ Department of Forestry & Environmental Resources, North Carolina State University, Raleigh, NC, USA

*mari.tigano@gmail.com

Palavras Chave: °Brix; MIR; pérola do cerrado

Introdução

Além do apreço, o maracujá pérola do cerrado (*Passiflora setacea* D.C.) tem um maior tempo de prateleira e resistência a doenças e pragas. A polpa doce dos seus frutos é consumida in natura, podendo atingir de 15 a 18 °Brix (solutos solúveis). O °Brix da polpa é uma das principais características para o consumo. O objetivo deste trabalho foi desenvolver modelos de PLS preditivos para o °Brix para o maracujá pérola do cerrado.

Resultados e Discussão

O desenvolvimento dos modelos para predição do °Brix utilizou a polpa de 146 frutos (médios e grandes) de maracujá de 3 amostragens (S, S1=51, S2=47, S3=48). O °Brix da polpa dos frutos, lido em duplicata em um refratômetro portátil digital (DBR45-BioBrix), variou de 6,3 a 19°. A média do °Brix das amostragens variou de 13,2 a 14,1° e o coeficiente de variação de 16 a 19%. 438 espectros foram adquiridos em triplicatas com um espectrômetro de bancada (ECOATR, Bruker, 4000-600cm⁻¹, intervalo de 2cm⁻¹). Para cada e todas as S foram desenvolvidos 5 modelos de validação externa para o °Brix: i) todos os frutos (TF) predizendo TF, ii) TF predizendo frutos grandes (FG), iii) TF predizendo frutos médios (FM), iv) FG predizendo FG e v) FM predizendo FM; utilizando um pipeline na linguagem R¹, incrementado com 26 transformações no total. Foram utilizadas as triplicatas e as médias dos espectros. Os modelos foram supervisionados no software The Unscrambler® (v10.2). Em cada S, ou no seu conjunto, a média dos

espectros gerou melhores modelos do que com as triplicatas, baseados na RPD_{RMSEP} e R². De um modo geral, as transformações não melhoraram as predições. Porém, ocorreram poucas melhorias utilizando as transformações de Normalização, Norris e a 2ª derivada de Savitz-Golay. Na S1 se destacou a predição dos FG (R²=0,98, RPD_{RMSEP}=3,8) a partir de TF. Já na S2 e S3 as melhores predições foram para os FM (R²=0,96, RPD_{RMSEP}=4,9 e R²=0,97, RPD_{RMSEP}=5,9) a partir de TF. Os 5 modelos com todas as S foram melhores (R²>0,92 e RPD_{RMSEP}>3) do que com as S isoladas. O uso da região do MIR e do espectrômetro de bancada geraram melhores resultados do que obtivemos com a região do NIR e com espectrômetros portáteis (R²=0,40 e RPD_{SEP}=1,3) em nosso laboratório.

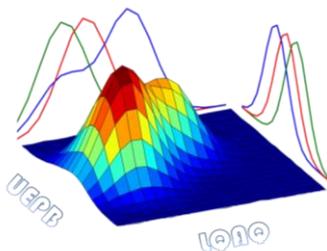
Conclusões

O pipeline na linguagem R possibilitou uma redução no tempo e uso de vários parâmetros (26 transformações) no desenvolvimento de modelos para °Brix em polpas do maracujá pérola do cerrado. Tendo a MIR uma região maior, o volume de análises seria impraticável, laborioso ou longo sem o pipeline.

Agradecimentos

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq); PRONEX / FAPDF / CNPq NExTFRUT - Núcleo de Excelência em Genômica aplicada a Fruteiras Tropicais (0193.001198/2016)

¹Hodge, G.R.; Acosta, J.J.; Unda, F.; Woodbridge, W.C e Shawn D Mansfield, *J. Near Infrared Spectrosc.* **2018**, *26*, 117-132..



Desenvolvimento de um modelo PLS-DA para detecção de dietilenoglicol em cerveja usando um espectrômetro portátil na região do infravermelho próximo

Ana C. C. Fulgêncio¹ (PG)*, Glaucimar A. P. Resende¹ (PG), Marden C. F. Teixeira¹ (IC), Bruno G. Botelho¹ (PQ), Marcelo M. Sena¹ (PQ)

¹Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais, 31270-901, Belo Horizonte – MG, Brasil.

Palavras Chave: Análise forense, MicroNIR®, controle de qualidade

Introdução

Em janeiro de 2020, vieram à tona ocorrências por intoxicação alimentar ocasionadas pelo consumo de cervejas de diversas marcas de um fabricante local, em Minas Gerais. Segundo o relatório do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA) e laudos disponibilizados pelo Departamento de Polícia Civil de Minas Gerais, foi constatada a presença de dietilenoglicol (DEG), que era utilizado como agente anticongelante no processo de refrigeração pelo fabricante¹. A partir desta recente ocorrência, o desenvolvimento de metodologias analíticas rápidas voltadas para a análise de DEG se torna importante para garantir a qualidade da cerveja. Para tal finalidade, foi desenvolvido um método multivariado para detecção de DEG em cervejas utilizando um espectrômetro portátil na região do infravermelho próximo (NIR)².

Resultados e Discussão

Foram selecionadas 49 cervejas (diferentes marcas e fabricantes) isentas de DEG, nas quais foram adicionados esse composto às amostras em uma faixa de concentração de 10 a 1000 mg L⁻¹ de forma aleatória, totalizando 98 amostras, sendo elas divididas em 2 grupos com mesmo número amostral. Após banho de ultrassom por 5 minutos, 1,5 mL de cada amostra foram transferidos para tubos de microcentrífuga de 2mL. Estes foram posicionados em um suporte especial, projetado em uma impressora 3D, e então foram obtidos os espectros NIR por meio do espectrofotômetro MicroNIR®1700, na faixa de trabalho 950-1650nm. Os dados foram tratados usando o *software* MATLAB®, versão 7.13, juntamente com o PLS_Toolbox versão 6.5. Foi aplicado o algoritmo de Kennard-Stone nos dois conjuntos de dados (não contaminado e contaminado), selecionando 2/3 de cada matriz para o conjunto de treinamento. A fim de se reduzir variância do modelo que não está correlacionada com

a classificação das amostras, a faixa espectral foi restrita ao intervalo de 1100 a 1658 nm. O pré-processamento utilizado foi a variação normal padrão (SNV) e o alisamento *SavitzkyGolay* (SG) com uma janela de 7 pontos, seguido de centrar na média. O melhor modelo PLS-DA foi obtido com 6 variáveis latentes, representando 99,88% da variância no bloco X e 84,42% no bloco Y. O limiar Bayesiano foi estimado em 0,53. Como se pode observar na Fig. 1, o modelo PLS-DA apresentou um bom desempenho, com todas as amostras classificadas corretamente.

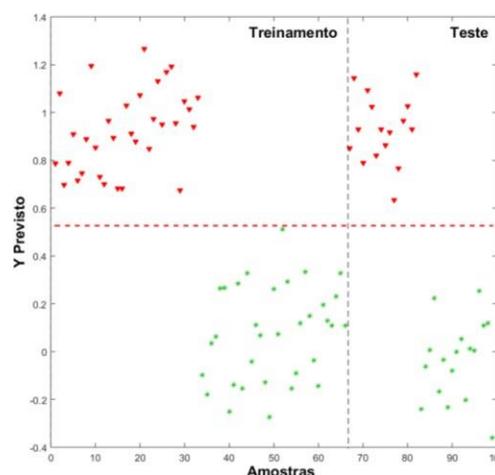


Figura 1. Valores previstos de Y para o modelo PLS-DA.

Conclusões

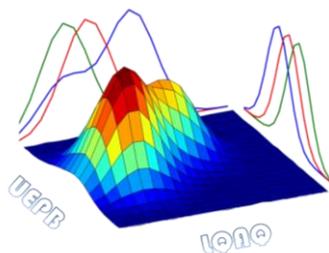
O modelo PLS-DA em conjunto com o uso do equipamento portátil MicroNIR® se mostrou capaz de discriminar eficientemente cervejas contaminadas com DEG.

Agradecimentos

FAPEMIG (ProjetoAPQ0345716), Capes e CNPq.

¹ MAPA, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, Brasília, 2020, 76p.

² Correia, R.M. et al., *Talanta*, 2018, 176, 2.



Detecção de hidrocarbonetos halogenados em amostras de “Ioló” por espectroscopia nir e quimiometria

Rômulo Guimarães Nogueira^{1,2}(PG), Emilly Valéria Silva Matias¹(IC), Vitor Dantas Alves¹(PG), José Germano Vêras Neto¹(PQ).

romulognogueira@hotmail.com

1 Laboratório de Química Analítica e Quimiometria, UEPB (LQAQ/UEPB); 2 Instituto de Polícia Científica da Paraíba (IPC-PB).

Palavras Chave: NIR, seized drug analysis, chemometrics.

Introdução

Testes colorimétricos tradicionais, como a reação de Fujiwara, utilizados para identificação de hidrocarbonetos halogenados em amostras suspeitas de “Ioló” apresentam limitação pois não detectam todos aqueles listados na portaria SVS/MS n.º 344/98: clorofórmio (CLO), diclorometano (DI) e tricloroetileno (TRI). Este trabalho teve o objetivo de aplicar a espectroscopia NIR associada a modelos quimiométricos para detectar CLO, DI, TRI e suas misturas em amostras suspeitas de “Ioló” como proposta de inovação para laboratórios forenses.

Resultados e Discussão

Os espectros NIR foram obtidos em espectrofotômetro UV-VIS-NIR, modelo Lambda 750, marca PerkinElmer com medições em triplicata. Compuseram o estudo amostras dos três solventes estudados grau P.A. (03 de cada); misturas sintéticas binárias CLO-DI, CLO-TRI e DI-TRI (n=45); e contraprovas de amostras reais disponíveis (n=42) no Núcleo de Laboratório Forense de Campina Grande (NULF-CG). As amostras reais foram previamente identificadas por método de rotina no NULF-CG em CG-EM modelo 7890B/5977B da marca Agilent. Uma análise exploratória preliminar por PCA foi utilizada para verificar o comportamento das amostras; e para classificação das mesmas foi utilizada a técnica de reconhecimento de padrões supervisionada SIMCA. Dentre os pré-processamentos testados, a primeira derivada pelo método de Savitzky-Golay, empregando um polinômio de segunda ordem e janela de 53 pontos obteve os melhores resultados.

Para a classe “DI” os conjuntos de treinamento (n=19) e de teste (n=05) foram compostos por amostras sintéticas e reais selecionadas através do algoritmo de Kennard-Stone. Para a classe de mistura “DI-TRI” foi utilizado como conjunto de treinamento as misturas sintéticas (n=15) e como conjunto de teste as amostras reais (n=06). Para as demais classes (CLO, TRI, CLO-DI e CLO-TRI) não foi possível usar amostras reais para treinar/testar modelos devido a indisponibilidade destas composições. Os modelos para predição de solventes puros ou presentes em

altas concentrações obtiveram 100% de acurácia. Já os modelos para misturas binárias apresentaram baixa especificidade devido a falso-positivos gerados em amostras de solventes puros. Apesar disso, apresentaram máxima sensibilidade, bem como valor preditivo negativo, o que possibilitou a aplicação de um protocolo de classificação considerando os resultados de todos os modelos desenvolvidos (solventes puros e suas misturas), obtendo-se precisão global de 100% na classificação das amostras, sejam puras ou em misturas binárias:

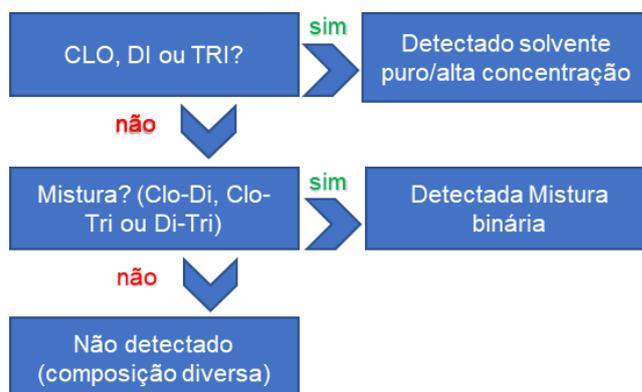


Figura 1. Fluxograma de análise para classificação de amostras.

Conclusões

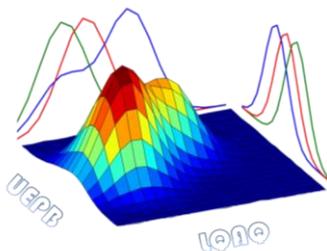
O protocolo de análise desenvolvido foi capaz de classificar com 100% de acurácia os hidrocarbonetos halogenados diclorometano, tricloroetileno, clorofórmio e suas misturas binárias proporcionando aumento significativo na capacidade de detecção nos exames de triagem em amostras de “Ioló” em laboratórios forenses.

Agradecimentos

Agradecemos o apoio do NULF-CG e ao LQAQ/UEPB pela disponibilização de equipamentos e insumos essenciais ao desenvolvimento da pesquisa.

¹ BELL, S. Forensic chemistry. Upper Saddle River: Pearson Edu., 2006.

² Reith, J. F.; Van Ditmarsch, W. C.; De Ruiters, T. Analyst, 99-1183, 1974.



Detecção direta de sacarina em um polímero molecularmente impresso (MIP) utilizando imagem hiperespectral (HSI) no infravermelho médio e MCR.

Camila Santos Dourado ¹ (PQ), Laiz de Oliveira Magalhães ¹ (PQ)*, Milene Lopes Ribeiro (IC)¹, Ana Cristi Basile Dias (PQ)¹, Jez Willian B. Braga (PQ)¹. laizdeoliveiramagalhaes@gmail.com

¹Universidade de Brasília, Instituto de Química, Brasília, DF, Brasil, CEP: 70910-900

Palavras-Chave: Imagem hiperespectral; Resolução Multivariada de Curvas, Sacarina, Polímero Molecularmente Impresso

Introdução

Normalmente, os procedimentos de extração utilizando MIPs requerem a detecção indireta da concentração remanescente do analito em solução, após a sua eluição do sólido. Mesmo diante da alta seletividade do MIP, essa forma de quantificação pode proporcionar alta incidência de erros e grande consumo de reagentes químicos. Assim, a detecção direta do analito no próprio MIP pode se apresentar como uma estratégia interessante por não requerer a etapa de eluição e para detectar resíduos do analito no MIP. Neste sentido, este trabalho teve como objetivo determinar diretamente as concentrações de sacarina (SAC) em um MIP previamente sintetizado com o edulcorante, utilizando imagens hiperespectrais (HSI) no MIR e MCR.

Resultados e Discussão

As HSI foram obtidas por meio de um microscópio FTIR (LUMOS, *Bruker*), com resolução de 8 cm⁻¹ e 32 leituras. Foram utilizadas massas dos seguintes MIPs: MIP-S pós síntese (com 3,05 % de SAC m/m); MIP-L que continha resíduos da SAC e o polímero não impresso (NIP). Com pré-processamento dos espectros por SNV e análise MCR feita na plataforma *HYPER-Tools v.2*, foi possível obter três componentes espectrais. Através da identificação das bandas 1150 cm⁻¹ e 1230 cm⁻¹, características da SAC, foi possível a componente do MCR referente à SAC. Foi obtido o perfil de intensidade relativa da SAC nos materiais e as estimativas de concentração percentual em cada pixel da área mapeada. Foi possível identificar

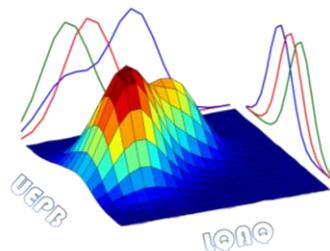
distribuição heterogênea da SAC no MIP-S e que sua concentração muito superior em relação ao MIP-L. Os resultados mostraram que 36,8 % dos pixels na área mapeada do MIP-S apresenta concentração superior a concentração da SAC no material (3,05 %). No MIP-L foi possível identificar 65,2 % dos pixels com concentração de 0,3 %, o que sugere que a técnica de FTIR tem sensibilidade para detectar SAC no MIP nesse nível de concentração. Para a calibração, foram realizadas adsorções em 5 porções de 50 mg de MIP nas concentrações de 0,1 a 1,1 % (m/m) de SAC. A concentração da SAC nos sobrenadantes foi quantificada por HPLC-UV. Das HSI obtidas dos sólidos, desenvolveu-se um modelo MCR com decomposição por matrizes aumentadas (com as imagens de cada concentração), e as intensidade médias das áreas mapeadas foram relacionadas com as concentrações resultando em uma resposta linear com R² = 0,98. Para aplicação, empregou-se uma amostra de MIP usado em procedimento de extração da SAC em amostra de chá *diet* e conforme esperado, não foi detectada concentração de SAC no material após a etapa de eluição.

Conclusões

O MCR associada à HSI apresentou respostas concordantes com as concentrações da SAC estimadas HPLC-UV. A estratégia apresentou resultados promissores para detecção direta da SAC no MIP de forma simples.

Agradecimentos

UnB-IQ; CAPES, FAP-DF e PCDF.



Detecção e caracterização de genótipos de sorgo sob estresse hídrico usando PLS-DA, fusão de dados atômico-moleculares e seleção de variáveis

Camila Assis¹ (PG), Maria Lúcia F. Simeone² (PQ), Marco Aurélio G. Pimentel² (PQ), Marcelo M. Sena^{1*}

*marcsen2000@yahoo.com.br

¹Departamento de Química, ICEx, Universidade Federal de Minas Gerais, 31270-901 Belo Horizonte, MG, Brasil.

²Embrapa Milho e Sorgo, MG 424, Km 45, 35701-970 Sete Lagoas, MG, Brasil.

Palavras Chave: Sorgo, Fusão de Dados, Seleção de Variáveis.

Introdução

O sorgo, *Sorghum bicolor* (L.) Moench, é uma planta tropical considerada uma das culturas mais importantes da África, Ásia e América Latina. Com relação a composição nutricional, o sorgo é uma boa fonte de energia, proteínas, carboidratos, vitaminas e minerais. Nesse contexto, vários projetos de biofortificação têm surgido como uma alternativa para contribuir com a redução de deficiências minerais, principalmente de ferro e zinco, visando aumentar a densidade de nutrientes em culturas básicas, principalmente por meio de intervenção agrônômica e seleção genética. No Brasil, a Embrapa Milho e Sorgo conduz programas de melhoramento visando a seleção de genótipos de sorgo com melhor qualidade para consumo humano. O principal objetivo deste trabalho foi rastrear genótipos de sorgo quanto ao conteúdo mineral e molecular, investigando, o efeito do estresse hídrico na sua composição química, desenvolvendo e otimizando métodos analíticos baseados em NIRS e ICP-OES.

Resultados e Discussão

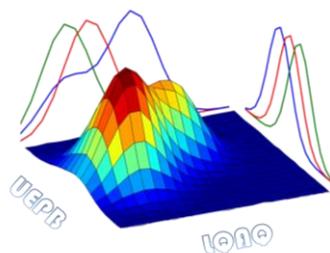
Para realização do trabalho, cem acessos de sorgo com alta variabilidade genética foram utilizados em dois ambientes: sem e com estresse hídrico. O objetivo foi avaliar o efeito do estresse hídrico no conteúdo mineral (usando ICP-OES) e molecular (usando NIRS). Os modelos de classificação (PLS-DA) foram construídos individualmente para cada técnica analítica e também com fusão de dados de baixo nível, a partir de 128 amostras

de treinamento e 64 de teste. Dois métodos de seleção de variáveis foram testados: GA e OPS. Os modelos de fusão de dados forneceram melhores resultados do que os modelos construídos com cada técnica individual. O modelo construído com todas as variáveis (1511) apresentou uma taxa de 1,6% de falso positivo e nenhum falso negativo no conjunto de treinamento, e nenhum erro de previsão no conjunto teste. Os modelos com seleção de variáveis não apresentaram nenhum erro de revisão, sendo que o OPS mostrou um melhor desempenho, pois selecionou menos variáveis (110, em comparação com 159 selecionadas pelo GA), com um gasto de tempo computacional bastante menor. O número de variáveis latentes em todos os modelos de fusão foi 7.

O OPS selecionou 3 elementos (Mn, Mg e P) e várias regiões espectrais relacionadas à água, a amido e a proteínas, permitindo uma interpretação atômico-molecular do modelo através da análise de seus vetores informativos (coeficientes de regressão e VIP scores). Dessa forma, foi possível associar elementos e moléculas ao efeito de estresse hídrico no sorgo.

Conclusões

A junção de NIR com informações do conteúdo mineral forneceu um modelo com excelente desempenho e uma ampla capacidade de interpretação. Em geral, elementos (e compostos) específicos presentes no sorgo foram fundamentais para classificar as amostras.



Detection of adulterations in a valuable Brazilian honey using spectrofluorimetry and multi-way classification

Daphne C. Antônio^{*1} (PG), Débora C. Sampaio² (PQ), Bruno Botelho¹ (PQ), Marcelo Sena¹(PQ)

daphnecantonio@gmail.com.br

¹Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas (ICEx), Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), 31270-901, Belo Horizonte, MG, Brazil; ²Escola de Veterinária, Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Av. Antônio Carlos, 6627, Belo Horizonte, MG 30123-970, Brazil;

Keywords: Fluorescence Spectroscopy, Multi-way Classification Methods, Aroeira Honey

Introduction

Aroeira is a characteristic monofloral honey with contributions of honeydew honey from the north of Minas Gerais state in process to become a Protected Designation of Origin (PDO) product. In this work, an environment friendly approach was proposed to determine adulterated honey samples. Fluorescence spectroscopy combined with multi-way chemometric techniques was applied to discriminate pure Aroeira honey samples from samples adulterated with corn syrup, sugar cane molasses and polyfloral honey.

Results and Discussion

Seventy eight (78) Aroeira honey samples were discriminated from 154 samples adulterated with 5, 10, 20 and 30% w w⁻¹ ratio of three adulterants. Contour maps were acquired ranging the excitation wavelength from 250-500 nm and emission wavelength from 270-640 nm. Partial least squares discriminant analysis (PLS-DA), unfolded-PLS-DA (U-PLSDA) and N-way PLS-DA (N-PLSDA) methods were used to decompose the excitation-emission matrices (EEM) and to differentiate pure honey samples from the adulterated ones. Different figures of merit were used for comparing the performance of the classification models. Primarily, PLS-DA models presented very poor predictions which lead to the application of three-way classification methods, more adequate tools for the EEM data, Figure 1.

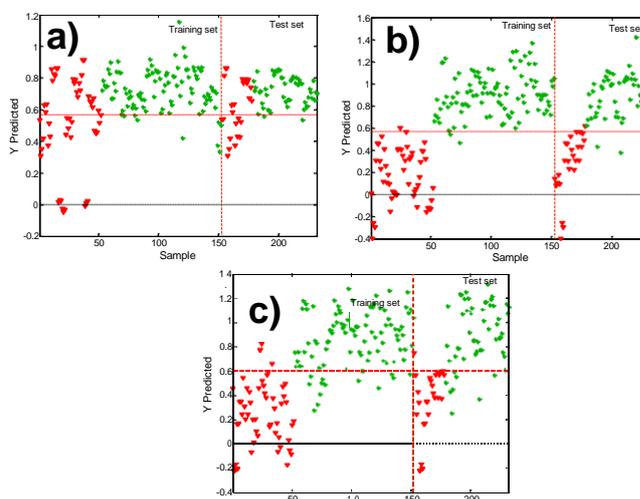


FIGURE 1: Predicted results of samples in training and test sets by a) PLS-DA, b) U-PLSDA and c) N-PLSDA model (▲ -authentic samples -★ -adulterated samples)

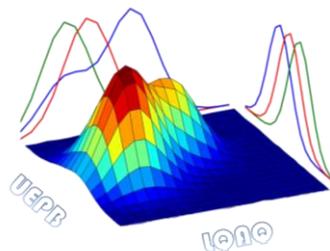
In that aspect U-PLSDA provided more accurate and reliable classification results with sensitivity and specificity rates of 98% and 96% and 98% and 96% for training and test set, respectively. A low misclassification rate of 4% and 8% for the training and test set was also observed.

Conclusions

The good results showed the potential of the method for routine laboratory analyses as a simple, practical and affordable method in contrast with chromatography-based methods.

Acknowledgments

The authors are thankful to the CNPq, CAPES, FAPEMIG and INCT-Bioanalítica.



Detection of interferents in quality in raw sugar using X-ray fluorescence

Paloma Andrade Martins Nascimento* (PQ), Nathália Zanetti Barros (IC), Marco Aurelio Sperança (PQ), Fabíola Manhas Verbi Pereira (PQ)

*paloma.andrade@unesp.br

Instituto de Pesquisa em Bioenergia (IPBEN), Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista (Unesp), 14800-060, Araraquara, SP, Brasil

Palavras Chave: XRF, sugar, adulteration.

Introduction

Adulteration of food products, for possible illicit economic advantages, is unfortunately a common practice to take financial advantages. As example, sand is added to raw sugar product, before the final steps of clarification, for increasing weight. This type of adulteration is easy to be made, because of the availability of sand and also, the similarity of both color of sand and raw sugar. Presence of dark points is another question in sugar quality [1], since the presence of this material is inherent to the manufacturing process, being formed during the clarification step. The maximum allowed for this material in the final product for the consumers is 20% (g/100g). The goal of this study is to evaluate the quality of raw sugar samples using energy dispersive X-ray fluorescence (EDXRF) and chemometric classification techniques.

Results and Discussion

A total of 30 samples were obtained after preparing solids mixtures, consisting of the raw sugar and varying the proportion of sand and dark points, see Figure 1.

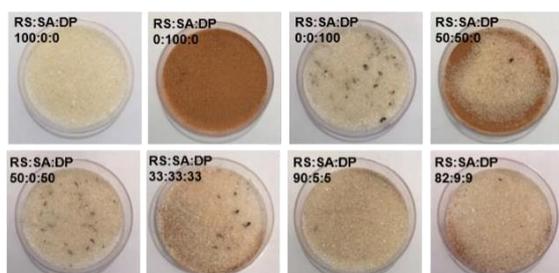


Figure 1. Images of mixtures' samples: raw sugar (RS), sand (SA), dark points (DP), the numbers represent the content of each content composition.

The sum of impurities between sand and dark points was the reference applied to define the level of class used in the development in the classification models, as levels 1 (0 – 19%) and 2 (22 – 100%). The multivariate models using SIMCA were calculated employed the software Pirouette 4.5 rev 1 (Infometrix, Bothel, WA, EUA). A total of 48 models were calculated using different normalizations for X ray spectra. The best developed model is accurately able to classify 100% of the samples.

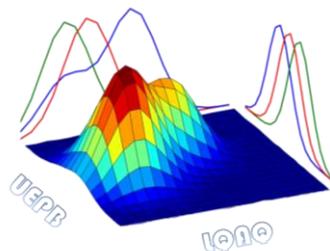
Conclusions

The developed method is successfully able to predict interferents in raw sugar. The advantage is the use of non-invasive technique and the possibility of easy implementation in a quality control analysis.

Acknowledgements

FAPESP (2018/18212-8 and 2019/01102-8), CNPq (307328/2019-8) and CAPES– finance code 001.

¹Machado, S.S., *Tecnol. Fabric. Açúcar*. Inhumas: IFG; Santa Maria: Universidade Federal de Santa Maria, **2012**, 56 p.



Determinação de atributos de qualidade de ovos codorna utilizando a espectroscopia de infravermelho próximo (NIR).

Yasmin Lima Brasil¹ (PG), Luis Jam Pier Cruz Tirado¹ (PG), *Douglas Fernandes Barbin¹ (PQ).

dfbarbin@unicamp.br

¹ Faculdade de Engenharia de Alimentos – FEA, Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, Campinas, São Paulo, Brasil.

Palavras Chave: Ovos, qualidade, espectroscopia NIR.

Introdução

Os ovos se tornaram um item importante na dieta humana devido à variedade de nutrientes essenciais. A qualidade de ovos é afetada pela raça, idade, processo de armazenamento, venda e processamento¹, sendo comumente avaliada através de métodos destrutivos, complexos e demorados. A espectroscopia de infravermelho próximo (NIR) é uma técnica inovadora, rápida, precisa e de simples operação que possibilita a avaliação da qualidade interna de alimentos, sem destruí-los e sem gerar resíduos químicos, além da capacidade de medir inúmeros parâmetros simultaneamente². Este trabalho teve como objetivo avaliar o potencial da espectroscopia de infravermelho próximo (NIR) para analisar a qualidade de ovos de codorna armazenados a 20 °C por 45 dias.

Resultados e Discussão

Tabela 1. Resultado dos modelos PLS para predição e calibração da unidade Haugh (HU) e do índice de gema (IG) de ovos de codorna armazenados a 20°C.

	HU	IG
R ² Pred	0,691	0,791
R ² CV	0,672	0,771
R ² Cal	0,706	0,795
RMSECV	3,9106	3,6508
RMSEP	3,9044	3,6375
RMSEC	3,6984	3,4510
RPD	1,7906	2,1339

PLS = mínimos quadrados parciais; R² = coeficiente de determinação; RPD = desvio de predição residual; RMSECV = erro quadrático médio da validação cruzada; RMSEP = erro médio quadrático de previsão; RMSEC = erro médio quadrático de calibração.

O método oficial usado como referência para qualidade de ovos, e utilizado nos modelos preditivos deste trabalho, consiste em medir o peso do ovo, a altura do albúmen espesso e a altura e largura da gema, seguido pelos cálculos de unidade Haugh (HU) e índice de gema (IG) de acordo com as seguintes equações:

$$HU = 100 \log (H + 7.57 - 1.7 \times W^{0.37}) \quad (1)$$

$$IG(\%) = (\text{Altura gema} / \text{Largura gema}) \times 100 \quad (2)$$

Conclusões

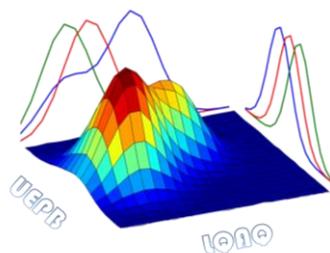
Os modelos PLS podem ser utilizados para analisar atributos internos de qualidade em ovos de codorna durante o armazenamento. Contudo, o modelo referente ao índice de gema apresentou uma maior capacidade preditiva, com coeficiente de determinação de 79,1% e RPD de 2,1, fatores contribuintes para a eficiência de aplicação desta técnica na avaliação da qualidade de ovos de codorna.

Agradecimentos

Yasmin Lima Brasil (processo n° 2019/1189-1) e Luis Jam Pier Cruz Tirado (processo n° 2018/02500-4), agradecem a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP); o presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior–Brasil (CAPES)– Finance Code 001.

¹ Bao, Z. et al. Effect of salting on the water migration, physicochemical and textural characteristics, and microstructure of quail eggs. Food Science and Technology, V. 132, 2020.

² Rossi, G. B; Lozano, V. A. Simultaneous determination of quality parameters in yerba mate (*Ilex paraguariensis*) samples by application of near-infrared (NIR) spectroscopy and partial least squares (PLS). Food Science and Technology, V. 126, 2020.



Determinação granulométrica usando um espectrômetro NIR portátil.

Gabriel Monteiro da Silva¹(IC)*, Simone da Silva Simões¹(PQ)

¹Universidade Estadual da Paraíba, Departamento de Química.

Palavras Chave: granulometria, NIR, controle de qualidade.

Introdução

O conhecimento do tamanho e da distribuição do tamanho da partícula é um pré-requisito fundamental para muitas operações de produção e processamento que envolvem sistemas de materiais particulados. Estas propriedades influem significativamente em várias etapas do processo produtivo como compactação, transporte, resistência mecânica, densidade e outras propriedades do material acabado. Deste modo, o objetivo deste trabalho é determinar a granulometria de pós da casca do fruto do jatobá utilizando um espectrômetro NIR portátil, a fim de realizar uma melhor caracterização do produto em pó que pode ser utilizado para fins farmacêuticos.

Materiais e métodos

As cascas do fruto do jatobá foram trituradas em moinho de facas e em seguida uma quantidade de 90 g da casca foi levada ao agitador de peneiras e deixado em agitação por 20 minutos. Após isso, recolheu-se a massa retida em cada peneira e pesou-se. Posteriormente de 10 g dessas massas foi analisada por espectroscopia NIR utilizando um MicroNIR1700 ultracompacto, JDSU Corporation®, na região de 950 nm a 1650 nm, equipado com um acessório de transmitância [1]. Foram registradas 10 porções das massas retidas em cada peneira (mesh 24, 42, 80 200) e da massa retida no fundo.

Resultados e Discussão

Os espectros brutos (figura 1a) apresentavam ruídos espectral, espalhamento e deslocamento de linha de base. Para corrigir as características espectrais indesejadas, testou-se alguns pré-processamentos e aquele

que apresentou melhor desempenho foi 1ª derivada utilizando o polinômio Savitzky-Golay de 1º ordem e janela de 7 pontos.

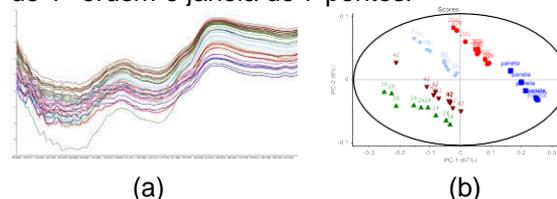


Figura 1. (a) Espectro bruto da faixa de trabalho e (b) análise exploratória dos dados pré-processados.

Uma análise exploratória dos dados pré-processados (figura 1b), foi realizada utilizando Análise de Componentes Principais (PCA), utilizando 3 componentes principais e nela observou-se a formação de 5 agrupamentos relativos à granulometria das amostras. Um modelo PLS-DA, com o intuito de diferenciar as amostras de menor granulometria (panela e 200 mesh) das de maior granulometria (12, 24, 80 mesh). Onde foi obtida uma taxa de 100% de classificação correta a um limiar de 0,5.

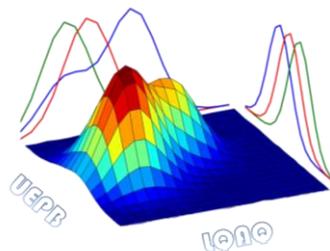
Conclusões

O método desenvolvido mostrou-se capaz de diferenciar pós de casca de jatobá de diferentes granulometrias e se mostra adequado para uso no controle de qualidade em linha em indústrias.

Agradecimentos

NUQAPE.

¹ Paiva, E. M.; Rohwedder, J. J. R.; Pasquini, C.; Pimentel, M. F.; Pereira, C. F. Quantification of biodiesel and adulteration with vegetable oils in 114 diesel/biodiesel blends using portable near-infrared spectrometer, Fuel. **2015**, v. 160, p. 57-63.



Diferenciação de madeira faqueada por espécie via espectroscopia no infravermelho próximo e PLS-DA

Hugo S. Rocha^{1,2}(IC)*, Daniele C. G. C. Kunze¹(PG), Tereza C. M. Pastore²(PR), Jez W. B. Braga¹(PQ).

*e-mail: hugo98rocha@gmail.com

¹ Laboratório de Automação, Quimiometria e Química Analítica (AQQUA), Instituto de Química, UnB

² Laboratório de Produtos Florestais (LPF), Serviço Florestal Brasileiro, Brasília, DF

Palavras Chave: espécies tropicais, identificação, quimiometria.

Introdução

A identificação de madeira é necessária para assegurar que o comércio internacional das espécies madeireiras seja consistente com seu manejo sustentável e sua conservação. A identificação da espécie é dificultada quando a madeira está cortada em forma de faqueado, devido à perda de uma dimensão física para análise pelos anatomistas. Este trabalho buscou utilizar a espectroscopia NIR associada com PLS-DA para identificar espécies florestais similares. As amostras de faqueado de andiroba, curupixá, cedro e jatobá foram obtidas de empresas de diferentes regiões do Brasil. Devido sua comercialização restrita, foram usadas amostras de madeiras de mogno nativas da Guatemala e do Brasil (apreendidas nos Estados Unidos).¹

Resultados e Discussão

Para a construção do modelo, os espectros NIR obtidos em triplicata das amostras das cinco espécies foram distribuídos em grupos para treinamento e validação, sendo o número de variáveis latentes escolhido com base no RMSECV. O único pré-processamento aplicado foi centrar os dados na média. Foram realizadas duas seções de detecção e exclusão de *outliers*. A Tabela 1 mostra o número de espectros excluídos considerados discrepantes nas cinco classes para construção do modelo.

Tabela 1) Número de *outliers* excluídos no modelo PLS-DA para as cinco classes.

	MO	AN	CX	CD	JA
NºESPECTRO	138	87	201	108	87
1ªEXCLUSÃO	28	5	14	5	20
2ªEXCLUSÃO	21	3	4	0	3

* MO: mogno; AN: andiroba; CX: curupixá; CD: cedro; JA: jatobá.

O percentual de *outliers* das classes variou de 1,85% a 35,00%. O conjunto de treinamento para a espécie mogno se mostrou não representativo para os espectros de validação, gerando um alto número de *outliers*. Com a remoção desses *outliers* chegou-se ao modelo otimizado apresentado na figura 1.

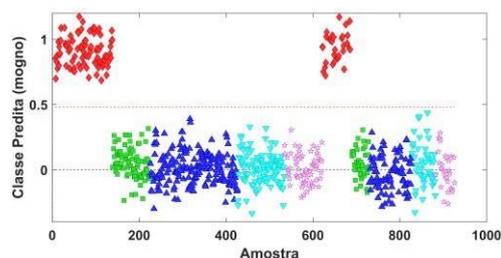


Figura 1) Amostra versus Classe predita para as cinco espécies estudadas.

A classe mogno (Figura 1) assim como as demais apresentaram ótimos resultados para sua separação, sendo o único problema o número de *outliers* para mogno. As taxas de falsos positivos e negativos foram nulas para todas as classes, apresentando uma eficiência de 100% na classificação de cada espécie.

Conclusões

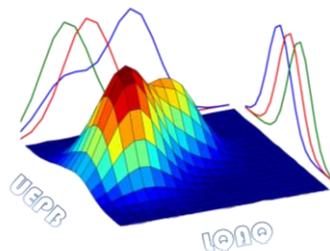
O modelo foi bem sucedido na discriminação e diferenciação das cinco espécies de faqueado analisadas por PLS-DA. Obteve-se elevada eficiência, possibilitando que essa abordagem seja aplicada às demais espécies. Pretende-se implementar essa mesma técnica para espécies de *Dalbergias* em estudos futuros.

Agradecimentos

CITES, LPF, UnB, FUNTEC e FAPDF.

¹ CITES (2017). <https://www.cites.org/eng/app/appendices.php>. Accessed 10 March 2017

² Soares LF, Silva DC, Bergo MCJ, Coradin VTR, Braga JW, Pastore TCM (2017). Quim Nova 40:418–426



Discriminação de acessos de mangabas utilizando um pipeline R a partir dos dados espectrais dos frutos adquiridos com um espectrômetro portátil

Diego José da Silva^{*1,4} (PR), Fernando Souza Rocha² (PQ), Juan Jose Acosta³ (PQ), Dario Grattapaglia⁴ (PQ), Lúcio Flávio de Alencar Figueiredo¹ (PQ)

¹ Departamento de Botânica, Instituto de Ciências Biológicas, Universidade de Brasília, Brasília-DF

² Embrapa Cerrados, Brasília-DF

³ College of Natural Resources, North Carolina State University, Raleigh, NC, USA

⁴ Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, Brasília-DF

*diegojsilvabr@gmail.com

Palavras Chave: Mangabeira, Pipeline em R, espectroscopia.

Introdução

A mangabeira (*Hancornia speciosa*) é uma frutífera nativa do Brasil que se estabelece facilmente em condições adversas, porém necessita de avanços no melhoramento genético para se tornar competitiva. Uma das principais limitações é a fragilidade do fruto maduro e o excesso de látex. Assim, o objetivo deste trabalho foi desenvolver modelos de classificação dos acessos (acc) de mangaba do banco de germoplasma na Embrapa Cerrados a partir dos frutos com a análise discriminante linear (LDA) e pelos mínimos quadrados parciais (PLS-DA). Para isso foi utilizado um pipeline em linguagem R¹, incrementado, visando diminuir o tempo das análises e testar os diferentes parâmetros no processamento dos espectros. A aquisição desses foi com um NIR portátil (Viavi MicroNIR™ 2200) dos frutos de 35 acc.

Resultados e Discussão

Foram adquiridos 1686 espectros em triplicata da casca e da polpa de 281 frutos em duas amostragens (S) colhidas 21 dias uma da outra. A S1 com 17 acessos e a S2 com 23. As LDAs com os espectros da casca do fruto apresentaram maior acurácia (Figura 1) do que a partir da polpa; tanto na S1 (99 e 81%), quanto na S2 (92 vs 79%). Na PLS-DA, os modelos com espectros da casca também apresentaram melhores resultados em relação aos com a polpa na validação externa, quando 2/3 dos dados foram utilizados para a calibração. A raiz quadrada do erro-médio da predição (RMSEP) variou de 0,03 a 0,13 para

a casca (tratamento correção de sinal multiplicativo estendida - EMSC) e de 0,06 a 0,23 para a polpa (Normalização pela área + 1ª Derivada de Savitzky–Golay – 1D SG). Já o coeficiente de determinação (R^2) variou de 0,44 a 0,98 e de 0,00 a 0,90, respectivamente.

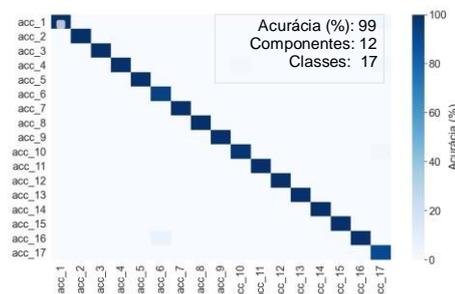


Figura 1. Matriz de confusão da LDA para os espectros da casca (1D SG + EMSC) com 99% de acurácia.

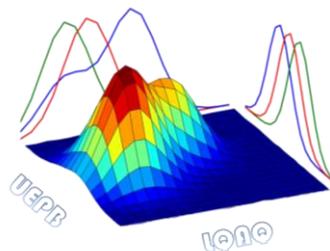
Conclusões

A discriminação dos acessos de mangaba a partir dos espectros da casca foi quase perfeita na LDA e menor na PLS-DA. Isso indica que novos modelos de classificação podem ser desenvolvidos sem a necessidade de cortar o fruto, o que é uma grande vantagem tendo em vista a dificuldade do manuseio do fruto cortado em função do látex.

Agradecimentos

PRONEX/FAPDF/CNPq NEXTRFRUT - Núcleo de Excelência em Genômica Aplicada a Fruteiras Tropicais (0193.001198/2016)

¹ Hodge, G. R.; Acosta, J. J.; Unda, Faride; Woodbridge, W. C. e Mansfield, S. D. Journal Of Near Infrared Spectroscopy, **2018**, 26, 2, 117-132.



Discriminação de cultivares de feijão (*Phaseolus vulgaris* L.) usando ferramentas de processamento digital de imagens e quimiometria

Claudia D. Tormena¹ (PG), Rafaela C. S. Campos¹ (IC), Gustavo G. Marcheafave¹ (PG), Miroslava Rakocevic² (PQ), Roy E. Bruns³ (PQ), Ieda S. Scarminio¹ (PQ), Elis D. Pauli³ (PG)*, elispauli@hotmail.com

¹ Universidade Estadual de Londrina, Departamento de Química, Londrina, Paraná, Brasil, 86.057-970

² Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, Rio de Janeiro, Brasil, 28013-602

³ Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Campinas, São Paulo, Brasil, 13083-970

Palavras Chave: Feijão carioca, imagens digitais, PLS-DA.

Introdução

O feijão comum é amplamente cultivado em todo o mundo para consumo humano¹. A cultivar carioca tem grande aceitação nacional, por isso o desenvolvimento de qualquer nova cultivar deve ter características semelhantes aos grãos cariocas para atender às exigências dos produtores e consumidores². Para uma rápida e não invasiva classificação entre cultivares de feijão imagens digitais foram adquiridas, a partir de uma webcam full HD 1080p, e associadas à análise discriminante por mínimos quadros parciais (PLS-DA) como estratégia analítica. Duas cultivares fornecidas pelo Instituto Agrônomo do Paraná (IAPAR), Agronorte9 (alto tempo de prateleira e IPR – Sabiá (menor tempo de cozimento), foram estudadas. Sendo que, para cada cultivar foram registradas 60 imagens.

Resultados e Discussão

Para a construção do modelo PLS-DA, foram necessárias 3 variáveis latentes (LV), nas quais explicaram 92,1 % em **y**-variância (57,6 % variância em **X**). O número das LV foi escolhido a partir do menor valor da raiz do erro quadrático médio da validação cruzada (RMSECV), calculado a partir das amostras de calibração e utilizando o critério das venezianas, com 7 divisões. O modelo apresentou baixos valores da raiz quadrada média do erro de predição (RMSEP) – 0,2006, raiz do erro quadrático médio da calibração (RMSEC) – 0,1405, além de próximos, garantindo a ausência de sobreajuste. Além disso, o modelo PLS-DA apresentou bons parâmetros de qualidade (Tabela 1).

Tabela 1. Resultados da classificação PLS-DA para duas cultivares de feijão.

Classe	Agronorte9	Sabiá
Sensibilidade (Cal)	0,975	0,976
Especificidade (Cal)	0,976	0,975
Sensibilidade (Pred)	1,000	1,000
Especificidade (Pred)	1,000	1,000

A calibração do modelo obteve valores de sensibilidade (taxa de positivos verdadeiros) de 0,975 e 0,976 para feijões Agronorte9 e Sabiá, respectivamente. Enquanto isso, a especificidade (taxa de negativos verdadeiros) apresentou valores de 0,976 e 0,975 para feijões Agronorte9 e Sabiá, respectivamente. O modelo descrito foi capaz de classificar corretamente todas as amostras de feijões, com valores de sensibilidade e especificidade de 100% para ambas as classes. Esses valores indicam que as classes foram bem discriminadas pelas amostras de calibração e validação, confirmando a boa capacidade de classificação do modelo.

Conclusões

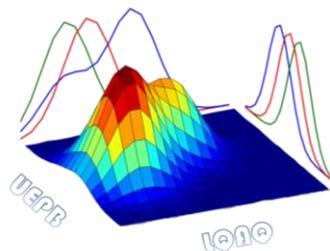
A utilização de imagens digitais acopladas ao modelo PLS-DA mostraram potencial para serem utilizadas na discriminação de cultivares de feijão, importantes no padrão de qualidade do produto.

Agradecimentos

CNPq (Processo: 151843/2019-8) e CAPES.

¹Mostafa M. R.; Neveen B. T.; Magdi T. A.; Bahaa T. S.; El-Sayed M. D. J Horti Sci Biotech 2019, 94, 777-789.

²Salgado, T.P.; Salles, M.S. Martins, J.V.F.; Alves, P.L.C.A. Planta Daninha 2007, 25, 443-448.



Discriminação e autenticidade de grãos de arroz através da espectroscopia NIR e análise multivariada

Francisco dos S. Panero (PG)^{1,3*}, Rosana F. de Sousa (IC)¹, João S. Panero (PQ)², Fernando S. . D. V. Faria (PQ)³, Pedro dos S. Panero (PQ)⁴, Oscar Smiderle, Anselmo F. R. Rodriguez(PQ)³
fspaneroit@yahoo.com.br

¹Departamento de Química, Universidade Federal de Roraima, UFRR. ²Campus Boa vista, Instituto Federal de Educação, Ciências e Tecnologias de Roraima, IFRR. ³Programa de Pós-graduação em Biodiversidade e Biotecnologia-BIONORTE da Amazonia Legal da Universidade Federal do Acre, UFAC. ⁴Campus Zona Oeste, Instituto Federal de Educação, Ciências e Tecnologias de Roraima, IFRR.

Palavras Chave: Arroz, NIR, análise multivariada

Introdução

O Brasil é considerado o maior produtor de arroz (*Oryza sativa* L.) da América Latina e ocupa a nona posição no ranking de produção mundial. No processo de beneficiamento da agroindústria de arroz, o mesmo passa por uma etapa de classificação para aferição da qualidade de compra. Posteriormente vem à limpeza do arroz, seguida de: descascamento para obtenção de arroz integral; descascamento e polimento para obtenção de arroz branco polido; processo hidrotérmico, secagem, descascamento e polimento, para obtenção de arroz parboilizado. A diferenciação de grãos e sementes é realizada através de descritores morfológicos, além de marcadores moleculares, que é executada pelo estudo de DNA. Entre esses marcadores os mais utilizados são: RFLP (Restriction Fragment Length Polymorphism), AFLP (Amplified Fragment Length Polymorphism), RAPD (Random Amplification of Polymorphic DNA) e microssatélites (ISSR - Inter Simple Sequence Repeats; SSR - Simple Sequence Repeats). Esses métodos de diferenciação possuem procedimentos demorados para obtenção de resultados, além de ser destrutivo e de necessitar de reagentes caros e que geram resíduos. Diante do exposto surge à necessidade de metodologias analíticas rápidas, não destrutivas, não invasivas e de baixo custo para discriminação e autenticidade de grãos de arroz. Dentre estas metodologias se destaca a espectroscopia na região do infravermelho próximo (NIR). Tendo em vista o

menor tempo de análise, a não utilização de reagentes e a não geração de resíduos, assim, não agredindo o ambiente, tornando-se uma técnica considerada limpa e de acordo com a visão de Química Limpa.

Resultados e Discussão

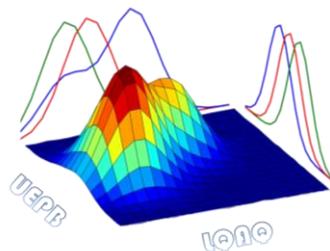
Estudou-se a viabilidade de modelos de discriminação e autenticação de grãos de arroz (*Oryza sativa*) do estado de Roraima de diferentes tipos (integral e parboilizado): Faccio-integral, Raris-integral, Tio Ivo-integral, Brilhante-parboilizado, Tio João-parboilizado, Biju-parboilizado, utilizando os espectros de refletância difusa na região de 700 a 2500 nm. Os espectros foram pré-processados com centragem na média, MSC, SNVe primeira derivada. Foi possível separar amostras de diferentes marcas de arroz parboilizado e arroz integral através da PCA e HCA.

Conclusões

Usando espectros do infravermelho na região próximo - NIR e seleção de bandas espectrais e pré-tratamentos espectrais, foi possível aplicar as técnicas PCA e HCA para separar amostras de diferentes marcas de arroz parboilizado e arroz integral. É evidente a potencialidade dos métodos para uma possível realização de autenticação forense, rápida e não-destrutiva, em arroz de diferentes locais.

Agradecimentos

UFRR, UFAC



Efeitos e interações metabólicas de mudanças ambientais ($\text{CO}_2 \times \text{H}_2\text{O}$) em grãos crus de *C. arabica*: impressão digital fatorial de RMN de ^1H por ASCA

Elis D. Pauli¹ (PG), Gustavo G. Marcheafave² (PG), Cláudia D. Tormena² (PG), Miroslava Rakocvic³ (PQ), Roy E. Bruns¹ (PQ), Ieda S. Scarmínio² (PQ)*. ieda@uel.br

¹ Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Campinas, São Paulo, Brasil, 13083-970

² Universidade Estadual de Londrina, Departamento de Química, Londrina, Paraná, Brasil, 86.057-970

³ Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, Rio de Janeiro, Brasil, 28013-602

Palavras Chave: Mudança climática, impressão digital, ANOVA-SCA.

Introdução

Nas últimas décadas, as mudanças climáticas têm colocado em risco as necessidades humanas básicas, como água e os alimentos. Nos últimos relatórios climáticos a agricultura é apontada como o setor que sofre o maior impacto frente a essas mudanças, sendo as maiores influências o aumento do dióxido de carbono (CO_2) e variação da disponibilidade hídrica.¹ Todas as mudanças climáticas ocorrem simultaneamente e interagem entre si, ou seja, elas são multivariadas. Portanto, investigar qual é a relação entre a disponibilidade de água e o aumento de CO_2 atmosférico é o ponto chave para entender as respostas das principais *commodities* mundiais. Planejamento estatístico de misturas (etanol, éter etílico, diclorometano e hexano) foi utilizado para a obtenção das impressões digitais por RMN de ^1H e ANOVA-Análise Simultânea de Componentes (ASCA) para explorar o planejamento fatorial entre CO_2 e água e determinar a significância dos efeitos e interações em grãos crus de *C. arabica*.

Resultados e Discussão

Os dados centrados na média foram organizados em um matriz com 68 extratos *versus* 17590 deslocamentos químicos de ^1H . Para a aplicação do ASCA os experimentos foram executados seguindo um planejamento fatorial completo de dois níveis com dois fatores, sendo eles: níveis de CO_2 (1) e níveis de água no solo (2). Os níveis de CO_2 atmosférico foram: atual (-1) e elevado (1); e para o fator disponibilidade hídrica foram: água de campo (-1) e irrigação (1). Assim, ASCA

mostrou que o fator CO_2 com *p*-valor igual a 0,0146, obtidos pelo teste de permutação, tem um efeito estatisticamente significativo. Isso sugere que as impressões digitais por RMN dos grãos de café podem ser influenciadas pelos níveis atmosféricos de CO_2 . A primeira CP foi suficiente para mostrar a distribuição entre as amostras de grãos de café cultivados sob elevado CO_2 daqueles crescidos em nível atual. Segundo os *loadings*, sinais característicos de lipídios, açúcares e trigonelina foram mais sensíveis para amostras com atmosfera atual e sinais característicos de aminoácidos e compostos alifáticos correspondem às amostras cultivadas sob CO_2 elevado. Não foram estatisticamente significativos o efeito da disponibilidade hídrica bem como a interação entre os fatores $\text{CO}_2 \times \text{H}_2\text{O}$ sob a impressão digital dos grãos de *C. arabica*.

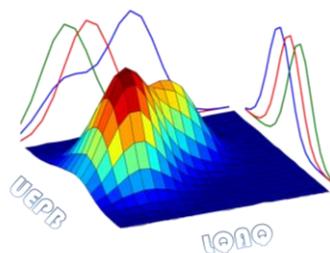
Conclusões

ASCA permitiu através da impressão digital por RMN ^1H detectar estatisticamente a significância das variáveis ambientais sobre a composição química de grãos de *C. arabica* sob mudanças climáticas. Por meio do planejamento fatorial de campo o efeito do nível de CO_2 se mostrou superior ao da disponibilidade hídrica e interação entre estes.

Agradecimentos

Agradecimentos: CNPq (Processo: 151843/2019-8) e CAPES.

¹ Marcheafave, G. G.; et al. *Talanta*. 2020, 209, 120591.



Emprego da Espectroscopia no Infravermelho para discriminação de extratos de *Miconia albicans* preparados com diferentes solventes extratores

Marcelo da Silva Mathias*¹ (PG), Cibele M. Stivanin de Almeida¹ (PQ), Carlos Guilherme T. Batista¹ (PG), Rodrigo Rodrigues de Oliveira¹ (PQ). marcelomathias1@gmail.com.

¹ Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Av. Alberto Lamego, 2000, Horto, 28013-602, Campos dos Goytacazes, Rio de Janeiro, Brasil

Palavras Chave: *Miconia albicans*, infravermelho, centroide simplex

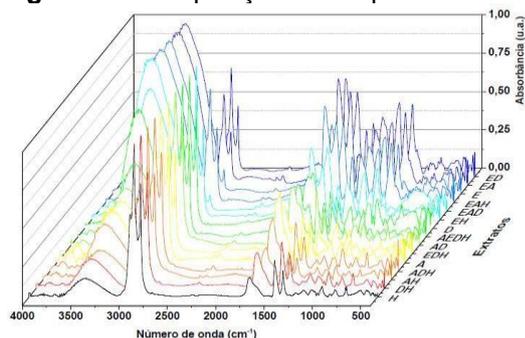
Introdução

A análise de componentes principais (PCA) é uma das ferramentas mais utilizadas para discriminação de dados químicos obtidos na forma de espectros ou cromatogramas¹. O objetivo deste trabalho é utilizar a PCA associada à dados espectrais de infravermelho para discriminar os perfis químicos de extratos das folhas de *Miconia albicans*, conhecida popularmente como canela de velho. Os extratos foram preparados com diferentes composições dos solventes extratores delimitadas por um planejamento de misturas centroide simplex com quatro componentes: etanol (E), acetato de etila (A), diclorometano (D), hexano (H) e suas misturas binárias, ternárias e quaternária de iguais proporções. Os espectros dos quinze extratos foram obtidos por FT-IR no modo absorvância a 400-4000 cm⁻¹ e, em seguida, analisados por PCA.

Resultados e Discussão

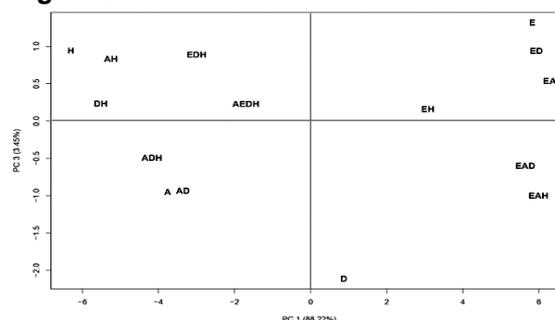
A Figura 1 apresenta os espectros de FT-IR dos extratos de *Miconia albicans* preparados com diferentes solventes extratores, onde são observadas variações de intensidade de diversas bandas de absorção.

Figura 1. Sobreposição dos espectros FT-IR.



O cruzamento de scores PC1 x PC3 (Figura 2) forneceu a melhor discriminação dos perfis químicos dos extratos. A PC1 agrupou, à direita, os extratos de maior polaridade contendo fortes absorções de O-H, C-O e C=O atribuídas à flavonoides glicosilados e taninos; e à esquerda, os extratos de menor polaridade contendo fortes absorções de C-H atribuídas à triterpenos e esteroides. A PC3 separou os extratos de acordo com a diferença de intensidades das bandas de O-H e C-H: na região positiva, há maior diferença e na negativa, menor diferença. A PC2 discriminou apenas as absorções de O-H acima de 3500 cm⁻¹ das demais, não sendo relevante para a diferenciação. O extrato D exibiu absorções similares de O-H e C-H e ficou centralizado.

Figura 2. Gráfico de escores PC1 x PC3.



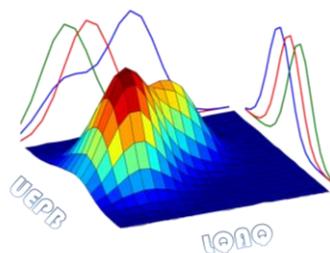
Conclusões

A PCA realizada com os dados espectrais de FT-IR permitiu discriminar os extratos de *Miconia albicans* de acordo com as diferenças de polaridade das substâncias extraídas.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Capes, ao CNPQ e à Faperj pelo apoio financeiro ao projeto.

¹ Soares, P. K.; Bruns, R. E.; Scarmínio, I. S. *Journal of Separation Science*, 2007, v. 30, n. 18, p. 3302–3310.



Espectroscopia no infravermelho aliada a quimiometria para classificação de própolis vermelha quanto a qualidade antioxidante

Amanda Beatriz Sales de Lima^{1*} (PG), Acsa dos Santos Batista¹ (PG), Renata de Souza da Rocha¹ (IC), Vítor Visintin Silva de Almeida² (PQ), Marcondes Viana da Silva¹ (PQ), Leandro Soares Santos¹ (PQ).

*amandaengalimentos@hotmail.com

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Itapetinga, Bahia, Brasil. ²Universidade Federal de Alagoas, Arapiraca, Alagoas, Brasil.

Palavras Chave: Correlações Canônicas, MIR, FTIR-ATR.

Introdução

A própolis vermelha apresenta diversos constituintes químicos responsáveis por atividades biológicas¹. A espectroscopia no infravermelho tem sido empregada na identificação e quantificação desses compostos e devido ao grande número de dados gerados, é comum sua análise e interpretação através de métodos quimiométricos. Assim, objetivou-se classificar amostras de própolis vermelha da Bahia em relação a qualidade antioxidante utilizando dados de análises convencionais de bancada e dados obtidos por espectroscopia no infravermelho médio (FTIR-ATR) das amostras brutas e dos extratos secos por meio de análise de correlações canônicas.

Resultados e Discussão

Os grupos funcionais identificados no FTIR da própolis bruta e do extrato influenciam na capacidade antioxidante (Figura 1). Os índices gerados possibilitaram a separação de grupos de amostras quanto a sua qualidade e os grupos funcionais do FTIR com correlação positiva com o índice de capacidade antioxidante são associados a presença de compostos fenólicos. Através de dados do FTIR da própolis bruta pôde-se classificar amostras com baixa (índice FTIRA <0,1) e alta capacidade antioxidante (índice FTIRA >0,1). Já para os dados do FTIR dos extratos as amostras foram classificadas como de baixa (índice FTIRE <-0,25), média (índice FTIRE >-0,25 e <1) e alta (índice FTIRE >1) capacidade antioxidante.

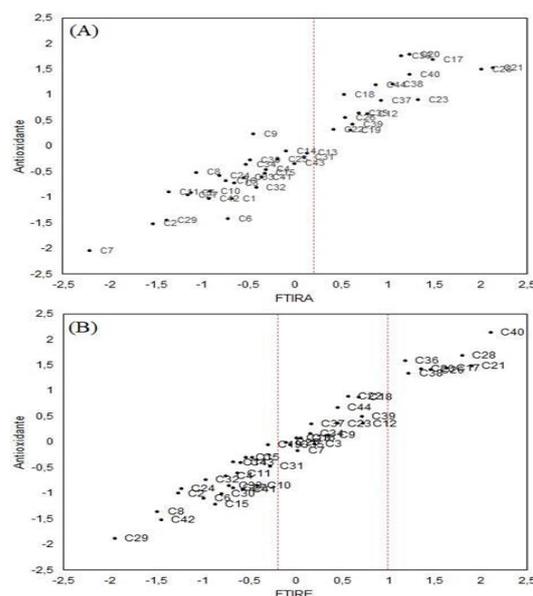


Figura 1. Correlação canônica entre dados obtidos por FTIR das amostras brutas (A) e extratos secos (B) e capacidade antioxidante da própolis do estado da Bahia.

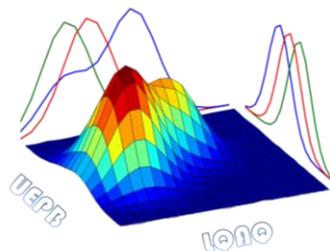
Conclusões

A espectroscopia no infravermelho aliada a quimiometria pode ser utilizada para classificar própolis vermelha quanto qualidade antioxidante sem a necessidade de realização de análises laboriosas.

Agradecimentos

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

¹ Andrade, J. K. S.; Denadai, M.; Oliveira, C. S.; Nunes, M. L.; Narain, N. *Food Res. Int.* **2017**, *101*, 129.



Estratégia para exploração das impressões digitais-NIR relacionadas ao adensamento e maturação não sincronizada em grãos de *Coffea arabica*.

Elis D. Pauli¹ (PG)*, Fabiano B. Silva² (PG), Cláudia D. Tormena² (PG), Gustavo G. Marcheafave² (PG), Miroslava Rakocevic³ (PQ), Roy E. Bruns¹ (PQ), Ieda S. Scarmínio² (PQ).
elispauli@hotmail.com

¹ Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Campinas, São Paulo, Brasil, 13083-970

² Universidade Estadual de Londrina, Departamento de Química, Londrina, Paraná, Brasil, 86.057-970

³ Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, Rio de Janeiro, Brasil, 28013-602

Palavras Chave: café, espectroscopia NIR, PLS-DA.

Introdução

A densidade de plantio e o tempo de maturação das bagas podem influenciar a qualidade dos grãos de café.^{1,2} Portanto, o objetivo deste trabalho é avaliar os efeitos, nos grãos verdes de *Coffea arabica* L., cultivados em densidades de plantio com 10.000 (S10) e 6.000 (S6) plantas por ha⁻¹ e colhidos em três períodos de maturação (junho-H1, julho-H2 e agosto-H3), a partir das impressões digitais espectrais NIR. Como estratégia, os espectros NIR (*Near-infrared*) foram obtidos a partir de um planejamento estatístico de misturas (etanol-*e*, diclorometano-*d* e acetona-*a*) e explorados pela análise de componentes principais (ACP). ANOVA-Análise Simultânea de Componentes (ASCA) foi aplicada para avaliar a significância dos efeitos dos fatores agrônômicos.

Resultados e Discussão

Os dados espectrais NIR foram pré-tratados aplicando a 1ª derivada com filtro *Savitzky Golay* (polinômio de 2ª ordem e tamanho da janela de 15 pontos), e então centrados na média. A ACP permitiu observar que os extratos de café obtidos pelas misturas *ed*, *eda* e acetona pura, foram promissores na separação dos grãos cultivados e colhidos em diferentes condições de manejo agrônômico. Portanto, oito replicatas de cada uma das seis condições (S10H1, S10H2, S10H3, S6H1, S6H2 e S6H3) foram feitas em cada solvente selecionado.

Para a aplicação do ASCA os experimentos foram executados seguindo um planejamento experimental de dois fatores: densidade de

plantio (2 níveis - S10 e S6) e tempo de maturação das bagas (3 níveis - H1, H2 e H3). A tabela 1 mostra que os dois fatores agrônômicos apresentaram efeitos significativos em relação as mudanças espectrais NIR, bem como a interação entre eles ($p < 0,05$).

Tabela 1. Resultados ASCA.

	CP	Efeito (%)	<i>p</i> -value
Densidade de plantio	1	17,04	0.0001
Período maturação	2	31,86	0.0001
Interação	2	4,78	0.0002
Residual		46,32	

De acordo com os resultados ASCA, houve mudança química nos grãos de café devido à condição de plantio e tempo de duração da maturação das bagas de café, avaliados por meio das impressões digitais NIR.

Conclusões

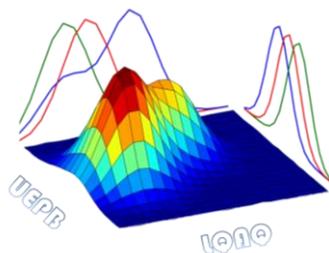
A exploração utilizando o planejamento estatístico de misturas, impressões digitais NIR e ACP indicaram os solventes mais promissores na separação de grãos de café devido às condições de manejo agrônômico. O ASCA permitiu avaliar a significância desses fatores.

Agradecimentos

Agradecimentos: CNPq (Processo: 151843/2019-8) e CAPES.

¹ Scholz, M.B. dos S.; Kitzberger, C.S.G.; Durand, N.; Rakocevic, M. Eur. Food Res. Technol, **2018**, 244, 1793.

² De Castro, R.D.; Marraccini, P. Brazilian J. Plant Physiol. 2006, 18, 175.



Estudo quimiométrico dos níveis atmosféricos de compostos odoríferos (H_2S e NH_3) em áreas próximas a rios urbanos poluídos na cidade de Salvador, Bahia

Raiane S. Alves¹ (IC), Lícia P.S. Cruz¹ (PQ)*, Franciele O. C. da Rocha¹ (PG), Mateus dos S. Moreira¹ (IC) *lila@ufba.br

¹Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Campus Universitário de Ondina, 40170290, Salvador- BA

Palavras-Chave: Compostos odoríferos, Rios Urbanos, Análise Multivariada

Introdução

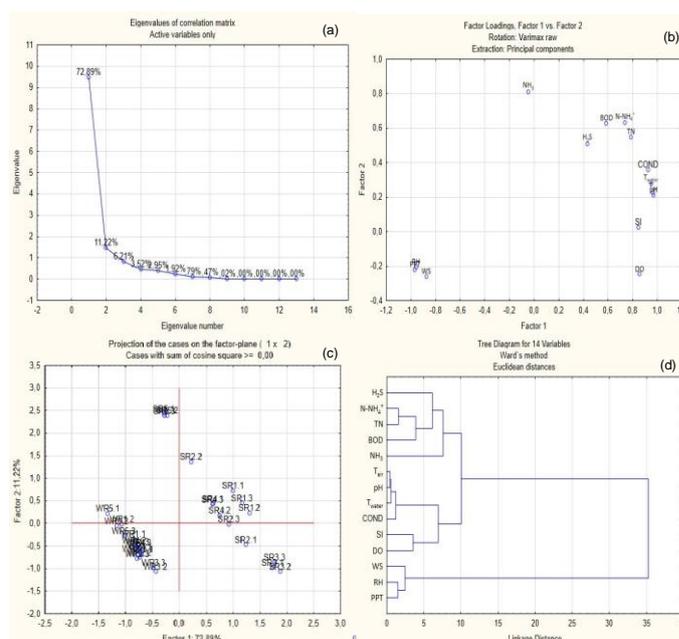
O despejo de esgotos domésticos sem tratamento ou tratamento ineficaz nos rios tem causando impactos negativos na qualidade das águas e também na qualidade do ar em escala local, contribuindo para às emissões de compostos odoríferos e efeitos na saúde humana¹. Este trabalho aplicou técnicas multivariadas para determinar as relações entre os compostos H_2S e NH_3 , e parâmetros meteorológicos e de qualidade da água em 5 locais próximos a rios poluídos pela descarga de esgotos domésticos na cidade de Salvador-BA, em 2 períodos de amostragem em 2019. A coleta de ar foi realizada por amostragem passiva e a quantificação de H_2S e NH_3 por espectrofotometria de absorção molecular.

Resultados e Discussão

Os dados foram submetidos à análise multivariada, aplicando PCA com rotação Varimax e HCA, usando o software *Statística 7.0*, e o pré-processamento utilizado foi o autoescalamento. As 2 primeiras PCs juntas explicaram 84,1% da variância total dos dados (Fig.1(a)). Analisando PC2, as variáveis que mais contribuíram para caracterizar as amostras foram NH_3 , $N-NH_4^+$, TN, BDO e H_2S (Fig.1(b)). BDO, $N-NH_4^+$ e TN estão fortemente relacionadas à presença de descargas de esgotos domésticos em ambientes aquáticos¹, justificando a correlação positiva desses parâmetros com NH_3 , e de H_2S com BDO, e também confirmando uma fonte comum de emissão, os rios urbanos poluídos. H_2S e NH_3 também estão positivamente correlacionados com T_{water} , pH, COND e T_{air} . Com a elevação de T_{water} e T_{air} , há também um aumento na evaporação desses compostos da superfície da água para o ar. A Fig. 1 (b) também mostra correlações negativas entre H_2S , NH_3 e PPT, RH, WS. Maiores valores de PPT e RH no inverno favoreceram a remoção H_2S e NH_3 da atmosfera, e o aumento de WS contribuiu para o transporte dos compostos para outros locais,

justificando estas correlações. Considerando PC1, observa-se uma tendência de separação das amostras em dois grupos, de acordo com o período sazonal ((Fig. 1 (c)). Através de HCA (Fig. 1 (d)), há formação de 4 grupos principais e os resultados concordam com PCA.

Figura 1. (a) Teste *Screen* para PCA; (b) Gráfico de pesos e (c) escores (PC1 x PC2) (d) dendrograma das variáveis



Nitrogênio amoniacal- $N-NH_4^+$, nitrogênio total- TN, oxigênio dissolvido - DO, demanda bioquímica de oxigênio- BDO, temperatura da água- T_{water} , condutividade - COND, velocidade do vento - WS, umidade relativa - RH, temperatura do ar - T_{air} , irradiação solar - SI e precipitação - PPT. Os locais de amostragem foram identificados como R1-R5, e as letras W e S usadas para inverno e primavera, respectivamente

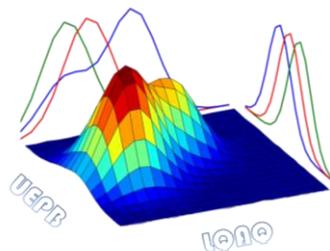
Conclusões

PCA e HCA confirmaram relações importantes entre H_2S e NH_3 , parâmetros de qualidade da água e parâmetros meteorológicos, mostrando a importância dos métodos quimiométricos na identificação de fontes de emissão e influência da sazonalidade nas concentrações de odores

Agradecimentos

FAPESB e CNPq

¹Wan Y. et al. Environ. Monit. Assess. 2014, 186, 6061.



Estudos de relações estrutura-retenção quantitativas (QSRR) envolvido na biodisponibilidade de compostos organossulfurados.

Daniela Andrea Ramirez^{1,2} (PG), María Fernanda Federici^{2,3} (IC), Jorgelina Cecilia Altamirano^{3,4} (PQ), Juan María Luco⁵ (PQ), Alejandra Beatriz Camargo^{*1,2} (PQ)

¹ Instituto de Biología Agrícola de Mendoza (IBAM), CONICET - Mendoza, Argentina; ² Facultad de Ciencias Agrarias, Universidad Nacional de Cuyo, Mendoza, Argentina; ³ Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad Nacional de Cuyo, Mendoza, Argentina; ⁴ Instituto Argentino de Nivología, Glaciología y Ciencias Ambientales (IANIGLA), CONICET - Mendoza, Argentina; ⁵ Área de Química Analítica, Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia, Universidad Nacional de San Luis, San Luis, Argentina

Palavras Chave: QSAR, biodisponibilidade, compostos organossulfurados,

Introdução

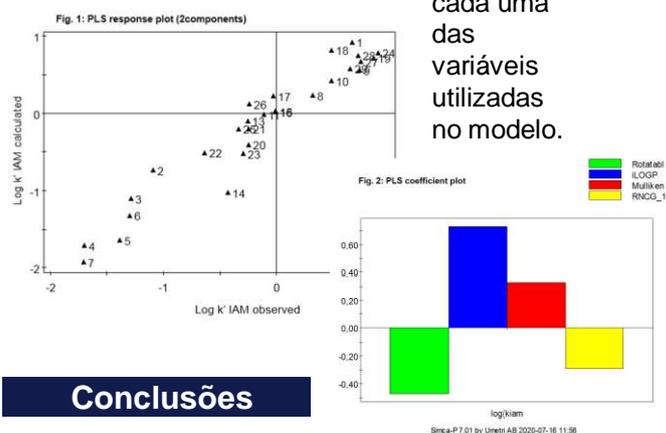
Diferentes métodos são usados para estudar a capacidade dos compostos bioativos de contornar as diferentes barreiras biológicas até atingir seus locais-alvo no corpo. A química analítica e medicinal fornece várias ferramentas experimentais e quimiométricas para abordar este estudo. A cromatografia baseada em coluna de membrana artificial imobilizada (IAM), apoiada pelo uso de métodos estatísticos, provou ser um modelo replicável de processos biológicos envolvido na biodisponibilidade de compostos orgânicos. Nesse contexto, o objetivo a ser desenvolvido é a construção de modelos quantitativos de relação atividade-retenção (QSRR) para estimar se as fases estacionárias biomiméticas constituem um modelo experimental adequado para o transporte passivo de compostos bioativos organossulfurados do alho através das membranas intestinais.

Resultados e Discussão

Em primeiro lugar, diferentes condições cromatográficas foram avaliadas para separar 28 compostos organossulfurados usando uma coluna de membrana artificial imobilizada. O fator de capacidade ($\log k'$ IAM) de cada composto foi então analisado. Para a descrição quantitativa das estruturas analisadas, parâmetros mecânicos quantitativos (PM3), lipofilicidade e diversos descritores geométricos e topológicos foram utilizados como variáveis descritivas. O modelo resultante consistiu em um PLS de dois componentes baseado em $\log k'$ iam e 4

descritores moleculares (PLS select). As estatísticas do modelo foram: $r = 0,933$ $Q = 0,889$. As figuras mostram aspectos do modelo desenvolvido. O gráfico de correlação dos dados de $\log k'$ IAM observados e os valores correspondentes calculados para o $\log k'$ IAM mostram boa qualidade de ajuste; e o outro gráfico mostra os coeficientes padronizados de

cada uma das variáveis utilizadas no modelo.

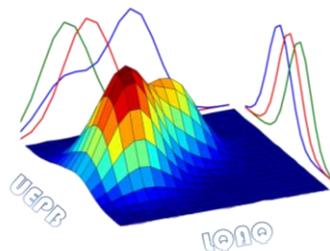


Conclusões

A lipofilicidade e a flexibilidade das moléculas desempenham um papel essencial na retenção das OSCs quando se utiliza uma fase estacionária de cadeias de fosfolípidios, o que indica que esses mesmos fatores estariam envolvidos na interação OSC-membrana celular durante a passagem passiva.

Agradecimentos

We would like to thank the financial support of CONICET, Universidad Nacional de Cuyo, and Universidad Nacional de San Luis.



Estudos quimiométricos na busca do látex de *Euphorbia umbellata* (Pax) Bruyns em amostras comerciais de “leite de janaguba” do Brasil

*Brendo A. Gomes¹ (PG), Mariana F. Campos¹ (PG), Yasmim S. Barros¹ (IC), Rafaela F. de Carvalho¹ (IC), Rosineide C. Simas² (PQ), Suzana G. Leitão¹ (PQ)

*E-mail para correspondência: brendoo.bc@ufrj.br

¹Laboratório de Fitoquímica e Farmacognosia, Departamento de Produtos Naturais e Alimentos, Faculdade de Farmácia, Centro de Ciências da Saúde – UFRJ;

²Laboratório de Cromatografia e Espectrometria de massas, Instituto de química – UFG.

Palavras Chave: preparações populares, automedicação, parametrização

Introdução

O “leite de janaguba” é uma preparação feita a partir da diluição do látex vegetal em água, comercializado para o tratamento de câncer. A origem botânica do látex pode estar associada a *Euphorbia umbellata* (Pax) Bruyns (Euphorbiaceae), cujas características químicas são incompatíveis com a indicação popular. Além disso, a eficácia e o potencial tóxico de tal prática são desconhecidos. Desta forma, foi objetivo utilizar ferramentas quimiométricas na parametrização do látex de *E. umbellata* e determinação do uso desta espécie em amostras comerciais de “leite de janaguba” de diferentes regiões do Brasil.

Resultados e Discussão

Dados físico-químicos foram analisados por ensaios exploratórios (PCA), os quais explicaram cerca de 80% da distribuição. Para o nordeste, massa do precipitado e massa seca total foram mais relevantes, enquanto no sudeste e referências pH e densidade. Os perfis apresentados se assemelham aos aspectos encontrados na literatura¹. As análises instrumentais por ATR-FTIR e UV-DAD em varredura PDA geraram conjuntos de dados complexos, devido ao modo e extensão da varredura utilizada. Após seleção de variáveis o novo conjunto de dados analisado explicou 98% da distribuição. As regiões de sinal permitem aventar a presença de grupos aromáticos, alcenos, aldeídos, aminas e amidas nas amostras^{2,3}. Os ensaios exploratórios dos 1000 íons mais intensos obtidos por DI-3DIT-MSⁿ, explicaram cerca de 65% da distribuição. Além disso, permitiram

aventar os 25 íons mais relevantes (*Vip score*) como possíveis marcadores de *E. umbellata*, já que as *m/z* se assemelham com alcanos e triterpenos encontrados na literatura^{4,5}. Nos ensaios de toxidez, o gráfico de *score plots* explica cerca de 99% da distribuição. Os ensaios explicitaram uma possível toxidez (IC₅₀ 100 µg/mL) elevada das amostras da região sudeste e de referência, corroborando com a literatura⁵. Em todos os ensaios houve a tendência em três agrupamentos: sudeste e referências; nordeste e norte.

Conclusões

Os aspectos visuais e os dados químicos, físico-químicos e biológicos enfatizam a heterogeneidade entre as amostras comerciais obtidas. Os ensaios quimiométricos permitiram separar as amostras de acordo com as regiões. As análises apoiam a sugestão de que *E. umbellata* está associada ao látex utilizado nas amostras da região sudeste, trazendo possíveis riscos aos consumidores.

Agradecimentos

Agradeço a FAPERJ, CNPq e CAPES pelo fomento e a equipe laboratorial pelo auxílio técnico teórico e prático para o desenvolvimento deste estudo.

¹Soares *et al.* *Braz. J. Med. Plant*, **2016**, 18, 2.

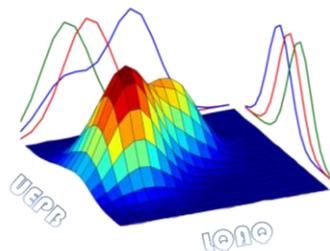
²Silverstein, *et al.* (2006) Editora LTC, 7ª edição, 530pp.

³Pavia, *et al.*, (2010) Cengage Learning, 4ª edição, 733pp.

⁴Deveci *et al.* *Intern. J. Second. Metab.*, **2018**, 5, 3.

⁵Kanunfre *et al.* *Braz. J. Pharmacog.*, **2017**, 27, 2.

⁶Cruz *et al.* *Braz. Chem. & Biod.*, **2020**, 17, 9.



FTIR-ATR and chemometric tools for the exploratory analysis of beer using liquid-liquid partition.

Wallace Martins Moreira^{*1,2}(PG); Benedito Roberto A Junior¹(PG); Luis Guillermo Cuadrado Durango¹(PG); Renato Lajarim Carneiro¹(PQ). wallace.moreira@ifma.edu.br.

1- Federal University of São Carlos-UFSCar, Department of Chemistry, Rodovia Washington Luís km 235, ZIP 13560-905, São Carlos-SP, Brazil.

2- Federal Institute of Education, Science and Technology of Maranhão-IFMA/ Açailândia Campus, Av Projetada, s/n, ZIP 65930-000, Açailândia-MA, Brazil.

Keywords: Beer, FTIR-ATR, Beer, Exploratory Analysis.

Introduction

Beer constitutes a complex mixture of various substances, such as water, malt, hops and yeast¹. In this sense, for nutritional reasons, is necessary to develop methods of analysis able to evaluate and guarantee the quality control of these products. Spectroscopy techniques associated to the chemometric tools and multivariate analysis has been widely employed for the identification process, adulteration, quality control in the most varied food matrices.

Thus, the aim of this work was to perform sample preparation, using liquid-liquid partition with ethyl acetate. The organics extracts were analyzed in spectrometer MIR-ATR, with a spectral range of 4000-650 cm^{-1} , with a resolution of 4 cm^{-1} and 32 scans. After measurements, Principal Component Analysis (PCA), was used to perform exploratory analysis employing different brands of beer available. Therefore, the present study can be considerable innovative for the exploratory analysis using minor components in beer eliminating the high amount of water present in these matrices.

Results and Discussion

The figure 1A shows the scores plot of the first and second (PC's) correspond to 57,51% of explained variance.

Insert Figure 1

In the analysis of the scores of figure 1A, it is possible to observe the formation of distinct groups of the beers. These grouping are resulting of the linear combinations of the

variables showing the similarity among the samples.

The separation of groups can be related to the physical-chemistry characteristics of the samples. It means that the variables related to the manufacture, such as fermentation time, maturation degree of the wort and storage can promote changes among the commercialized samples. The figure 1B, show the scores of the most consumed beer samples in Brazil differentiating them according to the brand, batches and brewery location. In the analysis of the clusters, the beers of different brands, but produced in the same brewery have a high correlation. When analyzing exclusively the individual brands, there is a tendency to separate batches of the same brand, except for batches 1 and 3 of brand J.

Conclusion

The MIR-ATR Spectroscopy, combined with exploratory analysis using PCA, is an effective tool in quality control into beer industry. Moreover, it allows assisting in the traceability of batches, what is important for information about the similarity and/or difference of the samples produced. Since the samples from the same batch presented good grouping patterns, which can contribute to the monitoring of internal quality control within of the company.

Acknowledgements

The authors would like to thank the CAPES, CNPq, FAPESP, FAI-UFSCar, PPGQ-UFSCar.

¹ Silva, G. A. da, Augusto, F. e Poppi, R. J. *Food Chemistry*, 2008, 111(4), 1057–1063.

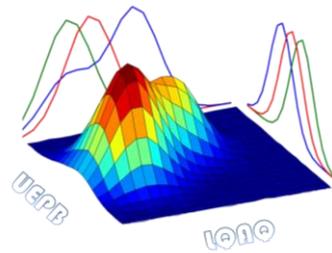
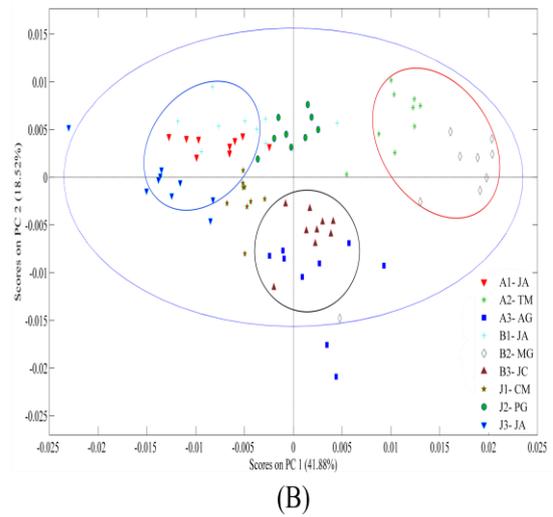
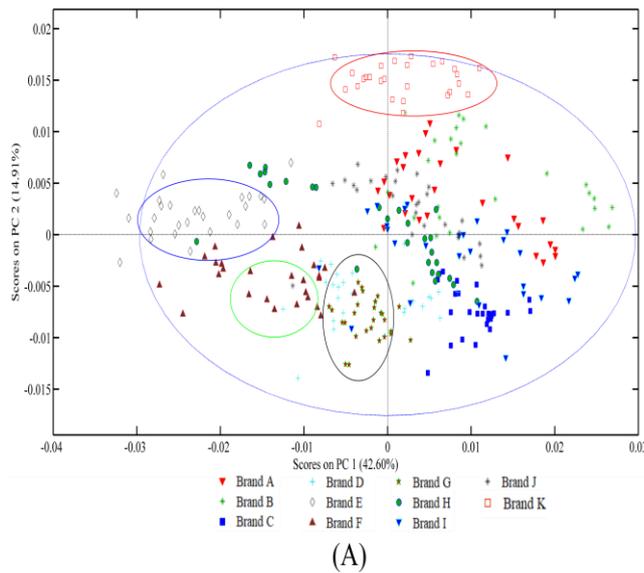
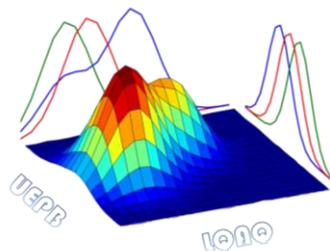


Figure 1- (A) Plot Scores of the PC 1 x PC 2 for all samples of beer analyzed; (B) Plot Scores of the PC1 x PC2 for the samples of most consumed beers in Brazil.





Fusão de dados de dispositivos de espectroscopia NMR de bancada usando ComDim para monitorar adulterações em diesel

Leticia M. Aguiar^{1*} (PG), Diego Galvan² (PQ), Jarbas José R. Rohwedder³ (PQ), Evandro Bona⁴ (PQ), Mario H. M. Killner¹ (PQ)

leticia.magalhaes@uel.br

¹Departamento de Química, Universidade Estadual de Londrina (UEL), Londrina, PR, Brasil.

²Núcleo de Análise de Alimentos, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

³Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, SP, Brasil.

⁴Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos (PPGTA), Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), Campo Mourão, PR, Brasil.

Palavras chaves: *ComDim, LDA, MLR.*

Introdução

As técnicas espectroscópicas como ressonância magnética nuclear de baixo campo (¹H LF-NMR) e no domínio de tempo (¹H TD-NMR) têm sido amplamente empregadas, por serem técnicas não destrutivas, simples, rápidas, de baixos custos e promissoras no setor de combustíveis para a identificação de adulterações e determinação de parâmetros de qualidade.¹ Esse trabalho propõe a fusão de dados de técnicas espectroscópicas NMR aliada a métodos quimiométricos para avaliar o parâmetros de controle de qualidade do diesel, através da análise exploratória ComDim, modelos de classificação ComDim-LDA e regressão ComDim-MLR para prever o teor de diesel, biodiesel e óleo vegetal nas misturas.

Resultados e Discussões

Um conjunto amostral de 117 amostras de diesel (S500 e S10) foram misturados e adulterados com proporções binárias e ternárias de biodiesel (sebo bovino e óleo de soja) e óleo vegetal (soja, canola e girassol). As proporções do diesel nas misturas variaram de 85 a 100% (v/v), enquanto as proporções do óleo vegetal e biodiesel foram de 0 a 15% (v/v). A fusão dos dados de TD-NMR e LF-NMR das amostras foi realizada através da análise multiblocos ComDim, na qual as quatro primeiras dimensões comuns continham uma variância acumulada de 99.62%. A CD1 foi predominada pelo TD-NMR com 83.16%, separando as amostras em dois grupos por

teores de enxofre, S500 e S10. A CD2 com 11.92% foi predominada pelo LF-NMR, também separando em dois grupos justificando o tipo de biodiesel utilizado. Na CD3 com 2.49%, agrupou informações similares, comprovando as adulterações com diferentes tipos de óleos vegetais. Posteriormente, os scores do ComDim foram usados como dados de entrada para a análise LDA e MLR, onde realizou-se a seleção das amostras de calibração (67%) e previsão (33%) pelo Kennard & Stone. A abordagem ComDim-LDA demonstrou que o modelo obteve uma classificação com 100% de acurácia, sensibilidade e especificidade para as quatro classes avaliadas. Enquanto, os três modelos ComDim-MLR apresentaram valores de RMSEP inferiores a 0.30% v/v, com altos valores de coeficientes de correlação próximos a 0.99. Além disso, os altos valores de RPD de predição foram superiores a 10, que indicam a qualidade dos modelos obtidos.

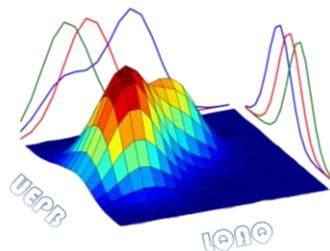
Conclusões

A fusão de dados obtidos pelos espectrômetros NMR demonstraram aptidão para classificar e quantificar amostras de diesel misturadas com biodiesel e adulteradas com óleo vegetal de maneira rápida, não destrutiva e sem preparo de amostras.

Agradecimentos

À Universidade Estadual de Londrina (UEL).

¹Aguiar, L. M.; Bona E.; Colgano, L. A.; Rohwedder, J. J. R. and Killner, M. H. M. *Fuel* 2020, 282, 118684.



GENOTIPAGEM NÃO-DESTRUTIVA DE CULTIVARES E LINHAGENS DE GERGELIM ATRAVÉS DA ESPECTROSCOPIA NIR E QUIMIOMETRIA

Francisco dos S. Panero (PG)^{1,3*}, João S. Panero (PQ)², Fernando S. . D. V. Faria (PQ)³, Pedro dos S. Panero (PQ)⁴, Anselmo F. R. Rodriguez(PQ)³

fspaneroit@yahoo.com.br

¹Chemistry Department, Federal University of Roraima, UFRR. ²Campus Boa vista, Federal Institute of Science and Technology of Roraima, IFRR.

³Biodiversity and Biotechnology Network of the Legal Amazon, Biotechnology Department, Federal University of Acre, UFAC.

⁴Campus Zona Oeste, Federal Institute of Science and Technology of Roraima, IFRR

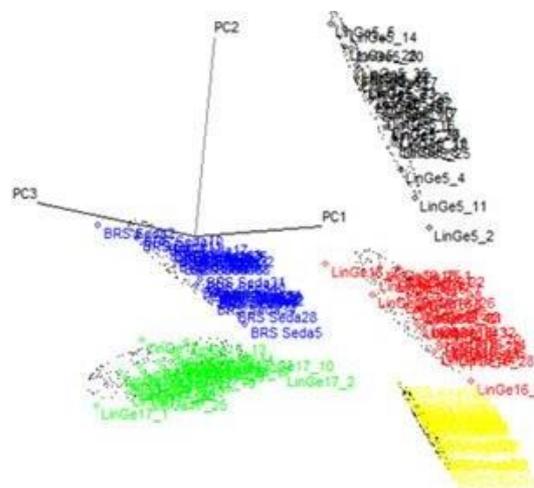
Palavras Chave: Infravermelho próximo, gergelim, quimiometria

Introdução

O gergelim (*Sesamum indicum* L.) é considerado a nona oleaginosa mais cultivada no mundo e uma oleaginosa de grande importância econômica. Pode ser usado nas indústrias de alimentos, química e farmacêutica. As sementes de gergelim possuem diversas variedades e cultivares, que possuem características para uma determinada necessidade, como: resistência a pragas e condições edafoclimáticas. Desta maneira, sempre existe o interesse por uma determinada variedade/cultivar ou marca tanto pela indústria quanto pelo consumidor. Uma cultivar deve possuir características próprias que a diferencie das demais já existentes e deve permanecer por sucessivas gerações. Cultivares melhoradas podem definir a produção e a produtividade de uma cultura. A correta discriminação, classificação e tipificação das plantas a partir de sementes e grãos é uma ferramenta relevante para o melhoramento e desenvolvimento de cultivares que atendam aos diversos agroecossistemas. Neste trabalho utilizaram-se a espectroscopia do infravermelho próximo (Near Infrared-NIR) e técnicas quimiométricas: PCA – Principal Component Analysis, HCA – Hierarchical Cluster Analysis, KNN- Kth Nearest Neighbor e SIMCA- Soft Independent Modeling of Class Analogy para desenvolver modelos de classificação de duas diferentes cultivares comerciais de gergelim BRS Anahí e BRS Seda e mais 3 diferentes linhagens.

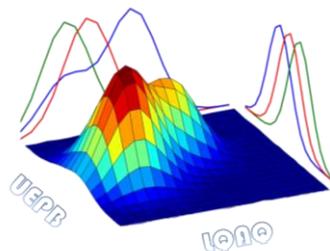
Resultados e Discussão

Figura 1. Gráfico tridimensional da PC1 vs PC2 vs PC3 da modelagem SIMCA aplicada nas 150 amostras do conjunto de calibração, utilizando espectros NIR.



Conclusões

Com base na aplicação das quimiométricas: PCA, HCA, SIMCA e KNN através dos espectros de infravermelho na região próximo foi possível realizar a fenotipagem de duas cultivares de gergelim (BRS Seda e BRS Anahí) e classificação destas cultivares com mais 3 diferentes linhagens de gergelim e obteve-se resultados 100% precisos.



Identificação da qualidade tecnológica de amêndoas de cacau utilizando a quimiometria

Acsa Santos Batista^{1(PG)*}, Mateus Pereira Flores Santos^{1(PG)}, Ivan Pereira de Oliveira^{2(PR)}, Leandro Soares Santos^{1(PR)}

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Itapetinga, Bahia, Brasil. ²Instituto Federal Baiano, Uruçuca, Bahia, Brasil. *acsang.alimentos@gmail.com.br

Palavras Chave: ACC, FTIR-ATR, HPLC.

Introdução

O cacau de alta qualidade, possui propriedades sensoriais de sabor, cor e aroma bem definidas. Esta qualidade está relacionada com as boas práticas agrícolas e o correto beneficiamento das amêndoas, desde a colheita até o armazenamento. Assim, há uma necessidade de desenvolver métodos rápidos para diferenciar amostras de acordo com sua qualidade^{1,2}. Objetivou-se classificar amêndoas de cacau em relação a qualidade tecnológica utilizando dados cromatográficos e espectroscópicos no infravermelho médio por meio de Análise de Correlações Canônicas.

Resultados e Discussão

Os picos resultantes das vibrações dos grupos funcionais das amêndoas de cacau representam os compostos antioxidantes presentes nesta matéria-prima. Observa-se a formação de grupos distintos das amêndoas de cacau (Figura 1), sendo que as amostras com índice de FTIR positivo podem ser classificadas como sendo de qualidade superior, ou seja, o beneficiamento foi realizado de forma adequada e as amêndoas possuem características desejáveis (menor acidez, adstringência devido ao menor teor de epicatequina, catequina, teobromina e cafeína) para serem utilizadas no desenvolvimento de chocolates de qualidade. Enquanto que valores abaixo desse índice indica que a amostra possui baixo índice de fermentação (maior teor de compostos fenólicos), sendo classificadas como de qualidade inferior para utilização industrial. Essa diferenciação indica que houve uma boa correlação entre as variáveis obtidas no FTIR-ATR com as constituintes catequina, cafeína, teobromina e epicatequina obtidos por cromatografia.

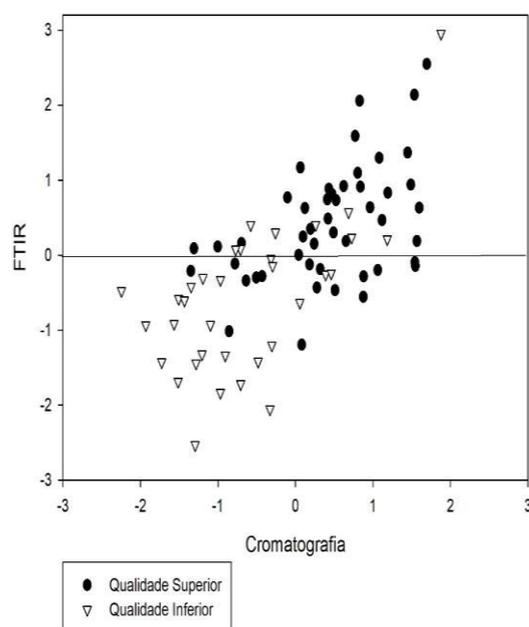


Figura 1. Correlação canônica entre dados obtidos por FTIR-ATR e HPLC de amêndoas de cacau.

Conclusões

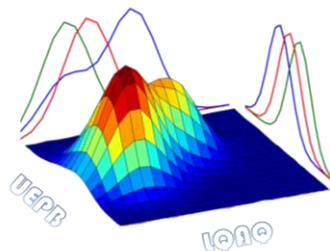
Conclui-se que é possível prever a qualidade tecnológica de amêndoas de cacau utilizando a espectroscopia associada a análise de correlação canônica.

Agradecimentos

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

¹ Hue, C.; Gunata, Z.; Bergounhou, A.; Assemat, S.; Boulanger, R.; Sauvage, F. X.; Davrieux, F. *Food Chem.*, **2014**, 148, 240.

² Cambrai, A.; Marchioni, E.; Julien-david, D.; Marcic, C. *Food Anal. Methods*, **2016**, 10, 1991.



Identificação de adulteração em azeites de oliva usando análise termogravimétrica e quimiometria.

Anna Luiza B. Brito (PQ)¹, David D. S. Fernandes (PQ)², Mario C.U. Araújo (PQ)², Samuel A. A. Sousa (PQ)¹, Liliana F. B. L. Pontes (PQ)^{2*}

¹Universidade Federal do Piauí, Teresina – Piauí – Brasil.

²Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa – Paraíba – Brasil.

Palavras Chave: Azeite de oliva, Classificação DD-SIMCA e OC-PLS.

Introdução

O consumo de azeite de oliva tem aumentado nos últimos anos devido aos seus benefícios à saúde e por proporcionar maior sabor aos alimentos [1]. O alto valor agregado do azeite o torna alvo de adulterações, sendo a maneira mais habitual a adição de outros óleos vegetais de menor valor comercial ou mistura com outras categorias de azeite de oliva de menor qualidade [1]. A análise termogravimétrica (TGA) tem se destacado como uma alternativa viável no monitoramento da qualidade de diversos produtos. Essa técnica apresenta vantagens como, quantidade reduzida de amostra, ausência de solventes e de resíduos químicos. Neste trabalho, um total de 45 amostras de azeites e óleos comestíveis foram utilizadas. O conjunto de dados foi composto por 5 amostras de azeite de oliva puro (classe alvo) e 40 azeites de oliva adulterados binariamente com óleos comestíveis de soja, milho, girassol e canola na faixa de 2,5 a 22,5% (m m⁻¹). Os termogramas foram obtidos utilizando um equipamento de análise térmica TGA 50 da Shimadzu, com razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹ numa faixa de temperatura de 30 a 600 °C, sob atmosfera de nitrogênio com vazão de 50 mL min⁻¹. Para os modelos foram empregadas as técnicas de reconhecimento de padrão em que apenas a classe alvo (azeite puro) é modelada usando os algoritmos escritos em MatLab DD-SIMCA (*Data driven – Soft independent modelling of class analogies*) e OC-PLS (*One-class – Partial least squares*)

Resultados e Discussão

A Tabela 1 apresenta os resultados dos classificadores para identificação de adulteração dos azeites em termos de taxas de precisão, sensibilidade e especificidade.

Tabela 1. Valores das taxas de sensibilidade, especificidade e precisão (em %) para DD-SIMCA e OC-PLS nos conjuntos de treinamento e teste.

Pré-processamento	DD-SIMCA				
	PCs	Sens	Esp	Prec	
Normalização	Treinamento	2	100	-	100
	Teste	-	-	97,5	97,5
	OC-PLS				
		LVs	Sens	Esp	Prec
Treinamento	3	100	-	100	
Teste	-	-	85,0	85,0	

* Sens: sensibilidade, Esp: especificidade e Prec: precisão

O algoritmo DD-SIMCA usou 2 PC's para classificar corretamente todas as 5 amostras de azeite de oliva puro (classe alvo) do conjunto de treinamento. Contudo, no conjunto de teste um falso positivo foi observado, resultando em taxas de precisão e especificidade de 97,5%. Para OC-PLS, apesar dos bons resultados encontrados para o conjunto de treinamento, o conjunto de teste apresentou taxas de precisão e especificidade de 85,0 %.

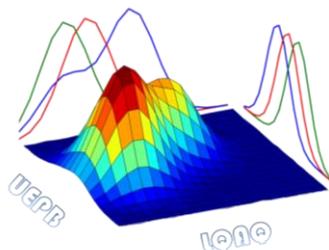
Conclusões

O uso da análise termogravimétrica acoplado ao DD-SIMCA demonstrou ser uma metodologia eficiente, apropriada e de baixo custo para monitorar a adulteração de azeites de oliva.

Agradecimentos

CNPq, INCTAA (PD - DCR: 313059/2019-5) e PQ e ao NUQAAPE/FACEPE.

¹ Milanez, K. D. T. M. and Pontes, M. J. C. *Anal. Methods*, 2014



Identificação de compostos bioativos em extratos de seda de milho por HPLC-QTOF-MS utilizando análises estatísticas multivariadas

Natan R. S. da Hora¹ (PG), Victor D. A. da Silva² (PQ), Silvia L. Costa² (PQ), Leonardo Zambotti-Villela³ (PQ), Pio Colepicolo³ (PQ), Caline G. Ferraz¹ (PQ), Paulo R. Ribeiro^{1,*} (PQ)

*pauloribeiro@ufba.br

¹Metabolomics Research Group, Departamento de Química Orgânica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Salvador, Brasil

²Laboratório de Neuroquímica e Biologia Celular, Departamento de Bioquímica e Biofísica, Instituto de Ciências da Saúde, Universidade Federal da Bahia, Salvador, Brasil

³Departamento de Bioquímica, Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil

Palavras Chave: *metabolômica; quimiometria, Zea mays L*

Introdução

A seda do milho (*Zea mays* L.) é amplamente utilizada na medicina popular para tratar diversas enfermidades. Este trabalho teve como objetivo utilizar análises estatísticas multivariadas para correlacionar o perfil químico por HPLC-QTOF-MS com as atividades antioxidante, antimicrobiana e citotóxica de extratos da seda do milho.

Resultados e Discussão

Neste estudo, utilizou-se amostras de seda de milho *in natura* coletadas em dois estágios de desenvolvimento reprodutivo, além de uma amostra comercializada em lojas de produtos naturais. Os extratos foram obtidos por maceração em hexano, acetato de etila e etanol. A atividade antioxidante (CE₅₀) variou de 77.44 µg.mL⁻¹ para o extrato em etanol até 950.32 µg.mL⁻¹ para o extrato em hexano. Apenas os extratos obtidos em acetato de etila (500 µg.mL⁻¹) e em etanol (500 µg.mL⁻¹) apresentaram atividade antibacteriana frente *Bacillus subtilis* e *Pseudomonas aeruginosa*. Em contrapartida, apenas o extrato em acetato de etila apresentou atividade citotóxica contra células tumorais de glioma murino.

O perfil químico dos extratos foi determinado por cromatografia líquida de alta performance acoplada à espectrometria de massas de alta resolução (HPLC-QTOF-MS). Dezoito metabólitos foram identificados, dentre

estes três ácidos graxos, um tio éter, um alcaloide, uma lignana, um diterpenoide, dois esteroides, um carboidrato, duas piperidinas, o ácido cinâmico, uma saponina triterpenoide e um estilbenoide.

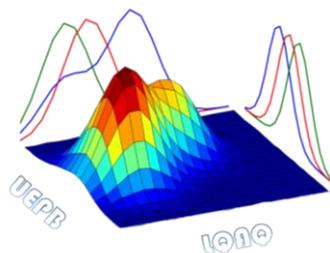
A Análise Parcial Discriminante de Mínimos Quadrados (PLS-DA) foi capaz de discriminar a natureza das amostras (*in natura* vs comerciais) e o efeito do solvente no perfil químico dos extratos. Os extratos obtidos em acetato de etila e etanol apresentaram agrupamento entre si, e uma notável separação daqueles obtidos em hexano. Esta separação mostra que a composição química dos extratos está correlacionada com as atividades biológicas testadas, uma vez que estes extratos foram os mais ativos. Os principais metabólitos associados com as diferentes atividades biológicas foram o aloperine, 1-cinamoilpiperidina, 7- (metiltio)-heptanenitrilo, notoginsenosídeo R10, sinapoylspermine e yamoloside B.

Conclusões

Análises quimiométricas permitiram identificar metabólitos bioativos em extratos da seda de milho que podem ser utilizados para o desenvolvimento de novos fármacos devido às atividades biológicas apresentadas.

Agradecimentos

O apoio financeiro foi fornecido pela UFBA, CNPq, FAPESB e CAPES.



Identificação de manchas de sangue em diferentes substratos empregando equipamento nir portátil e modelo hierárquico

Aline C. S. Fonseca¹ (PG), José Francielson Q. Pereira ²(PQ), Ricardo S. Honorato (PQ), M. Fernanda Pimentel³ (PQ)

¹: Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Química Fundamental, Recife, PE, Brasil

² Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Eng. Química, Recife, PE, Brasil

³:Polícia Federal – PE, Brasil.

Palavras Chave: Infravermelho próximo; classificação; espectrômetro portátil; análise de componentes principais, identificação de sangue.

Introdução

Um dos tipos de evidência mais importantes em uma investigação criminal são vestígios de sangue humano. Os métodos atualmente utilizados para identificá-las em cenas de crime podem apresentar falsos positivos devido a contaminações ambientais por diversos produtos industrializados e naturais. Pereira *et al.*¹ publicaram um trabalho utilizando um espectrômetro portátil de infravermelho próximo para identificação de manchas de sangue em diferentes substratos. Modelos de classificação SIMCA e PLS-DA para cada substrato separadamente foram construídos. Dando continuidade a nesse estudo, o presente trabalho teve o intuito de criar um modelo único para identificar manchas de sangue humano em 9 substratos (5 cerâmicas e 4 porcelanatos). Assim, foram coletadas amostras de sangue humano (20 doadores), sangue animal (4 animais) e falsos positivos comuns (7 produtos vermelhos). Um modelo hierárquico foi criado com duas regras de decisão para separar primeiro as amostras de sangue e, em seguida, as amostras de sangue humano.

Resultados e Discussão

O espectrofotômetro MicroNir 1700 (Viavi) foi utilizado para coletar 986 espectros das manchas depositas nos substratos, após 3 dias de secagem. Foram testados diferentes pré-processamentos. O melhor resultado foi obtido usando a 1ª Derivada com suavização de 15 pontos e polinômio do 2º grau. Os conjuntos de treinamento e validação externa (VE) foram compostos por 757 e 229 espectros, respectivamente. A primeira regra de decisão do modelo hierárquico (Fig.1) visou a separação das amostras de sangue das amostras de falsos positivos comuns. Para

isso, foi usado um modelo de Análise de Componentes Principais (PCA) apenas com as amostras de sangue, e o critério escolhido para separar as amostras de falsos positivos foi o Q-Residual. Espectros com $q > 1.5$ não passavam para a etapa seguinte e foram classificados como "não-sangue" (NB). Para a segunda regra, também foi utilizado um modelo PCA, construído apenas com os espectros de sangue humano, e o critério utilizado foi, novamente, Q-Residual ($q < 1.15$), assim as amostras de sangue humano foram classificadas como sangue humano (HB), e as demais como sangue animal (AB).

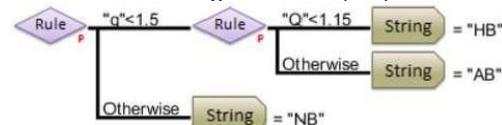


Figura 1. Modelo Hierárquico

Para o conjunto de validação externa o modelo classificou corretamente 100% das amostras de sangue humano, 78% das amostras de sangue animal e 100% das amostras de falsos positivos comuns, apresentando um resultado de 100% de sensibilidade e 92% de especificidade para a classe sangue humano.

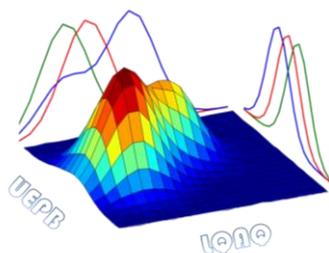
Conclusões

Os resultados mostram que o modelo hierárquico apresentou uma excelente performance uma vez que não houve falsos negativos e a especificidade foi próxima de 1.

Agradecimentos

NUQAPE, NEQUIFOR, INCTAA, CNPq, FACEPE, CAPES.

¹J. F. Q. Pereira, C. S. Silva, M. J. L. Vieira, M. F. Pimentel, A. Braz, and R. S. Honorato, *Microchem. J.*, vol. 133, pp. 561–566, 2017.



Identificação de Origem de amêndoas de cacau produzidas no Sul da Bahia utilizando a quimiometria

Acса Santos Batista^{1(PG)*}, Ivan Pereira de Oliveira^{2(PR)}, Leandro Soares Santos^{1(PR)}

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Itapetinga, Bahia, Brasil. ²Instituto Federal Baiano, Uruçuca, Bahia, Brasil. *acsaeng.alimentos@gmail.com.br

Palavras Chave: ACP, FTIR-ATR, multivariada.

Introdução

O cacauero é uma cultura que encontrou condições ambientais apropriadas para seu desenvolvimento na Bahia, sendo um importante negócio para a economia das regiões produtoras. A Identificação de Origem tem sido utilizada como uma maneira de diferenciar e assegurar qualidade sensorial e nutricional de amêndoas de cacau, além de contribuir para o crescimento da região e melhoria no padrão de vida dos produtores e trabalhadores que beneficiam esta matéria-prima¹. Objetivou-se avaliar dados espectroscópicos no infravermelho médio aliado a análise estatística multivariada para identificação de origem de amêndoas produzidas na Bahia.

Resultados e Discussão

Os resultados mostram que, pela ACP, foi possível separar as amostras de acordo com a sua região, sendo que para observação da dispersão das amostras foram utilizados os CP's 1 e 2 que representam 52,44% e 33,25%, respectivamente, de explicação da variância dos dados. Observou-se a formação de grupos distintos para cada região e apesar das amostras do Baixo Sul se dividirem em dois grupos, pôde-se observar a forma compactada de cada um deles, evidenciando que uma região pode apresentar amêndoas com características distintas.

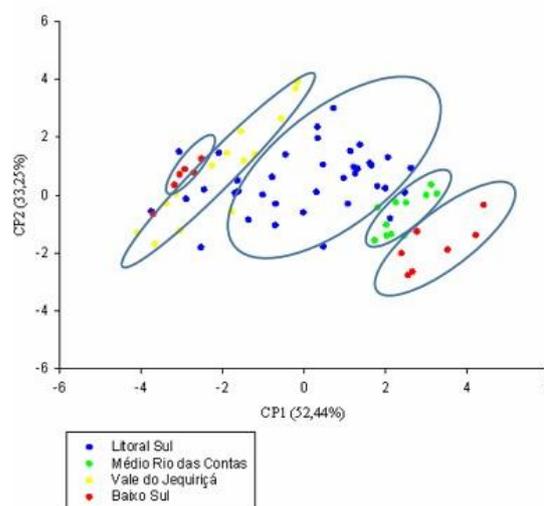


Figura 1. Gráfico de dispersão das amêndoas de cacau de diferentes regiões do Sul da Bahia.

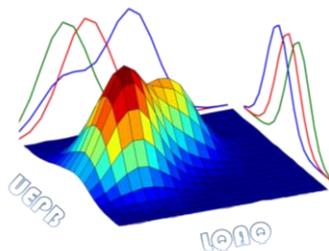
Conclusões

A Espectroscopia no infravermelho médio fornece dados que aliado a análise estatística multivariada permite observar a separação das amêndoas produzidas nas diferentes regiões produtoras de cacau na Bahia.

Agradecimentos

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior.

¹Cambrai, A.; Marchioni, E.; Julien-david, D.; Marcic, C. *Food Anal. Methods*, 2016, 10, 1991.



Identificação de origem geográfica de pimenta-do-reino através da composição do óleo essencial e composição elementar

Luiza V. Vieira (PG)^{1*}, Maria Eduarda M. Juvenato (IC)¹, Maiara Krause (PG)¹, Otávio A. Heringer (PR)², Juliano S. Ribeiro (PQ)³, Geisamanda P. Brandão (PQ)¹, Ricardo M. Kuster (PQ)¹, Maria Tereza W. D. Carneiro (PQ)¹

luizavalli@hotmail.com

¹Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo

²Departamento de Pesquisa e Desenvolvimento – Tommasi Ambiental

³Instituto Federal do Espírito Santo (IFES) – Campus Vila Velha, Brazil

Palavras-Chave: Pimenta-do-reino, óleo essencial, composição elementar

Introdução

Nos últimos anos, a autenticação geográfica de diferentes agro-produtos ganhou uma crescente atenção como garantia de qualidade e segurança alimentar.¹ A pimenta-do-reino é uma das especiarias mais consumidas e comercializadas no mundo.² E atualmente o Brasil é um dos maiores produtores mundiais dessa especiaria, sendo o estado do Espírito Santo (ES) ficando em primeiro lugar em nível nacional de produção. Assim compreender os perfis multielementar e dos compostos presentes no óleo essencial pode ser uma ferramenta útil em determinar as origens geográficas das pimenta-do-reino produzidas.

Resultados e Discussão

As amostras do ES foram coletadas em produtores locais, já as amostras de outras localidades foram obtidas em estabelecimentos comerciais e os rótulos de cada uma dessas amostras garantem o cultivo nas regiões mencionadas, a saber: Malásia, Índia, Vietnã, Indonésia e Equador. Um total de 54 amostras foram analisadas. Os dados obtidos foram autoescalados e uma Análise de Componentes Principais (PCA) foi usada como método exploratório. Quando necessário, a seleção das variáveis dessas análises foi realizada visualmente e utilizando o algoritmo OPS. Em relação a composição elementar (Fig. 1), as duas primeiras componentes principais (PC1 e PC2) explicaram 70,73% da

variância dos dados. A partir da análise observamos que existe uma tendência para separação das amostras do ES com as demais localidades. E em relação a composição do óleo essencial (Fig. 2), as PC1 e PC2 explicaram 74,32% da variância dos dados e, também, foi possível observar uma tendência para separação das amostras do ES com as demais localidades.

Conclusões

Os resultados obtidos utilizando análise de componentes principais evidenciaram que os perfis multielementar e perfil do óleo essencial podem ser uma ferramenta útil para determinar as origens geográficas das pimentas-do-reino. Sendo possível distinguir as amostras locais das amostras importadas.

Agradecimentos

CAPES, FAPES, PPGQUI-UFES, LabPetro/UFES, TOMMASI AMBIENTAL, LEA (Laboratório de Espectrometria Atômica).

¹DION M.A.M. LUYKX. An overview of analytical methods for determining the geographical origin of food products. Food Chemistry, v. 107, n. 1, p. 897–911, 2008.

²NAIR, KP. Agronomy and Economy of Black Pepper and Cardamom: The "king" and "queen" of Spices. Elsevier, 2011.

³IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Levantamento sistemático da produção agrícola, 2017. from <https://sidra.ibge.gov.br/tabela/6588>

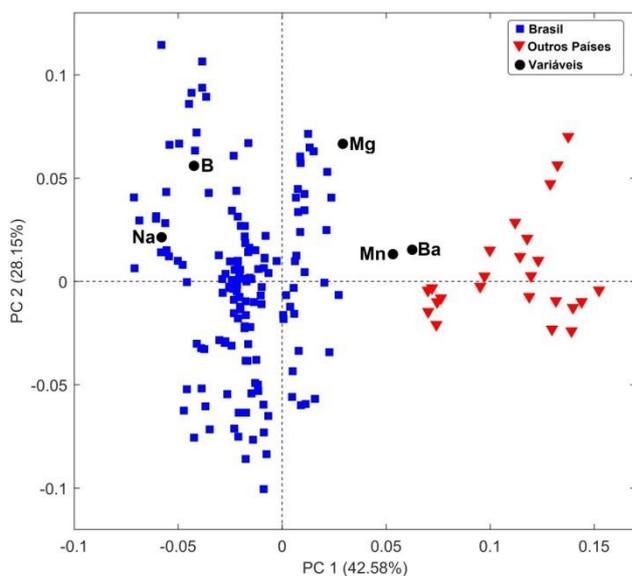
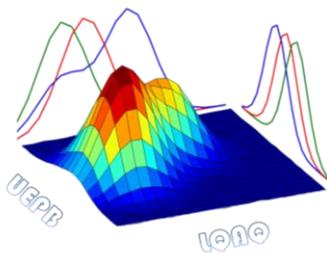


Figure 1. Gráfico de Scores e Loadings para avaliação elementar quanto à origem da amostra (Brasil e Outros países).

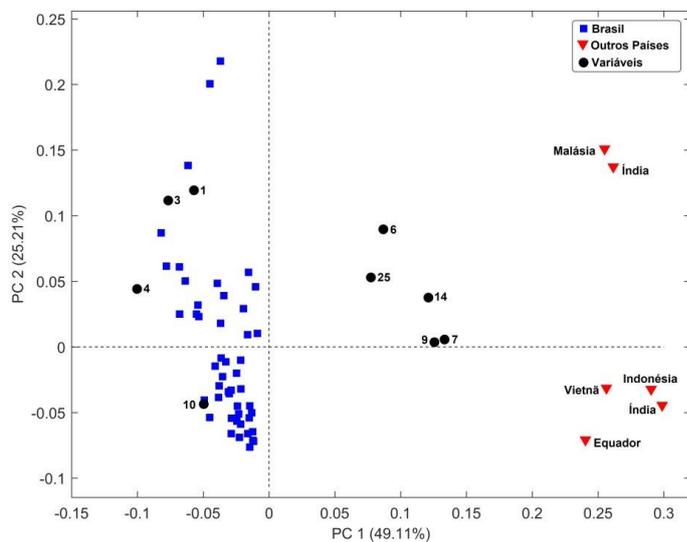
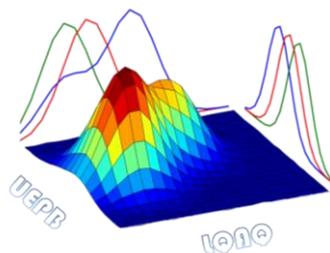


Figure 2. Gráfico de Scores e Loadings para avaliação do perfil do óleo essencial quanto à origem da amostra (Brasil e Outros países).



Identification of chemical compounds present in the essential oil of *Humulus lupulus* L., cv. Columbus improved by Principal Component Analysis

Vanessa Neres Santana^{1*} (PG), Djalma Menezes de Oliveira¹ (PQ), Cleber Galvão Novaes¹ (PQ), Baraquizio Braga do Nascimento Junior¹ (PQ). *nsnessa@hotmail.com

1- Department of Science and Technology, State University of Southwest Bahia - UESB, Jequié Campus, Bahia, Brazil

Introduction

Humulus lupulus Linnaeus, popularly known as hops, presents in de cones (female strobile) significant amounts of lupulin glands, responsible for secreting and accumulating essential oils, resins and polyphenols of chemical and commercial importance.¹ This work aimed to trace the volatile profile of the essential oil of the Columbus variety, extracted from flower cones of hops specimens grown in Brazil and pellets from the USA. Chemical parameters examined by Principal Component Analysis (PCA) allowed assessing and better expose their differences and similarities.

Results and Discussion

Gas chromatography (CG-FID) techniques applied in four samples of hop essential oil allowed the identification of 78 chemical constituents. The PCA analysis allowed us to verify that the first PC represents 48.92 % of the data variance; the second PC represented 26.29 % and 15.51 % for PC-3. The score graph showed the distinction and similarity between the samples. The loading plot showed the variables responsible for distinguishing between the samples (Figure 1). The chemical characterization of the samples is strongly related to geography, soil type, climate, time of harvest and storage. In addition to the chemical composition, the evaluation extended to biological activities potential, through the methods DPPH, ABTS⁺ and total reducers; as well as, the antimicrobial activity through the assay of the inhibition of the growth of microorganisms and evaluation essential oil acute toxicity.

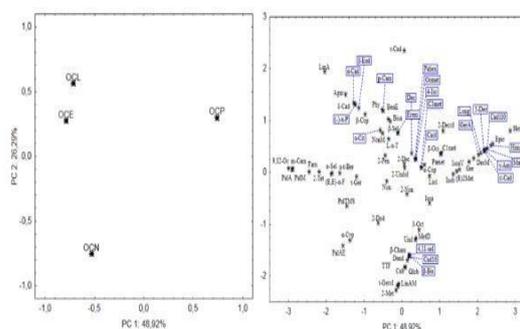


Figure 1. (A) Scores graph and (B) Loading graph. Legend: OCN: oil extracted from fresh flower cones; OCL: oil extracted from the cones of the previously freeze-dried flower (OCL); OCE: oil extracted from flower cones prior dried in an oven (OCE); OCP: oil extracted from pellets from the USA.

Conclusions

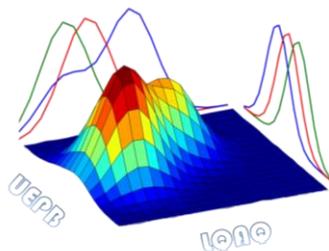
The PCA method made it possible to accurately identify the differences between the profiles of volatile constituents of hop Columbus variety cropped Brazil with those from the USA. Also, the potentials of utility and applications of the Brazil grown Columbus variety essential oil were verified, both in the brewing industry and mainly in the pharmacological area.

Agradecimentos

CAPES, FAPESB, PGQUI e UESB pelo apoio financeiro.

¹ Yan, D., Wong, Y. F., Shellie, R. A., Marriott, P. J., Whittock, S. P., & Koutoulis, A. *Food Chem.*, **2019**, 275, 15–23.

² Almaguer, C., Schonberger, C., Gastl, M., Arendt E. K., Becker, T.; *Inst. Brew.*, **2014**, 120-289.



Identification of coriander oil adulteration using a portable NIR spectrometer

Karine Cristine Kaufmann^{1*(PG)}, Klicia Araujo Sampaio^{1(PQ)}, Douglas Fernandes Barbin^{1(PQ)}

¹Department of Food Engineering FEA-UNICAMP

*karinekaufmann1@gmail.com

Palavras Chave: *chemometrics, adulteration, oil*

Introduction

Coriander oil is extracted from coriander seeds mainly in the Mediterranean region. Crude oil, extracted by cold pressing has approximately 70% of petroselinic acid in its composition, which is a positional isomer of oleic acid due to its structure formed by two double bonds, in position 6,7. Despite the molecular similarities, they have different chemical properties, making this potential fatty acid useful in the chemical industry. Due to its characteristics and added value, crude coriander oil may become the target of adulteration with other vegetable oils of lower value. Thus, the study of tools to identify changes in this matrix is desirable. The objective of this work is to use a low cost NIR equipment to identify and quantify the adulteration of coriander oil with other oils of lower value.

Results and Discussion

PCA analysis (Fig. 1) demonstrates the difference in spectral information of pure oil samples. Supervised classification models and multivariate calibration allowed distinguishing pure oil samples from adulterated coriander samples. LDA supervised models with stepwise variable selection differentiated pure coriander oil samples, pure soybean oil and palm oil samples and the differentiation from 3% adulterant of coriander oil samples

adulterated with palm olein and soybean oil with 100% accuracy Table (1, 2). It was possible to observe that calibration curves using coriander oil adulterated with soybean oil obtained a higher $R^2_{\text{pred}} = 0.99$ when compared to PLS models built with coriander oil adulterated with palm oil $R^2_{\text{pred}} = 0.86$. These results demonstrate that although the supervised methods are able to distinguish between pure and adulterated samples, variations in the amount of adulterant makes it more difficult to detect as the fatty acid composition of the oil used as source of adulteration is similar to the fatty acid composition of coriander oil..

Conclusion

These results demonstrate that a low-cost NIR equipment to identify adulteration of coriander oil is promising and can be adopted to assess the quality and authenticity of edible vegetable oils.

Acknowledgment

To CNPq for the scholarship granted.

¹BASRI, K. N. et al. Classification and quantification of palm oil adulteration via portable NIR spectroscopy. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 173, p. 335–342, 2017.

²DELBEKE, E. I. P. et al. Petroselinic acid purification and its use for the fermentation of new sophorolipids. **AMB Express**, 2016.

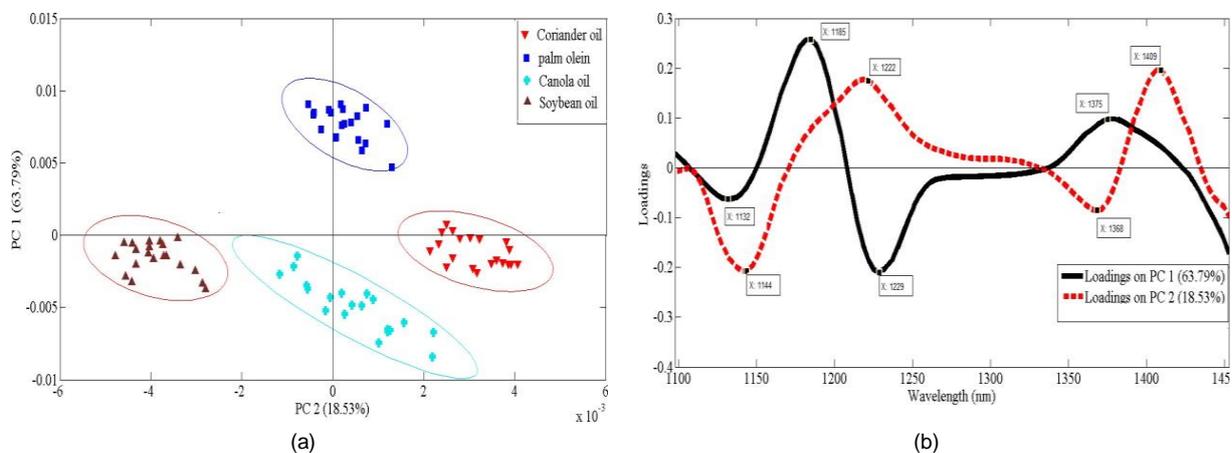
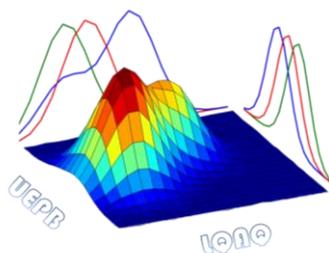


Figure 1. Principal Component Analysis (PCA) for pure oils. (a) Scores (b) Loadings

Table 1. LDA prediction, for the coriander-olein matrix using stepwise.

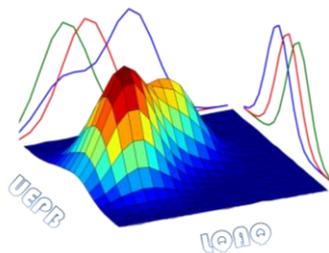
Sample	Coriander	olein-3%	olein-10%	olein-70%	Olein
Coriander	5	0	0	0	0
olein- 3%	0	5	0	0	0
olein-10%	0	0	5	0	0
olein-70%	0	0	0	5	0
olein	0	0	0	0	5
Total	5	5	5	5	5

Merit Figure					
Selectivity	100%	100%	100%	100%	100%
Sensitivity	100%	100%	100%	100%	100%
Accuracy	100%				

Table 2. LDA prediction, for the coriander-soybean matrix using stepwise.

Sample	Coriander	soybean -3%	soybean -10%	soybean -70%	soybean
Coriander	5	0	0	0	0
soybean - 3%	0	5	0	0	0
soybean -10%	0	0	5	0	0
soybean -70%	0	0	0	5	0
soybean	0	0	0	0	5
Total	5	5	5	5	5

Merit Figure					
Seletivity	100%	100%	100%	100%	100%
Sensitivity	100%	100%	100%	100%	100%
Accuracy	100%				



Interpretação de resultados físico-químicos e intenção de compra utilizando análise multivariada

Glenda Antonia da Rocha Neves^{1*} (PG), Gabriel Cabral da Fonseca² (IC), Marilene Silva Oliveira² (PQ), Bruna Maria Andrade Braga² (IC), Leticia Fleury Viana² (PQ), Márcio Caliar³ (PQ).

^{1*} Universidade Federal de Goiás (UFG) - neves.gar@gmail.com;

² Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde;

³ Escola de Agronomia e Engenharia de Alimentos, UFG.

Palavras Chave: *Intenção de compra, ACP, MPIE.*

Introdução

A intenção de compra é frequentemente utilizada nas pesquisas com desenvolvimento de produtos dentro da ciência e tecnologia de alimentos(1); no entanto, poucos trabalhos utilizam este parâmetro em análises multivariadas. Já a avaliação da informação sobre os benefícios do consumo de produtos tem demonstrado boa correlação com a aceitação em provadores não treinados(2). A Análise de Componentes Principais (ACP) é geralmente utilizada para correlacionar resultados de parâmetros físico-químicos, podendo adicionar variáveis suplementares na análise e o Mapa Interno de Preferência (MPIE) deriva da ACP, porém, utiliza-se de características sensoriais como variável ativa e dados de parâmetros físico-químicos como variável complementar(3). Diante disto, neste trabalho buscou-se correlacionar a intenção de compra com provadores informados ou não sobre os benefícios da bebida na saúde, com os parâmetros de acidez, sacarose e açúcares totais em 5 formulações de bebidas mista contendo 15mL de vinagre em 100mL de água de coco (AG), suco de uva (SU) e de maçã (SM) em diferentes proporções: V1: 32/32/22; V2: 8/51/25; V3: 25/51/8; V4: 42/8/34; V5: 8/42/34 mL, respectivamente para AG, SU e SM. Utilizou-se o pacote estatístico Xlstat(4) para realização das análises. Esta pesquisa foi aprovada pelo comitê de ética do IF Goiano (n° 26392219.7.0000.0036).

Resultados e Discussão

Conforme observa-se nas figuras 1 e 2, a intenção de compra foi mais relacionada para o parâmetro de acidez, sendo o grupo informado (ICMinf), mais afetado. Este comportamento foi observado em uma pesquisa anterior(2). As duas análises realizadas apresentaram os resultados parecidos, e na análise MPIE é possível visualizar o posicionamento da amostra V2 mais próxima do grupo informado. No entanto, os valores de representação demonstram que a ACP apresentou 99,55% nas dimensões F1 e F2, enquanto que o MPIE apresentou apenas 57,9%. Neste sentido, apesar da possibilidade de visualizar os consumidores de forma individual na MPIE, o melhor resultado pode ser observado na ACP(3), para este conjunto de dados analisados.

Conclusões

A informação sobre os benefícios na saúde influenciou na intenção de compra de consumidores de bebida mista contendo vinagre e os conjuntos de dados analisados foram melhor representados pela ACP.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES, CNPq, IF Goiano e UFG.

¹ Dalastra, V.; Southier, N.; Moser, C. S.; Dalastra, J.; Lima, C.S.M. Braz. J. of Dev. **2019**, 5, 8975.

² Dantas, M.I.S.; Deliza, R.; Minim, V.P.R.; Hedderley, D. Ciênc. Tecnol. Aliment. **2005**, 25, 762.

³ Dutcosky, S.D. Análise sensorial de alimentos. 5th ed.

⁴ ADDINSOFT SARL. software, Addinsoft. Paris, France; 2020.

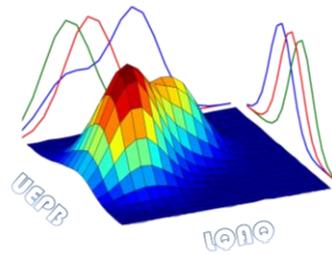


Figura 1. Análise de componentes principais usando a intenção de compra como variável suplementar.

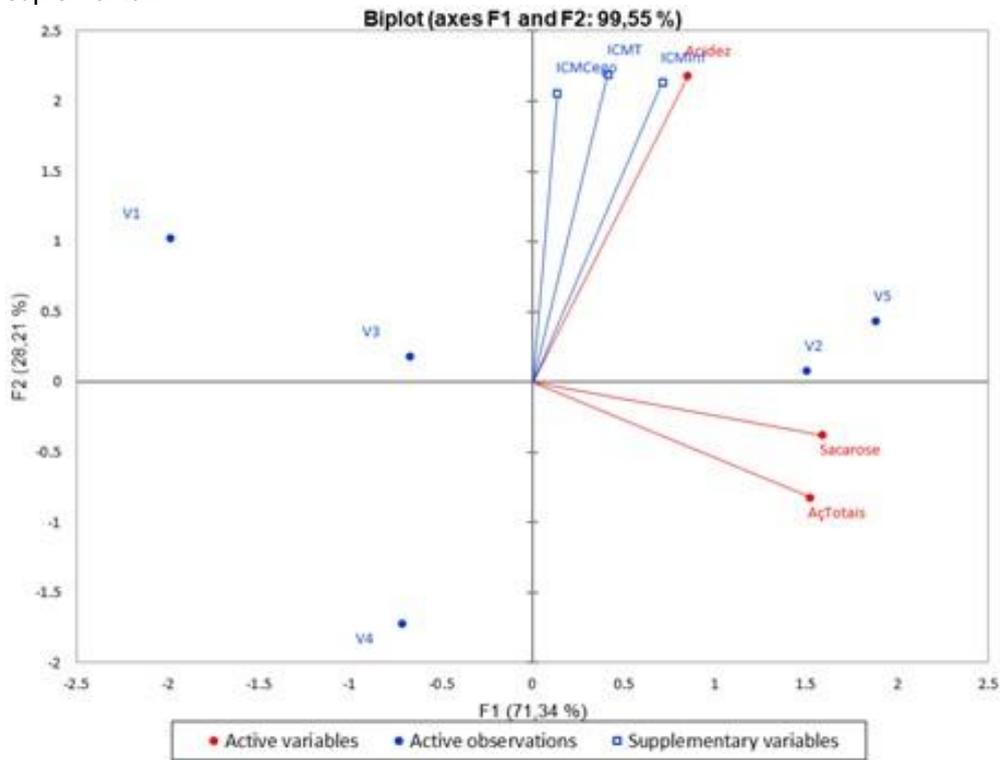
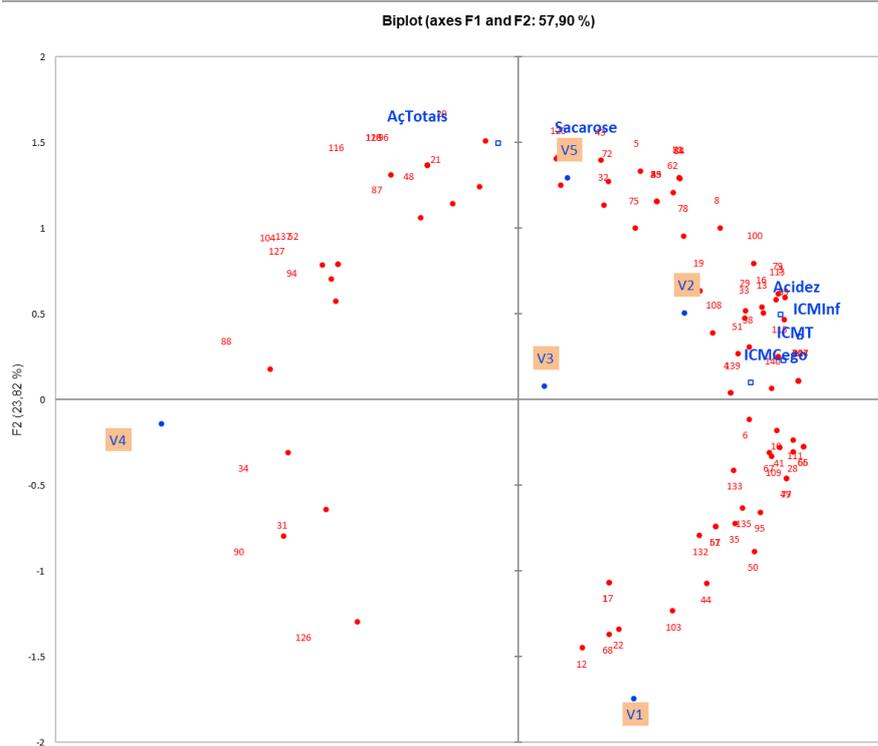
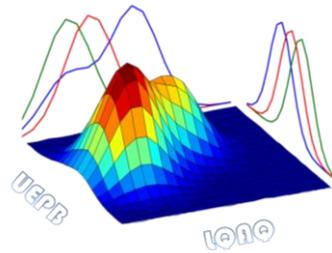


Figura 2. Mapa interno de preferência usando acidez e açúcares como variáveis suplementares.





Leite materno: um estudo de 'shelf life' através de espectroscopia NIR e quimiometria

Vanessa Jorge dos Santos¹ (PG), Jesuí Vergílio Visentainer¹ (PQ), Michel Rocha Baqueta² (PG), Paulo Henrique Marçó² (PQ), Patrícia Valderrama² (PQ).

patriciav@utfpr.edu.br

¹Universidade Estadual de Maringá, 87020-900, Maringá – PR, Brasil.

²Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 87301-899, Campo Mourão – PR, Brasil.

Palavras Chave: Colostro, Transição, Maduro, MCR-ALS, PCA.

Introdução

O leite humano (LH) é um biofluido inimitável, produzido nas glândulas mamárias da nutriz, adequado para os recém-nascidos, por possuir nutrientes completos e em quantidades equilibradas que promovem a sobrevivência e o desenvolvimento saudável.¹ As diferentes fases de lactação (colostro, transição e maduro) proporcionam uma variação da composição do LH, e por suas particularidades, apresentam funções específicas aos bebês. A maioria dos bancos de leite humano (BLH) empregam a pasteurização para inativar vírus, bactérias e microrganismos patogênicos, bem como para aumentar o tempo de uso do LH para seis meses.² Ainda, controvérsias na literatura apontam para alterações nutricionais decorrente de processamento térmico.^{3,4} Objetivando investigar esse 'shelf life' um estudo foi conduzido pelo período de um ano através da espectroscopia na região do infravermelho próximo (NIR), análise de componentes principais (PCA) e resolução multivariada de curvas com mínimos quadrados alternantes (MCR-ALS).

Resultados e Discussão

Foram investigados leite materno cru e pasteurizado das fases colostro, transição e maduro de 3 diferentes doadoras. As amostras permaneceram congeladas em freezer e espectros NIR foram coletados nos tempos 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, 120, 150, 180, 210, 240, 270, 300, 330 e 360 dias. Nestes tempos, os lipídios totais foram

também determinados. O trabalho foi aprovado por comitê de ética em pesquisa (2.797.476). Os resultados do PCA e do MCR-ALS mostram uma alteração nas amostras das três fases de lactação, na forma cru ou pasteurizada após o sexto mês de congelamento.

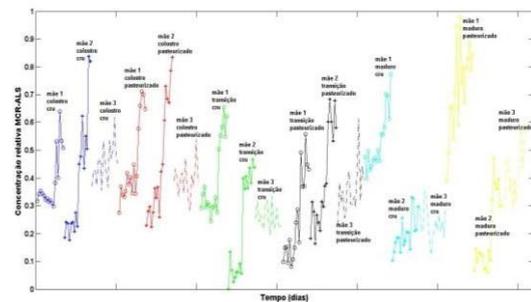


Figura 1. Resultados MCR-ALS.

Conclusões

Os resultados apontam para uma mudança no leite humano após uma média de 6 meses de armazenamento. Essa mudança ocorre nas três fases do leite humano, nos estados cru e pasteurizado.

Agradecimentos

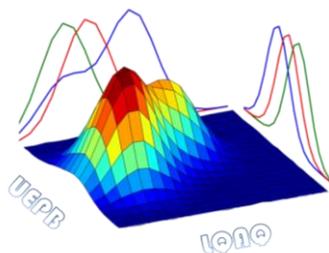
CAPES, CNPq, Fundação Araucária CAMulti-CM, UTFPR

¹Tu, A.; Ma, Q.; Baim H.; Du, Z. *Food Chem.* **2017**, 221, 555.

²Ballard, O.; Morrow, A. L. *Pediatr. Clin. North Am.* **2013**, 60, 49.

³Hartmann, B. T. *Semin. Perinatol.* **2019**, 43, 151157.

⁴Peila, C.; Moro, G. E.; Bertino, E.; Cavallarini, L.; Giribaldi, M.; Giuliani, F.; Cresi, F.; Coscia, A. *Nutrients* **2016**, 8, 477.



Métodos de reconhecimento de padrões não supervisionados aplicados ao estudo da origem geográfica de erva-mate (*Ilex paraguariensis* st. Hill).

Sheila Oliveira (PG)^{1*}, Frederico L. F. Soares (PQ)¹, Poliana M. dos Santos (PQ)² Noemi Nagata (PQ)¹

*sheila.oliveira@ufpr.br

¹Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná, 81531-980 Curitiba - PR, Brasil

²Departamento de Química, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 80230-901 Curitiba - PR, Brasil

Palavras Chave: Análise Exploratória, NIR, Erva-mate.

Introdução

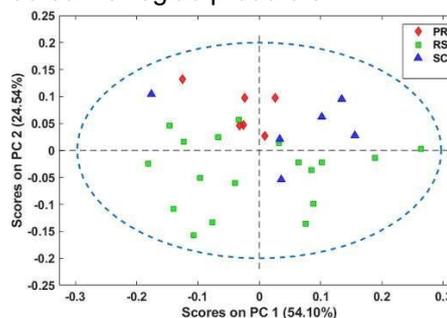
A produção e o consumo de derivados da erva-mate estão atrelados a tradição e a história da região Sul do Brasil¹, como é o caso da cidade de São Mateus do Sul - PR que no ano de 2018 recebeu o selo de Indicação de Procedência (IG-Mathe)² para seus produtos. Desde então, iniciou-se o desenvolvimento de estratégias analíticas que possibilitem a classificação das amostras certificadas baseada na composição química das mesmas. Portanto, nesse estudo foi avaliada a potencialidade da associação entre as técnicas espectroscópicas e análise multivariada (PCA e HCA) para a discriminação das amostras de acordo com sua origem geográfica.

Resultados e Discussão

Os espectros obtidos na análise direta de 30 amostras de erva-mate (trituradas e peneiradas em malha 50 mesh) por meio da técnica DRIFT – NIR (Vertex 70-Bruker) foram submetidos a etapa de pré-processamento (Dados centrados na média e MSC) a fim de corrigir efeitos de espalhamento. Em seguida, PCA e HCA foram aplicadas na avaliação de similaridades e agrupamentos. Na PCA, as duas primeiras PC's descrevem 78,68% da variação presente nos dados e resultam em uma tendência de separação das amostras de acordo com a região produtora. A maior parte das amostras provindas do RS (■) se encontra localizada no quadrante negativo de PC2, enquanto que as produzidas em SC (▲) e no PR (◆) se encontram no quadrante positivo da mesma PC. É possível observar a proximidade entre as amostras produzidas no PR (incluindo São Mateus do Sul) e também das amostras

produzidas em SC, com exceção de uma amostra de cada estado. Tal comportamento pode ser explicado pelo fato de que a amostra do PR é a única do tipo exportação, possuindo cor bastante distinta das demais. No caso da amostra de SC, foi possível observar que a mesma possuía uma quantidade elevada de talos em sua composição, o que pode ter afetado o espectro. Os *loadings* da PC2 indicaram a região espectral referente a bandas de combinação e aos primeiros sobretons (4000-6000 cm⁻¹) como as principais responsáveis pelo agrupamento das amostras.

Figura 1. Scores PC1xPC2: distribuição de acordo com a região produtora.



As tendências observadas através da PCA foram confirmadas pela HCA.

Conclusões

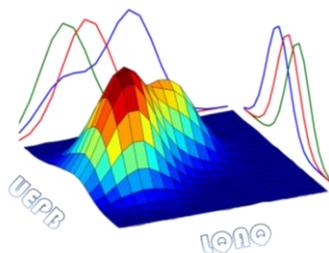
A análise exploratória efetuada por meio da PCA e da HCA indica a potencialidade da associação entre a espectroscopia NIR e a Quimiometria em diferenciar amostras de erva-mate produzidas em regiões distintas.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES e à UFPR.

¹Heck, C. I.; Mejia, E.G. *J. Food. Sci.* **2007**, *9*, 72.

²INPI. *Guia básico de indicação geográfica.* **2018**.



Modelos de regressão multivariada para a predição do rendimento de bio-óleo de pirólise a partir da composição de biomassa e das variáveis do processo

Raquel E. Guedes^a (PG), Aderval S. Luna^a (PQ), Alexandre R. Torres^b (PQ)

^aUniversidade do Estado do Rio de Janeiro, Rua São Francisco Xavier, 524, Maracanã, Rio de Janeiro, RJ 20550-013, Brasil

^bUniversidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Tecnologia, Rodovia Presidente Dutra Km 298, Resende, Rio de Janeiro 27537-000, Brasil

Palavras Chave: *Regressão multivariada, pirólise, Cubist*

Introdução

Foram avaliados modelos de regressão multivariados para a predição do rendimento de bio-óleo em função da composição da biomassa e variáveis do processo, em particular, para o reator na configuração de leito fixo.

As variáveis analisadas neste estudo foram: temperatura; vazão de gás; tamanho de partícula; taxa de aquecimento; tempo de operação e composição da biomassa, tais como, teor de umidade, teor de voláteis, teor de carbono fixo, teor de cinza, teor de celulose, teor de lignina, teor de hemicelulose e composição elementar.

Os modelos utilizados foram regressão linear múltipla (RLM), k- vizinhos mais próximos (k-NN), Máquinas de vetores de suporte (SVM) - função de base radial e função polinomial, Regressão Adaptativa Multivariada por Partes (MARS), Rede neural artificial (ANN), Árvore de regressão (CART), Floresta Aleatória (RF), *Gradient Boosting Machine* (GBM) e Cubist.

Resultados e Discussão

A regressão multivariada foi realizada na plataforma R usando a interface RStudio¹. Na análise exploratória foram removidas as variáveis teor de carbono fixo e teor de oxigênio, por apresentarem forte correlação com teor de voláteis e teor de carbono, respectivamente. Além disso, foram removidas as observações contendo valores faltantes. Realizou-se a centralização na média, escalonamento, transformação Box-Cox, para induzir à normalidade e aplicação do sinal espacial, para o tratamento dos outliers presentes, que foram mantidos na esfera multidimensional. O banco de dados resultante

da análise exploratória, com 80 amostras, foi dividido em dados de treinamento (75%) e validação (25%) utilizando o algoritmo de Kennard-Stone. A Tabela 1 mostra as figuras de mérito dos modelos empregados neste trabalho, ou seja, raiz do erro quadrático médio (RMSE), coeficiente de determinação (R^2) e erro absoluto médio (MAE).

Tabela 1. Figuras de mérito.

Método	RMSE	R^2	MAE
CART	0,089	0,925	0,067
ANN	0,080	0,946	0,069
RLM	0,078	0,950	0,067
MARS	0,052	0,973	0,043
GBM	0,050	0,967	0,045
RF	0,049	0,976	0,043
SVM-Polinomial	0,043	0,983	0,036
k-NN	0,038	0,983	0,028
SVM Radial	0,031	0,991	0,024
Cubist	0,023	0,994	0,018

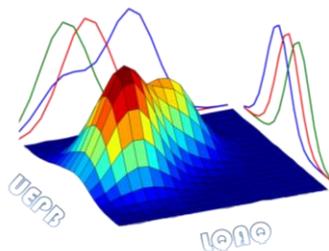
O modelo Cubist apresentou a melhor performance de ajuste, com um menor RMSE (0,023), menor MAE (0,018) e maior coeficiente de determinação de 0,994.

A análise da importância das variáveis para o modelo Cubist mostrou que a taxa de aquecimento é o fator de maior importância para estimar o rendimento de bio-óleo no processo de pirólise em reator de leito fixo.

Conclusões

O método Cubist, mostrou-se ser uma ferramenta valiosa com desempenho superior aos demais modelos avaliados.

¹ R.C. Team, R: A Language and Environment for Statistical Computing, (2017) (<https://www.r-project.org/>).



Modelos one class e outlier artificial na identificação de adulteração em azeite

Márcia H. C. Nascimento^{1,2} (PG)*, Flávia Tosato¹ (PG), Gabriely S. Folli¹ (PG), Layla P. Santos¹ (PG), Francine D. dos Santos¹ (PG), Ellisson H. de Paulo¹ (PQ), Wanderson Romão^{1,3} (PQ), Paulo R. Filgueiras¹ (PQ).

marcia.cassago@gmail.com

¹Núcleo de Competências em Química do Petróleo - NCQP, Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo, Av. Fernando Ferrari, 514, CEP: 29075-910, Vitória, Espírito Santo, Brasil.

²Instituto Federal do Espírito Santo (IFES), Av. Vitória, 1729, Jucutuquara, Vitória, 29040-780, Espírito Santo, Brasil.

³Instituto Federal do Espírito Santo (IFES), Av. Ministro Salgado Filho, Soteco, Vila Velha, 29106-010, Espírito Santo, Brasil.

Palavras-Chave: Controle de qualidade, classificação one-class, azeite.

Introdução

Azeite extra-virgem tem sido alvo de adulteração pelas suas características e sua ampla utilização gastronômica. A qualidade do azeite pode ser testada por meio de várias técnicas analíticas.^{1,2} Entretanto, a espectroscopia infravermelho próximo (NIR) associada a diferentes métodos quimiométricos tem se mostrado eficiente para identificar adulterações.¹ Neste trabalho, verificamos a associação de modelos *one class* e geração de *outlier* com o uso de equipamento NIR portátil para identificação de adulteração.

Resultados e Discussão

44 espectros NIR de amostras de azeite extra-virgem e misturas binárias de variedades de azeite foram pré-processados (Figura 1) e utilizadas em modelos *one class*, com e sem geração de *outliers* artificiais. Destes, 26 compuseram o conjunto de treinamento e 18 o de validação, juntamente com 68 espectros de adulterações simuladas com diferentes concentrações de óleos vegetais e 4 espectros de amostras comerciais de óleos compostos.

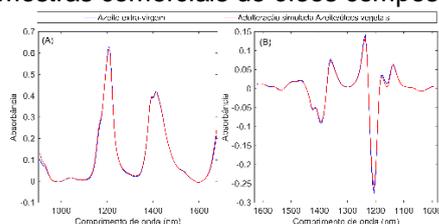


Figura 1. Espectro médios de conjunto de dados. (A) Espectros originais; (B) Espectros pré-tratados: variação normal de sinal (SNV) + segunda derivada (janela 9 pontos, polinômio segundo grau).

Todos os modelos apresentaram desempenho satisfatório (Tabela 1), sugerindo que a técnica é eficiente para identificar variações em caso de adulterações com diferentes tipos de óleos vegetais (girassol, milho, soja e canola).

Tabela 1. Performance modelos para a classe-alvo RF, DD-SIMCA, SIMCA, UNEQ com geração de outlier e sem geração de outlier * – pré-processamento: SNV + segunda derivada

Modelos	Sens	Spec	PVP	PVN	EX
OCRf	94,4	98,6	94,4	98,6	97,7
DD-SIMCA	94,4	100	100	98,6	98,8
SIMCA	94,4	100	100	98,6	98,8
UNEQ	72,2	98,6	92,8	93,4	93,3
RF*	100	97,2	94,7	100	98,1
DD-SIMCA*	88,8	100	100	97,3	97,7
SIMCA*	94,4	91,6	85	97,0	92,5
UNEQ*	100	97,2	94,7	100	98,1

VP=Verdadeiro Positivo; VN=Verdadeiro Negativo; FP=Falso Positivo; FN=Falso Negativo; Sens=Sensibilidade; Spec=Especificidade; PPV=Prevalência de valor positivo; Prevalência de valor negativo; EX=Exatidão; * Modelos sem geração de outlier artificial.

Conclusões

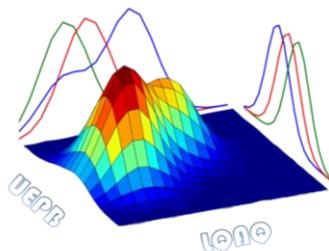
Houve ganho na geração de outliers, com aumento de sensibilidade e de exatidão, para os modelos pelo método data-driven Simca (DD-SIMCA). O método de RF mostrou desempenho equivalente aos demais modelos.

Agradecimentos

FAPES, CAPES e LabPetro-UFES.

¹ Li, X.; Zhang, L.; Zhang, Y. et al., *Trends in Food Science & Technology*. **2020**, 101, 172-181.

² Bajoub, A.; Medina-Rodriguez, S.; Gómez-Romero, M. *Food Chemistry*. **2017**, 215, 245-255.



Multi-level Data Fusion Strategies for Modeling Three-way Electrophoresis Capillary and Fluorescence Arrays Enhancing Classification of Wines

Rocío Ríos-Reina^{1(PQ)}, Silvana M. Azcarate^{2(PQ)*}, José M. Camiña^{2(PQ)}, Héctor C. Goicoechea^{3(PQ)}

*silvanaazcarate@gmail.com

¹ Área de Nutrición y Bromatología, Fac. Farmacia, Univ. Sevilla, C/P. García González no. 2, E-41012 Sevilla, Spain.

² Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad Nacional de La Pampa-CONICET, and Instituto de Ciencias de la Tierra y Ambientales de La Pampa (INCITAP), Av. Uruguay 151 (6300) Santa Rosa, La Pampa, Argentina.

³ Laboratorio de Desarrollo Analítico y Quimiometría (LADAQ), Cátedra de Química Analítica I, Facultad de Bioquímica y Ciencias Biológicas, Universidad Nacional del Litoral-CONICET, Ciudad Universitaria, Santa Fe (S3000ZAA), Argentina.

Keywords: Three-way data classification, Data fusion.

Introduction

Over the years, analytical methods and data analysis tools commonly used in food quality and process control had to be re-evaluated and modified to fit these new tasks. In this progression of gathering more and better information, the multivariate statistical analysis of fused data has become a powerful tool for enhancing the reliability of the results¹. Being the key point how the information sources can be combined to provide the joint classification prediction of the samples, three levels of data fusion (DF) have been reported². The aim of this work was to develop multiple strategies to assess the three DF levels on two second-order arrays, with different data complexity, in order to know the correlation and analogy between both information sources for twofold classification purposes. Thus, the challenge consisted in finding the optimal combination of data preprocessing, fused data and data modeling that would provide the best results.

Results and Discussion

The focus was put on the development of models able to distinguish among thirty-nine white wines of three different grape varieties with geographical indication (GI) from the four main wine production regions of Argentina [26]. For that, fluorescence excitation–emission matrix spectroscopy (EEM), and capillary

electrophoresis with diode array detector (CE-DAD) were applied as non-target analysis in order to acquire a fingerprint to characterize the wines. Multi-levels data fusion strategies on three-way data were evaluated and compared revealing their advantages/disadvantages in the classification context. Straightforward approaches based on a series of data preprocessing and feature extraction steps were developed for each studied level. The data analysis workflow developed in this study is schematized in Fig. 1. In general terms, it includes: 1) building separate classification models on data obtained from the individual analytical techniques by applying 3 different approaches; and 2) building classification multiplatform models by applying different DF strategies: low-level DF, mid-level DF and high-level DF (assessing different approaches). Then, all the classification models obtained were assessed and compared. Partial least square discriminant analysis (PLS-DA) and its multi-way extension (NPLS-DA) were applied to CE-DAD, EEM and fused data matrices structured as two-way and three-way arrays, respectively. Classification results achieved on each model were evaluated through global indices such as average sensitivity non-error rate and average precision. Different degrees of improvement were observed comparing the fused matrix results with those obtained using a single one.

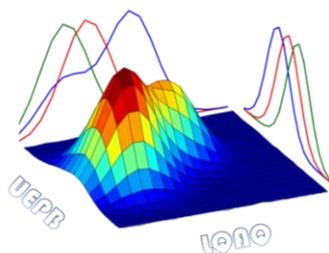
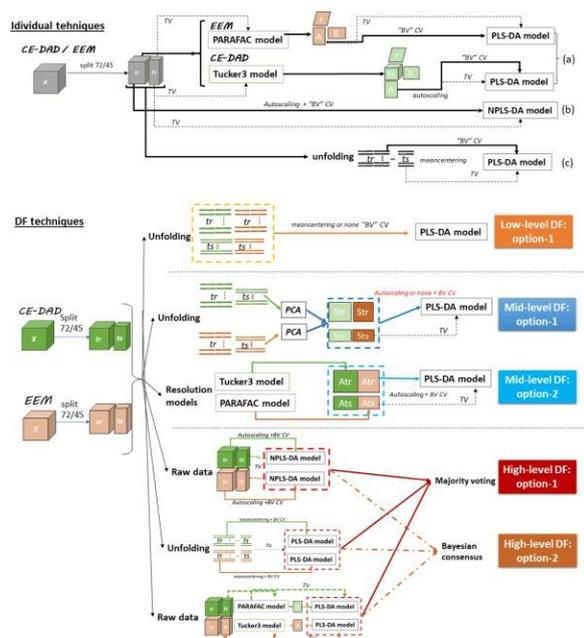


Figura 1. Schematic representation of data analysis workflow.



	DATA STRUCTURE	NER (PRED)	PREC (PRED)	
EEM	Unfolded data	54.2	60.4	
	Three-way data	51.4	47.9	
	3-factors PARAFAC scores	88.9	70.8	
CE-DAD	Unfolded data	34.7	27.9	
	Three-way data	56.9	50.8	
	Tucker3 scores	54.2	51.7	
EEM-CE-DAD	Low-level	Opt. 1	87.5	85.7
		Opt. 2	87.5	85.0
	Mid-level	Opt. 1	79.2	65.5
		Opt. 2	87.5	85.0
	High-level	Bayesian consensus	84.4	100.0
			91.7	86.7
		Majority voting	13.6	85.0
			25.0	55.9
		35.1	46.3	

According to geographical origin the model acquired from PLS-DA on the PARAFAC factors on individual EEM array was the optimal reaching the highest rate of well-classified samples in the prediction set. Then, the results obtained from low-level DF approach showed relevant improvements in comparison with the individual models. Otherwise, for mid-level DF analysis, classification rate of the option 2 was better than the option 1, also showing relevant improvements in the prediction rates. Finally, Bayesian consensus fusion obtained the best prediction results (Table 1). Similar results were achieved for grape-variety classification (data not shown). As a final remark, an evident improvement of the classification results as level of data fusion increases was observed. In fact, the improvement of the DF prediction models can be linked in the level advance.

Table 1. Classification results according to geographical origin obtained in the prediction stage from individual data blocks (EEM and CE-DAD) and fused data (EEM-CE-DAD) evaluating low-, mid- and high-level DF. For each model it is displayed not error rate (NER) and average precision (PREC) for prediction (PRED) set of each evaluated model.

Conclusions

The proposed multi-level fusion strategies constitute a significant improvement in the DF analysis, and it offers a wide range of possibilities when second-order data of different nature are assessed. In addition, they provide a useful and reliable way of improving the analytical quality of the results in second-order data for classification outcomes. The benefit of fusion is highlighted in prediction stage when samples cannot be classified from individual sources. Moreover, multi-level data fusion from multi-via modeling accomplished the best classification models.

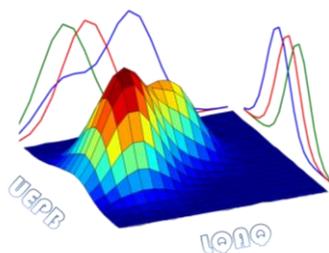
Thus, it is noteworthy that the benefits of data fusion at different levels are added to the second-order data advantage, furnishing a synergistic effect on the classification results.

Acknowledgements

The authors are grateful to UNLPam, CONICET and ANPCyT for financial support.

¹ Azcarate, S.M.; Araújo, A.; Muñoz de la Peña, A.; Goicoechea, H.C. *Trend Anal. Chem.* **2018**, *107*, 151-168

² Biancolillo, A.; Boqué, R.; Cocchi, M.; Marini, F. *Data Handl. Sci. Techn.* **2019**, *31*, 271-310.



PARAFAC na extração de informações de resultados de análise sensorial.

Celina Ducat Zanini¹ (PG), Andressa Rafaella da Silva Bruni^{1*} (PG), Michel Rocha Baqueta¹ (PG), Eduarda Barbieri da Silva Cruz¹ (PG), Karina Czaikoski² (PQ), Patrícia Valderrama¹ (PQ).

rafaela_bruni@hotmail.com

¹Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 87301-899, Campo Mourão – PR, Brasil.

²Universidade Estadual do Centro-Oeste, 85040-167, Guarapuava – PR, Brasil.

Palavras Chave: Análise sensorial, PARAFAC, quimiometria.

Introdução

A análise sensorial é a metodologia utilizada para avaliar atributos sensoriais e a aceitabilidade de alimentos e produtos por meio da interação percebidas pelos sentidos da visão, gosto, tato, olfato e audição de cada avaliador.¹ As interpretações de dados de análise sensorial, ocorrem comumente por estatísticas convencional de forma unidimensional. No entanto, outras metodologias multidimensionais como a análise de fatores paralelos (PARAFAC) começam a ser investigadas.^{1,2} Nesse trabalho a ferramenta quimiométrica PARAFAC foi empregada na extração de informações de resultados de análise sensorial de três conjuntos de dados: bebida café com diferentes graus de torra e qualidade; cachaças artesanais aromatizadas e envelhecidas em barris de madeira; pão de queijo produzido com farinha de batata-doce. Nos dois primeiros conjuntos de dados a análise sensorial foi realizada por provadores treinados/especialistas.

Resultados e Discussão

Os resultados da análise sensorial do pão de queijo, por provadores não treinados, a partir da interpretação por PARAFAC é mostrada na Figura 1. A formulação sem farinha de batata doce (P) foi distinta das formulações com 50 (F2) e 100% (F3) de batata doce, e estas duas últimas se mostram semelhantes. Por outro lado, a formulação com 25% (F1) de batata doce apresenta características mais próximas de P. Foi possível realçar informações importantes nas respostas dos provadores (concordância, principalmente quando os provadores são treinados/especialistas).

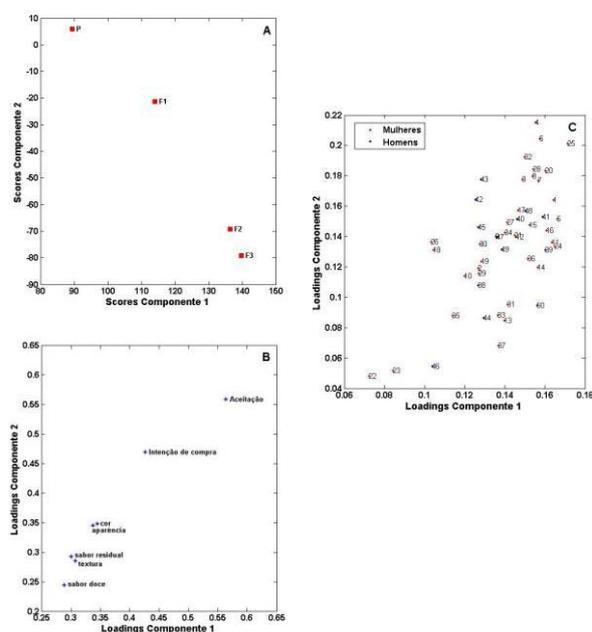


Figura 1. Resultados do PARAFAC. (A) Scores. (B) Loadings atributos. (C) Loadings provadores.

Conclusões

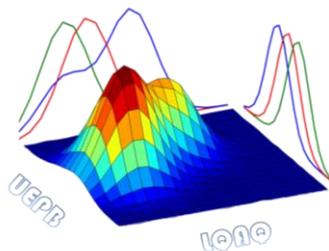
PARAFAC pode ser vista como uma ferramenta muito promissora na interpretação de resultados de análises sensoriais, permitindo observar a relação entre os provadores, produtos e atributos sensoriais, simultaneamente.

Agradecimentos

A CAPES, Fundação Araucária e UTFPR

¹Cruz, A.G.; Cadena, R.S.; Faria, J.A.F.; Bolini, H.M.A.; Dantas, C.; Ferreira, M.M.C.; Deliza, R. *Food Res. Int.* **2012**, 45, 211.

²Nunes, C.A.; Bastos, S.C.; Pinheiro, A.C.M.; Pimenta, C.J.; Pimenta, M.E.S.G. *J. Sens. Stud.* **2012**, 27, 209.



Parallel factor analysis (PARAFAC) applied to sensory data: a case study on coffee capsules

Daphne C. Antônio*¹ (PG), Verônica Belchior¹ (PR), Bruno Botelho¹ (PQ), Marcelo Sena¹(PQ)
daphnecantonio@gmail.com.br

¹Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas (ICEx), Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), 31270-901, Belo Horizonte, MG, Brazil;

Keywords: PARAFAC, sensory analysis, coffee capsules

Introduction

Capsules of coffee or monodose have gained notoriety since they provide an expressive range of flavors in a short time of preparation and in general with accessible cost for consumers. In this work a tutorial of how to use PARAFAC for sensory analysis is given. Twenty two (22) espresso coffee capsules were assessed with respect to five attributes by six different unprofessional tasters/panelists. Aroma, flavor, aftertaste, acidity and body, *i.e.*, texture of the beverage, were evaluated in a 5-point hedonic scale and PARAFAC models were constructed with the results.

Results and Discussion

PARAFAC is a decomposition method in which three-dimensional data are decomposed into three trilinear components, usually using the alternating least squares algorithm¹. The sensory analysis data was organized into *samples x attributes x tasters*, a 22 x 5 x 6 array. Essential features of the PARAFAC model as preprocessing data, the use of constraints and the number of factors were carefully evaluated. Afterwards, it was chosen a two-factor unconstrained PARAFAC model. This model explained 97.4% of the variance and presented a core consistence diagnostic value of 100%. Figure 1 presents the scores of the samples for factors 1 and 2. Unlike the characteristics assigned by the coffee manufactures, no clearly distinction was observed among samples.

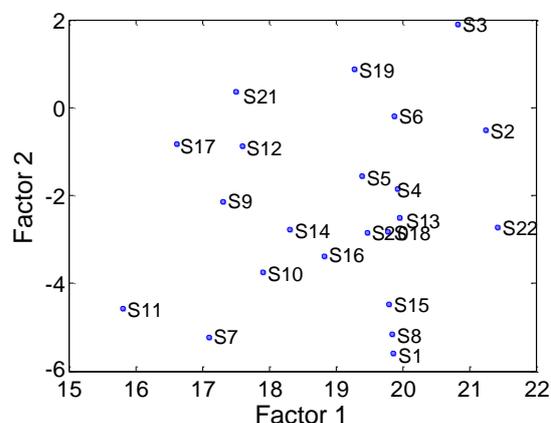


Figure 1. Scores of the samples for factors 1 and 2

On the other side, different groupings were formed by the tasters. For instance, according the manufactures, samples S3, S5 and S8 present similar sensorial characteristics, which were not noticed by the tasters, the same occurring with samples S1, S2 and S9.

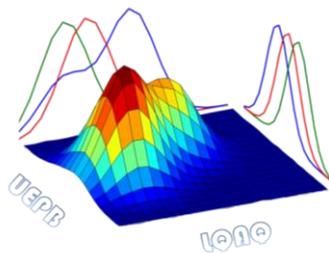
Conclusions

PARAFAC multi-way model was a simple alternative to refute and to contrast the information provided by manufactures with the sensorial features recognized by the tasters.

Acknowledgements

The authors are thankful to CNPq, CAPES, FAPEMIG and INCT–Bioanalítica.

¹ Bro, R. *Chem. Intel. Lab. Sys.* **1997**, 38,149-171.



Planejamento de misturas e Índice de Distribuição de Homogeneidade para desenvolvimento de pré-formulações farmacêuticas

Hery Mitsutake^{1,2} (PQ)*, Gustavo Henrique Rodrigues da Silva² (PG), Ronei Jesus Poppi¹ (PQ), Eneida de Paula² (PQ), Márcia Cristina Breitreitz¹ (PQ). herymitsutake@gmail.com

¹ Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, UNICAMP, Campinas, SP, Brasil, CEP 13083-970

² Departamento de Bioquímica e Biologia Tecidual, Instituto de Biologia, UNICAMP, Campinas, SP, Brasil, CEP 13083-862

Palavras Chave: planejamento de misturas, imagem Raman, DHI

Introdução

A butesina é um anestésico local pouco solúvel em água e usada principalmente em formulações tópicas. O uso de carreadores lipídicos nanoestruturados (NLC) é uma alternativa para melhorar sua biodisponibilidade. Neste tipo de formulação, além da miscibilidade entre os lipídios utilizados, deve-se avaliar a solubilidade do fármaco na mistura lipídica. Nesse sentido, a espectroscopia de imagem Raman aliada ao planejamento de misturas e ao Índice de Distribuição de Homogeneidade (DHI) podem trazer um melhor entendimento do sistema ainda na etapa de pré-formulação. Portanto, o objetivo desse trabalho foi desenvolver diagramas ternários para pré-formulações de NLC de butesina com os excipientes palmitato como lipídio sólido de cetila e Capryol™ 90 como lipídio líquido.

Resultados e Discussão

Foram desenvolvidas 12 pré-formulações de acordo com um Planejamento de misturas *Simplex-lattice* e para cada uma foram obtidas imagens Raman em uma área 4,00 x 4,00 mm². Os mapas químicos foram obtidos usando o algoritmo CLS (*classical least squares*) utilizando os espectros dos dois excipientes e da butesina. O DHI foi usado como resposta para os diagramas. Em concentrações superiores a 26,67% (m/m) de fármaco, os excipientes não foram capazes de solubilizá-lo completamente. Esse efeito foi visualizado nas imagens Raman, em que as superfícies das amostras continham

principalmente a butesina e baixa concentração dos excipientes, indicando que o fármaco é expelido da matriz lipídica, mas se espalhou de forma homogênea por toda a superfície da amostra. Todas as superfícies foram descritas por modelos cúbicos. A região de maior concentração de butesina apresentou menores valores de DHI. No entanto, nas imagens químicas verificou-se que essa homogeneidade é devida à sobrecarga do API. Os mapas de contorno mostraram que a região de maior heterogeneidade (em vermelho) são regiões com maiores concentrações de Capryol™ 90, enquanto as regiões mais homogêneas são as regiões com maiores concentrações de palmitato de cetila e menores do fármaco e do lipídio líquido.

Conclusões

As imagens Raman permitem não apenas o estudo de miscibilidade dos excipientes com o fármaco, mas também regiões de 'sobrecarga' do API. As superfícies de resposta obtidas se mostram complexas com a necessidade de modelos cúbicos. Verificou-se que a interação da butesina com os excipientes tem grande influência na distribuição espacial dos compostos a partir dos coeficientes *b* obtidos.

Agradecimentos

CNPq (processo 158069/2018-8), CAPES (código 001), FAPESP/ INCT 14/50867-3, CNPq/INCT 465389/2014.

¹ Sacré, P. -Y.; Lebrun P.; Chavez, P. -F.; de Bleye, C.; Netchacovitch, L.; Rozet, E.; Klinkenberg, R.; Streeel, B.; Hubert, P.; Ziemons, E. *Anal. Chim. Acta* **2014**, *818*, 7-14.

Recuperando perfis de fluorescência total a partir de espectros 3D de fluorescência sincrônica: Uma aplicação do PARAFAC a uma mistura de HPAs

BARRETO, Matheus C. (PG)*, BASTOS, Maria Eugênia P. A. (IC), ROCHA, Maria Eduarda P. (IC), FRAGOSO, Wallace D. (PQ)

Universidade Federal da Paraíba, Depto. de Química, João Pessoa, PB, Brasil
matheusbarreto31@gmail.com

Palavras Chave: PARAFAC, Fluorescência sincrônica

Introdução

Em medidas de fluorescência total, existem algumas áreas no espectro onde espalhamento de luz e a presença de harmônicos impossibilita a medição do sinal analítico. Uma das formas de evitar essas áreas e medir a maior região possível é o uso da fluorescência sincrônicas. Esse tipo de medição obtém como resultado uma matriz de dados não trilinear, impossibilitando o uso de métodos como o PARAFAC.

A matriz de dados obtida através de fluorescência sincrônica pode ser convertida em uma matriz excitação-emissão convencional através do cisalhamento da matriz, com o preenchimento dos espaços vazios por NaN ou zeros, recuperando a trilinearidade dos dados. Uma vez que esses dados são trilineares é possível obter os perfis espectrais dos componentes puros através da modelagem com o PARAFAC¹, e explorando a própria trilinearidade, recuperar o sinal em toda a região de excitação-emissão da matriz convertida, ou seja, incluindo as regiões cuja medição foi impossibilitada pelos espelhamentos de luz e harmônicos.

Resultados e Discussão

Para avaliar a capacidade do método de recuperar os espectros originais dos compostos, um banco de dados com os espectros sincrônicos de 25 misturas de 7 HPAs foi utilizado. A deconvolução usando o PARAFAC através da *N-way toolbox* conseguiu recuperar os perfis originais de 4 desses HPAs. A figura 1 mostra a recuperação do perfil do fluoranteno como um exemplo representativo. Adicionalmente foram recuperados antraceno, fenantreno e pireno.

Os HPAs acenafteno, fluoreno e naftaleno usados são reagentes vencidos e nesse estudo foram tratados apenas como interferentes desconhecidos.

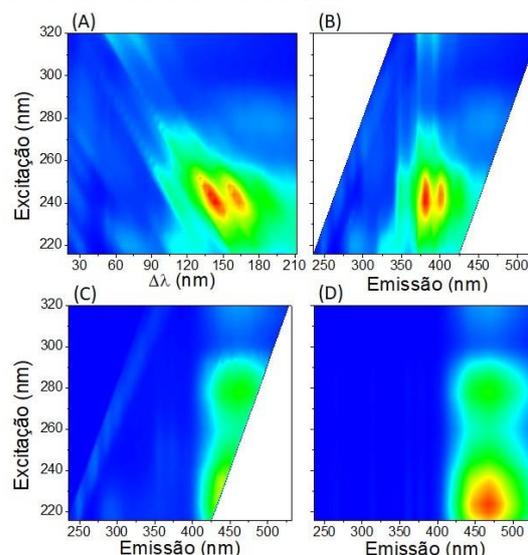


Figura 1. (A) Espectro sincrônico de uma mistura, (B) Espectro da mistura cisalhado, (C) Espectro de um padrão de fluoranteno, (D) Espectro do fluoranteno recuperado da mistura.

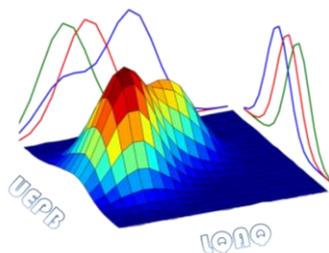
Conclusões

O método proposto possibilitou a medição em uma área ampla, evitando as regiões de espalhamento de luz e foi eficaz na recuperação dos perfis espectroscópicos dos componentes da mistura.

Agradecimentos

CNPq, CAPES e Finep.

¹C. A. Andersson; R. Bro. The N-way Toolbox for MATLAB. Chemom.Intell.Lab.Syst. 2000, 52 (1):1-4.



Scores maps of the chemical element distribution of seeds using micro-XRF data

Marco Aurelio Sperança (PQ)^{1*}, Sarah L. Z. Romeu (PG)², Gabriel S. Montanha (PG)², Hudson W. P. De Carvalho (PQ)², Fabíola M. V. Pereira (PQ)¹

*marco.speranca@unesp.br

¹Grupo de Abordagens Analíticas Alternativas (GAAA), Instituto de Química de Araraquara (IQ/CAr), Universidade Estadual Paulista (UNESP), Araraquara, SP 14800-060.

²Universidade de São Paulo (USP), Centro de Energia Nuclear de Agricultura (CENA), Seção de Química Analítica, Piracicaba, SP 13400-970.

Palavras Chave: scores maps, XRF, mapping.

Introduction

Chemical element distribution from non-invasive techniques, as X-ray fluorescence (XRF) can be important for agricultural purposes. The analyses reveal variation in distributions patterns of elements.¹ Chemometrics techniques have the potential for improving fastness and mainly, extracting maximum information from data. Then, the goal of this study was to apply scores maps in microprobe XRF data of seeds to achieve spatial information for chemical elements.

Results and Discussion

Data from the mapping of three types of seeds were acquired using an Orbis microprobe XRF analyzer (Edax, Mahwah, EUA). The varieties of the seeds are as follow, cowpea, kidney bean and soybean. The elements P, S, Ca, and K were monitored. The matrices dimensions were 4x3200 (50 horizontal x 64 vertical) x for each sample. The first step was to verify the correlation among the elements using information from raw data by using of covariance matrix calculation. In general, the elements S and P were highly correlated. Afterwards, the distribution of the elements through the seed was deeply investigated using scores maps, as shown in Figure 1 using 1 principal component (PC) representing 91% of explained variance.

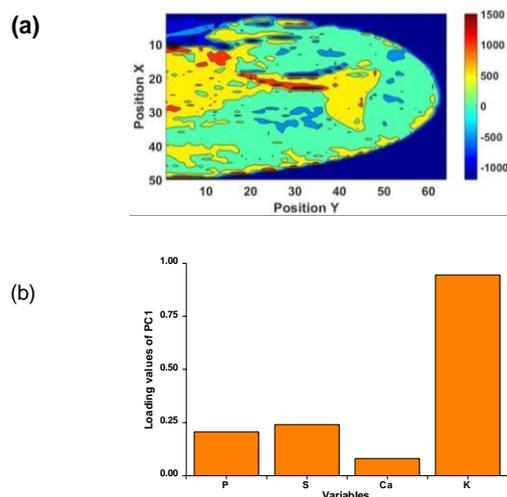


Figure 1. Scores maps represented by 4 elements x 3200 mapped points x 1 PC (a) and loadings (b).

Conclusions

The scores maps revealed relevant information each delimited region of seeds, suggesting the chemical composition can be related to absorption of nutrients.

Acknowledgements

FAPESP (2018/18212-8 and 2019/01102-8), CAPES and CNPq (307328/2019-8).

¹ Zhao, F.-J.; Moore, K. L.; Lombi, E. e Zhu, Y. -G. *Trends Plant Sci.* **2014**, *19*, 183.

Seleção dos preditores ordenados para análise discriminante (OPSDA): novas abordagens para seleção de variáveis na classificação

Jussara V. Roque¹ (PG)* (jussara.roque@ufv.br), Wilson Cardoso¹ (PG), Reinaldo F. Teófilo¹ (PQ)

¹Multivariate Chemical Data Analysis Laboratory (MCDALab), Departamento de Química, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG.

Palavras-Chave: PLS-DA, classificação. quimiometria.

Introdução

A seleção dos preditores ordenados (OPS)^{1,2} é um método de seleção de variáveis inicialmente proposto para selecionar variáveis na regressão multivariada e tem sido usado com sucesso para esse fim. No entanto, um método específico que usa o OPS para selecionar variáveis em modelos de classificação ainda não foi proposto. Então, o objetivo deste trabalho é apresentar o novo método OPS para análise discriminante (OPSDA).

O OPSDA seleciona as variáveis mais preditivas para cada classe baseada a validação cruzada (CV) pelo método dos quadrados mínimos parciais para análise discriminante (PLS-DA). A seleção pode ser realizada por 3 diferentes métodos: (1) *AutoOPSDA*, onde a escolha do melhor vetor informativo, com localização das variáveis mais preditivas, é feita automaticamente; (2) *FeedOPSDA*, as variáveis pré-selecionadas retornam para uma nova seleção; e (3) *IOPSDA*, a seleção de variáveis é realizada em intervalos da matriz completa.

Além disso, após a seleção de variáveis pelo OPSDA, o modelo de classificação PLS-DA pode ser construído de duas maneiras diferentes. A primeira combina o conjunto de variáveis selecionadas para cada classe em um único vetor para construir um único modelo de classificação (*MultiClass*). O segundo usa o conjunto de variáveis selecionadas para cada classe individualmente para construir modelos de classificação para prever cada classe de cada vez (*ByClass*).

Os novos métodos OPSDA foram aplicados em um conjunto de dados de espectrometria de massas³ de cerveja de quatro diferentes cervejarias. Os resultados foram comparados com os modelos PLS-DA usando todas as variáveis.

Resultados e Discussão

A Tabela 1 mostra os valores de erro de classificação da CV obtidos do conjunto de treinamento (93 amostras) para cada classe por cada método OPSDA e por cada estratégia de construção do modelo PLS-DA.

A partir destes resultados, o *FeedOPSDA* – *ByClass* foi o único modelo que não apresentou erro de classificação na CV em nenhuma das classes.

A Figura 1 mostra os resultados de classificação dos conjuntos de treinamento e teste (48 amostras) tanto no

modelo PLS-DA completo quanto no melhor modelo obtido com a seleção de variáveis, *FeedOPSDA* – *ByClass*.

Tabela 1. Erros de classificação de CV no conjunto de treinamento para os métodos OPS e para as estratégias de modelagem PLS-DA.

Modelo		Classe			
		A	B	C	D
Completo	-	0,086	0,000	0,065	0,010
AutoOPSDA	MultiClass	0,015	0,000	0,032	0,003
	ByClass	0,015	0,000	0,032	0,003
FeedOPSDA	MultiClass	0,032	0,000	0,021	0,000
	ByClass	0,000	0,000	0,000	0,000
IOPSDA	MultiClass	0,058	0,000	0,043	0,020
	ByClass	0,032	0,000	0,021	0,000

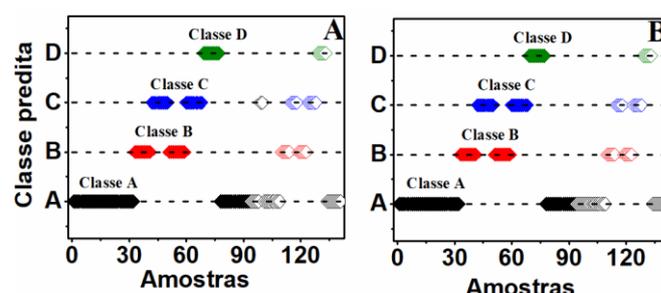
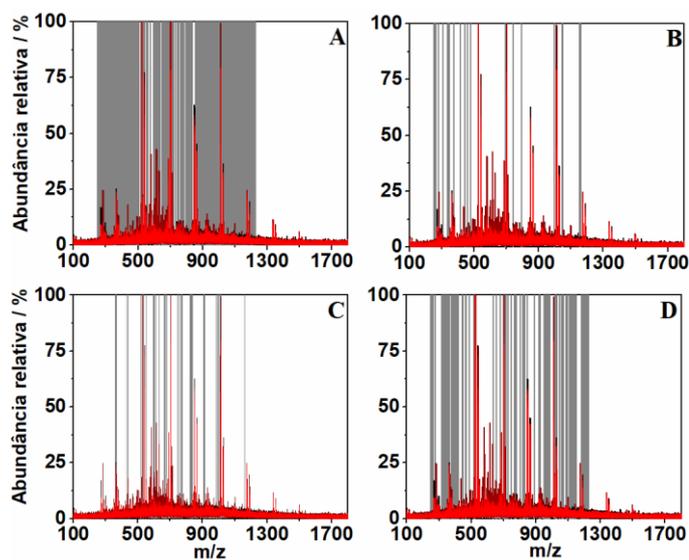
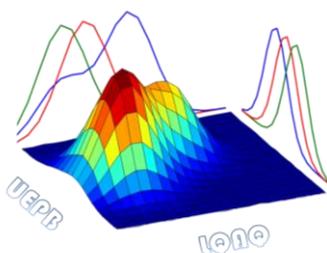


Figura 1. Classificação de amostras de cerveja pelo modelo PLS-DA completo (A) e com as variáveis selecionadas por *FeedOPSDA* – *ByClass*. Losangos pretos (◆ and ◇) representam a classe A, losangos vermelhos (◆ and ◇) representam a classe B, losangos azuis (◆ and ◇) representam a classe C, and losangos verdes (◆ and ◇) representam a classe D. Losangos preenchidos são amostras do conjunto de treinamento e os losangos vazios, amostras do conjunto teste.

A Figura 2 mostra as variáveis selecionadas para cada classe, sendo 430 para a classe A, 30 para a classe B, 60 para a classe C e 140 para a classe D.

Conclusão

Os métodos OPSDA foram eficientes em diminuir os erros de classificação fornecendo modelos PLS-DA mais preditivos.



¹ Teófilo, R. F.; Martins, J. P. A.; e Ferreira, M. M. C. *J. Chemom.* **2009**, 23, 32-48.

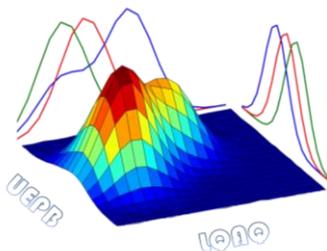
² Roque, J. V. Cardoso, W., Peternelli, L. A., e Teófilo, R. F. *Anal. Chim. Acta.* **2019**, 1075, 57-70.

³ Pereira, H. V., Amador, V. S., Sena, M. M., Augusti, R., Piccin, E. *Anal. Chim. Acta.* **2016**, 940, 104-112.

Figura 2. Espectro de massas com as variáveis selecionadas pelo FeedOPSDA para a classe A (A), classe B (B), classe C (C), e classe D (D).

Agradecimentos

CAPES, FAPEMIG e CNPq.



Um aplicativo baseado no RShiny para o ensino de modelos de regressão linear generalizada em quimiometria

Leonardo Koatz (IC), Paulo S. O. Cezário¹ (PG), Vinícius L. Xavier² (PQ) e Aderval S. Luna³ (PQ)

paulocezario@hotmail.com¹, viniciuslx@gmail.com², leonardokoatz@gmail.com⁴, adsluna@gmail.com³

Palavras Chave: *Rshiny, glm, rlm*

Introdução

Este trabalho apresenta um aplicativo baseado no R Shiny para o ensino de modelos de regressão linear múltipla que são discutidos nos cursos de quimiometria. Este aplicativo é baseado em website e permite a construção de modelos de regressão linear simples e múltipla por meio de um website criado a partir do programa de estatística R.

Resultados e Discussão

O aplicativo foi criado a partir do programa de estatística R¹, utilizando a interface RStudio², sendo que o pacote principal para a sua confecção foi o “RShiny³”.

Esse aplicativo oferece ferramentas adicionais, como métodos para pré-processamento, transformação, imputação de valores ausentes e interna (validação cruzada e reamostragem bootstrap) e validação externa usando o conjunto de teste. Também contém cinco tipos de modelos de regressão múltipla: linear simples; linear múltipla, incluindo o Critério de Informação de Akaike; linear generalizado; e regressão linear robusta.

Inclui as ferramentas de diagnóstico para a análise do modelo e de seus resíduos, gráfico de diagnóstico para detectar os outliers usando a distância de Cook como métrica. Ressalta-se também que não é necessário instalar o software R e os pacotes necessários em um computador, notebook ou smartphone. Consequentemente, o usuário pode escolher a melhor maneira de se conectar ao aplicativo por meio de um navegador de internet comum, utilizando qualquer aparelho para isto, sem a

necessidade de um desktop ou um notebook, apenas utilizando o próprio smarthphone.

O aplicativo R Shiny pode ser acessado no sítio “<https://www.leamsuerj.com/shine-rstudio>” e o conjunto de dados “soils” pode ser descarregado e utilizado como exemplo de aprendizado. Outros arquivos de dados podem ser utilizados no formato “.csv”.

Conclusões

Os aspectos práticos dos modelos de regressão linear com base em um conjunto de dados fornecidos podem ser aprendidos usando software online gratuito. Um aplicativo da web RShiny foi desenvolvido para este objetivo e adaptado com sucesso a cursos de estatística e quimiometria para alunos de graduação e pós-graduação em química.

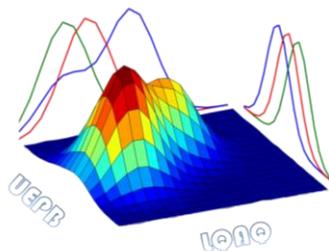
Agradecimentos

Agradecemos ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Química do Instituto de Química da Universidade do Estado do Rio de Janeiro, a CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) e o CNPq (Conselho Nacional de Pesquisas). A. S. Luna agradece ao Programa Pró-Ciência.

¹ R Core Team (2020). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. URL <https://www.R-project.org/>.

² RStudio Team (2020). RStudio: Integrated Development for R. RStudio, Inc., Boston, MA URL <http://www.rstudio.com/>.

³ Winston Chang, Joe Cheng, JJ Allaire, Yihui Xie and Jonathan McPherson (2020). shiny: Web Application Framework for R. R package version 1.4.0.2. <https://CRAN.R-project.org/package=shiny>.



Uma nova aplicação de matrizes de excitação emissão de fluorescência e classificação *multiway* na detecção de arbovírus em amostras clínicas

Marfran C. D. Santos (PG),^{1*} Joelma D. Monteiro (PG),^{2,3} Josélio M. G. Araújo (PQ),^{2,3} Kássio M. G. Lima (PQ)¹

¹Química Biológica e Quimiometria, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal 59072-970, Brasil.

²Laboratório de Biologia Molecular para Doenças Infecciosas e Câncer, Departamento de Microbiologia e Parasitologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal 59072-970, Brasil.

³Laboratório de Virologia, Instituto de Medicina Tropical, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal 59072-970, Brasil.

*profmarfransantos@gmail.com

Palavras Chave: *Espectroscopia de fluorescência molecular, Classificação multiway, Detecção de arbovírus.*

Introdução

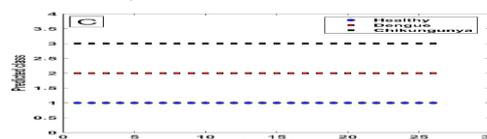
Arbovírus são vírus transmitidos por artrópodes. As técnicas de diagnóstico de arbovírus podem ser classificadas em dois grandes grupos: métodos diretos e métodos indiretos. Os métodos diretos são os mais específicos, porém os indiretos são os mais utilizados em hospitais e clínicas por possuírem menores custos. Não existe atualmente uma técnica capaz de fornecer em uma única análise, um diagnóstico simultâneo para Dengue ou Chikungunya.¹ Neste estudo avaliado o potencial da espectroscopia de fluorescência molecular em conjunto com técnicas de classificação *multiway* (*n*-PLSDA, PARAFAC-LDA e PARAFAC-QDA) na discriminação entre amostras clínicas saudáveis, com Dengue, e com Chikungunya.

Resultados e Discussão

Foram utilizadas matrizes EEM de 78 amostras de soro (26 para cada classe: saudável, dengue e chikungunya), onde foram eliminados Rayleigh and Rama. As matrizes foram divididas em conjuntos de treinamento e teste e em seguida os modelos *n*-PLSDA, PARAFAC-LDA e PARAFAC-QDA foram construídos utilizando o toolbox de classificação para dados de segunda ordem TTWD-DÁ. *n*-PLSDA foi construído com base em 6 variáveis latentes, com 97 % da variância explicada; e PARAFAC-LDA e PARAFAC-QDA foram construídos com base em 3 fatores

com 98% de variância explicada dos dados. O modelo mais eficiente no trabalho de classificação foi o PARAFAC-QDA. Na figura 1 pode ser visto os valores de classe previstas por PARAFAC-QDA. Como pode ser observado, o modelo acertou todas as amostras fornecidas. O modelo *n*-PLS foi o menos eficiente por necessitar de um maior número de amostras para um melhor ajuste. O modelo baseado em QDA foi melhor por utilizar matrizes de variância-covariância para cada classe, diferentemente do LDA, que considera a mesma matriz.

Figura 1. Valores de classe previstos pelo PARAFAC-QDA.



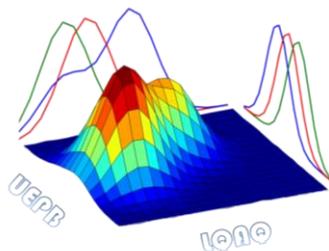
Conclusões

Os resultados demonstraram o potencial da técnica em detectar os arbovírus, podendo futuramente ser utilizado como triagem.

Agradecimentos

M.C.D.S agradece ao CNPq pelo suporte financeiro.

¹ Tool for the diagnosis and care of patients with suspected arboviral diseases, Pan American Health Organization. http://iris.paho.org/xmlui/bitstream/handle/123456789/33895/97_89275119365_eng.pdf?sequence=1&isAllowed=y (2017).



Uso das ferramentas quimiométricas ANOVA-PCA e DD SIMCA no desenvolvimento de materiais de referência de laboratório de farinha de milho.

Liz O. dos Santos^{a,b*} (PQ), Ana Maria P. dos Santos^a (PQ), Márcia M. C. Ferreira^c (PQ), Sérgio L. C. Ferreira^a (PQ) *lizossantos@gmail.com

^aUniversidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Grupo de Pesquisa em Química e Quimiometria, Campus Universitário Ondina, 40170-115, Salvador-Ba, Brasil.

^bUniversidade Federal do Recôncavo da Bahia, Centro de Ciência e Tecnologia em Energia e Sustentabilidade, 44042-280, Feira de Santana-Ba, Brasil.

^cUniversidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, CEP 6154, 13084-971 Campinas - SP, Brazil.

Palavras Chave: ANOVA-PCA, estabilidade, DD SIMCA.

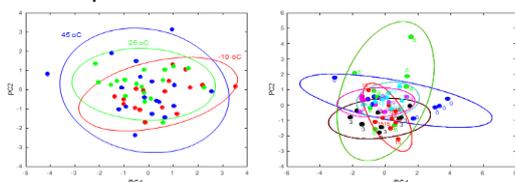
Introdução

A utilização de Material de Referência (MR) Certificado é um requisito para garantir a confiança dos métodos analíticos, entretanto o custo elevado ainda tem sido um complicador. Neste sentido, o desenvolvimento de MR de laboratório tem sido a estratégia utilizada, por serem mais baratos e igualmente eficazes. Com o intuito de garantir a robustez dos resultados, facilitar a interpretação do conjunto de dados e obter baixos valores de incerteza, as ferramentas quimiométricas vêm sendo aplicada com êxito. Neste trabalho, o método ANOVA-PCA é aplicado ao estudo da estabilidade e o método de uma classe DD SIMCA é proposto para analisar conjunto de parâmetros medidos através do estudo interlaboratorial.

Resultados e Discussão

Para realizar o estudo de estabilidade 18 frascos foram selecionados aleatoriamente e foram acondicionados a -10°C, +25°C e +45°C cada, por 0, 3, 6, 9, 12 e 15 meses, após a quantificação de Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn e Zn, o método ANOVA-PCA foi aplicado ao conjunto de dados, **Figura 1**.

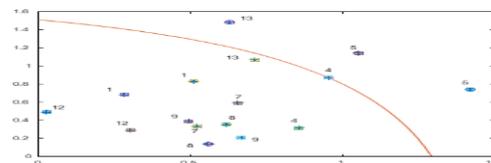
Figura 1. Gráfico de scores PC1 x PC2 para ANOVA-PCA. A) O Fator é a temperatura. B) O fator é o tempo.



Ao avaliar a **Figura 1**, é possível constatar que não há separação entre os níveis, para os fatores

avaliados, comprovando que o material permaneceu estável durante o período estudado. Dos resultados recebidos dos laboratórios colaboradores foram organizados em formato matricial (17 x 7) e o método DD SIMCA foi aplicado, **Figura 2**.

Figura 2. Gráfico DD SIMCA estudo interlaboratorial.



A **Figura 2**, demonstra que os labs 13 e 5, não pertencem à classe avaliada, o que se deve ao fato de possuírem um maior teor de Mg, Ca e Zn, assim como uma replicata do lab 4 que apresentou um baixo teor de todos os elementos quantificados podendo ser considerado um valor disperso sendo, portanto, outlier e devendo ser excluído do cálculo do valor de referência do material.

Conclusões

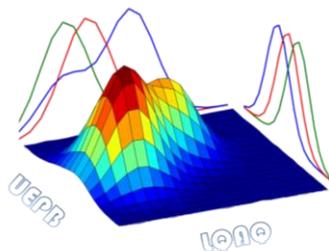
Os estudos realizados indicaram ser possível a aplicação das técnicas de ANOVA-PCA para avaliação da estabilidade e o DD SIMCA para detecção de valores dispersos, podendo ser utilizados como métodos alternativos aos recomendados pela ISO 13528:2005.

Agradecimentos

CNPq, CAPES e PRONEX/FAPESB.

Santos, A. M. P. S., *et al J. Food. Chem.* 2015, 178, 287.

Rodionova, O.Y Titova, A.V, Pomerantsev. A.L. Trends Anal. Chem., 2016, 78, 17-22.



Uso de algoritmos de aprendizado de máquina para avaliar a qualidade de vinhos baseada em análise sensorial e propriedades físico-químicas

Bárbara M. de Andrade (PG), Jefferson S. de Gois (PQ), Vinícius L. Xavier (PQ) e Aderval S. Luna (PQ)

barbara.andrade@ppgeq.uerj.br, jeffersonsgois@gmail.com, viniciuslx@gmail.com, asluna@uerj.br

Palavras Chave: Vinho tinto, Vinho branco, Algoritmos de aprendizado de máquina

Introdução

Este trabalho apresenta um estudo e avaliação do desempenho dos algoritmos de aprendizado de máquina para avaliar a qualidade de vinhos baseada em análise sensorial e propriedades físico-químicas.

Resultados e Discussão

Foram utilizados dois conjuntos de dados contendo 1.359 amostras de vinho tinto e 3.961 amostras de vinho branco caracterizados por 12 variáveis físico-químicas: acidez fixa, acidez volátil, ácido cítrico, açúcar residual, cloretos, dióxido de enxofre livre, dióxido de enxofre total, densidade, pH, teor de sulfato, teor alcoólico e classificação da qualidade. A classificação da qualidade foi baseada em um teste sensorial realizado por, pelo menos três sommeliers, e escalado em 11 classes de qualidade de 0 - muito ruim a 10 - excelente¹. Toda a análise estatística foi realizada no software R². A análise exploratória dos dados incluiu a avaliação dos histogramas, gráficos de caixa e gráficos de correlação das variáveis descritoras. Em seguida, procedeu-se o autoescalamento das variáveis, aplicaram-se as transformações Box-Cox e do sinal especial para induzir a normalidade e minimizar a ocorrência de outliers, respectivamente. Posteriormente, foi aplicado a Análise de Componentes Principais (PCA) Robusto para a detecção e remoção de outliers, seguido da obtenção do conjunto de treinamento e teste usando-se a função *createDataPartition* do pacote *caret* do R. Foi estabelecido que 2/3 das amostras foram para o conjunto de treinamento e o restante para o conjunto de teste. A avaliação do desempenho dos

modelos incluiu o emprego dos seguintes parâmetros de mérito: exatidão, (%) e índice Kappa.

Tabela 1 – Parâmetros de mérito

Modelo	Vinho Branco		Vinho Tinto	
	Exatidão	Kappa	Exatidão	Kappa
ANN	53,76	0,272	59,11	0,313
SVM	52,54	0,259	60,22	0,335
k-NN	53,53	0,266	59,56	0,336
NB	47,38	0,236	55,56	0,315
OLVQ1	99,54	0,993	99,33	0,990

Obs. ANN ≡ Rede Neural Artificial; SVM ≡ Máquina Vetor de Suporte; k-NN ≡ k-Vizinhos mais Próximos; NB ≡ Naïve Bayes; OLVQ1 ≡ Quantização Vetorial Linear Otimizado, v. 1.

Conclusões

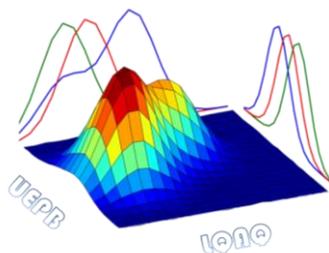
O LVQ é uma alternativa que usa uma abordagem probabilística, na qual os protótipos são colocados nos vetores de livro de códigos dentro dos agrupamentos individuais de cada classe, o que garante maior flexibilidade de modelagem em caso de sobreposição, sem fazer suposições da distribuição da classe. O LVQ foi o algoritmo de melhor desempenho neste estudo.

Agradecimentos

Agradecemos ao PPG-EQ/UERJ, a FAPERJ e CAPES. Luna, A. S. e Gois, J.S. agradecem ao Programa Pró-Ciência e CNPq (Bolsista de Produtividade).

¹ Andrade, B. M.; Gois, J. S.; Xavier, V. L.; Luna, A. S. Chemometr. Intell. Lab. System. 201, 2020, 104013.

² R Core Team (2020). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. URL <https://www.R-project.org/>. package version 1.4.0.2.



Uso de espectroscopia NIR e *one-class* SIMCA para verificação de autenticidade do café agroflorestal produzido no Maciço de Baturité/CE

Monis Neves Baptista Manuel^{*1}(IC), Adenilton Camilo da Silva¹(PQ), Hudson Pimentel Costa²(PG), Livia Paulia Dias Ribeiro¹(PR), Gisele Simone Lopes²(PR).

¹Universidade da Integração Internacional da Lusofonia Afro-Brasileira (UNILAB), Email: monismanuel94@gmail.com; ²Universidade Federal do Ceará (UFC).

Palavras Chave: Café agroflorestal, NIR.

Introdução

O Café agroflorestal produzido na região do Maciço de Baturité é cultivado à sombra de árvores altas. O processamento dos grãos é realizado de forma artesanal possibilitando a produção de café tipo Especial (sem uso de defensivos agrícolas, com seleção dos melhores grãos e controle de torra, resultando em um produto de excelente qualidade e com valor comercial valorizado) e do tipo Tradicional sem controle rigoroso da produção, podendo em alguns casos existir adulterações. A espectroscopia NIR associada à Quimiometria tem sido aplicada em diferentes metodologias para controle de qualidade de café. No caso do café agroflorestal é impossível prever quais os tipos de fraudes que podem ocorrer, nesse caso, não sendo fácil modelar as classes para aplicar algoritmos de classificação. O uso de métodos de classe única (One-Class Classification, OCC) podem ser úteis quando situações como essas ocorrem. O objetivo deste trabalho foi desenvolver modelo de classificação de café agroflorestal Especial usando a espectroscopia NIR associada ao método de classificação SIMCA. Um total de 34 amostras foi utilizado no estudo. Peneira de Mesh 28 foi usada para padronização da granulometria. Os dados espectrais foram obtidos usando MICRONIRNANO Texas Instruments, na faixa de 1380 nm a 1455 nm, com resolução 2 nm. Os softwares The Unscrambler X 10.4 e Matlab foram utilizados no estudo quimiométrico. Diferentes estratégias de pré-tratamento dos dados para correção de linha de base foram avaliadas (MSC, SNV, 1° e 2° Derivada). Estudos usando reconhecimento de padrões não supervisionado (PCA e HCA) foram realizados. Para construção do modelo de classificação utilizando algoritmo DD-

SIMCA, 19 amostras adquiridas diretamente com os produtores reconhecidos pelo alto controle de qualidade do café do tipo Especial. Foram selecionadas, utilizando algoritmo Kennard-Stone, 14 amostras para calibração e 5 amostras de validação externa. Para teste do modelo, 15 amostras do tipo Tradicionais obtidas nos mercados locais foram avaliadas.

Resultados e Discussão

O modelo de classificação SIMCA com maior taxa de classificação correta (TCC) foi encontrado usando 5 PCs e pré-tratamento segunda derivada Savitzky-Golay com janela de 11 pontos e polinômio de segunda ordem. Uma TCC de 100% e 87% foi obtida respectivamente para os grupos de validação e de teste. O erro das amostras testes pode significar que alguns cafés do tipo Tradicional podem ter qualidade similar ao café do tipo Especial.

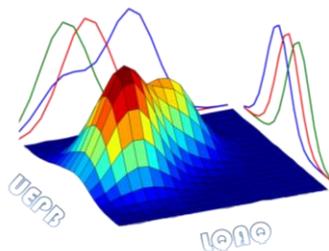
Conclusões

Os resultados obtidos demonstraram que o uso de espectroscopia NIR associada à estratégia de classificação SIMCA para uma classe alvo se caracteriza como uma alternativa promissora para verificação da autenticidade de amostras de café agroflorestal do tipo Especial produzidas na região do Maciço de Baturité.

Agradecimentos

PIBIC/UNILAB, LEQA-UFC, FUNCAP e CNPq e INCTAA.

¹ Ferreira, M. C. F. *Quimiometria*. 2015, 496²Y.V. Zontov, O.Y. Rodionova, S.V. Kucheryavskiy, A.L. Pomerantsev, DD-SIMCA — A MATLAB GUI Laboratory Systems (2017).



Uso de FT-MIR e Floresta Randômica na identificação de adulteração de diesel

Márcia H. C. Nascimento^{1,2} (PG)*, Gabriely S. Folli¹ (PG), Layla P. Santos¹ (PG), Francine D. dos Santos¹ (PG), Cristina M. Sad¹ (PQ), Ellisson H. de Paulo¹ (PQ), Wanderson Romão^{1,3} (PQ), Paulo R. Filgueiras¹ (PQ).

marcia.cassago@gmail.com

¹Núcleo de Competências em Química do Petróleo - NCQP, Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo, Av. Fernando Ferrari, 514, CEP: 29075-910, Vitória, Espírito Santo, Brasil.

²Instituto Federal do Espírito Santo (IFES), Av. Vitória, 1729, Jucutuquara, Vitória, 29040-780, Espírito Santo, Brasil.

³Instituto Federal do Espírito Santo (IFES), Av. Ministro Salgado Filho, Soteco, Vila Velha, 29106-010, Espírito Santo, Brasil.

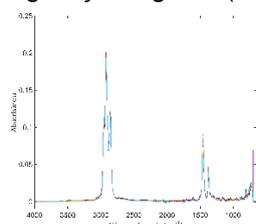
Palavras-Chave: Diesel, espectroscopia, classificação.

Introdução

A adulteração de diesel pode ser realizada por meio de adição de solventes petroquímicos, óleos vegetais ou óleos residuais.^{1,2} O uso da espectroscopia do infravermelho médio (MIR) associada à quimiometria tem sido utilizada para identificação de adulteração, principalmente com óleo de fritura.^{1,2} O método de floresta randômica destaca-se como alternativa a esta análise pela característica de não sofrer influência de amostras anômalas, bem como sua capacidade de analisar conjuntos com número de amostras desbalanceadas entre as classes analisadas e entre amostras e variáveis. Entretanto, ainda tem sido pouco explorada neste tipo de análise.

Resultados e Discussão

Neste estudo foram analisadas 48 amostras de diesel sem adição de biodiesel, de dois tipos: S500 e diesel marinho. O perfil espectral é apresentado na Figura 1, com as atribuições das principais regiões para este tipo de amostra. As amostras foram classificadas em Conforme (1) ou não conforme (2) com base na legislação vigente. (REF)



- 2950 – 2850 – deformação axial CH₃ e CH₂.
- 1500 – 1300 - deformação angular CH;
- 900 – 690 – estiramento de ligações =C–H
- 1475, 1600 – estiramento C–C anel aromático

Para comparação das métricas do modelo de floresta randômica, foi aplicado um modelo pelo

método *soft independent class analogy* (SIMCA), que apresentou menor exatidão, um número de 8 amostras não classificadas, além de 9 amostras com resposta ambígua. Em contrapartida o modelo RF obteve 97,9% de exatidão com 1000 árvores sem presença de respostas ambíguas ou não-atribuídas.

	VP	VN	FP	FN	Se	Sp	PVP	EX
1_a	29	18	1	0	1,0	0,9	0,9	0,97
2_a	18	29	0	1	0,9	1,0	1,0	0,97
1_b	21	18	0	8	0,7	1,0	1,0	0,83
2_b	18	21	0	0	1,0	0,7	0,7	0,83

VP, Verdadeiro Positivo; VN, Verdadeiro Negativo; FP, Falso Positivo; FN, Falso Negativo; Se, Sensibilidade, Sp, Especificidade; PVP, Prevalência de valor positivo; EX, Exatidão. a = modelo RF / b = modelo SIMCA

Conclusões

O método de classificação pela floresta randômica é capaz de apresentar excelente desempenho em dados de MIR na distinção de amostras adulteradas de diesel, bem como identificar as variáveis responsáveis pela discriminação de adulterados e não adulterados.

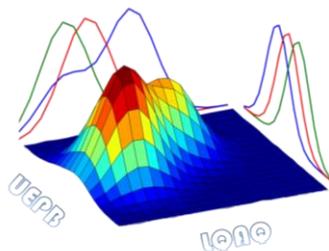
Agradecimentos

FAPES, CAPES, CNPq e LabPetro-UFES.

¹ Câmara, A. B. F.; de Carvalho, L. S.; de Moraes, C. L. M., et al. *Fuel*. **2017**, 210, 497-506.

² Vempatapu, B. P.; Kanaujia, P. K., *TrAC Trends Anal Chem*. **2017**, 92, 1-11.

³ Ranzan, L.; Ranzan, C.; Trierweiler, L.F.; Trierweiler, J. O., *Energy and Fuels*. **2017**, 31, 8942-8950.



Uso de imagens RGB e quimiometria para análise de adulteração em leite cru.

Gabriel Monteiro da Silva¹(IC)*, Simone da Silva Simões¹(PQ)

¹Universidade Estadual da Paraíba, Departamento de Química, silvagm839@gmail.com

Palavras Chave: Imagem digital, RGB, adulteração de leite.

Introdução

O leite é um constituinte importante na dieta humana. Nas últimas décadas vários autores investigaram a presença de adulterantes em leite¹. De forma que a busca por tecnologias de baixo custo na área de alimentos é crescente e o uso de aplicativos digitais para realização de análises químicas tem se mostrado uma boa alternativa^{2,3,4}. Diante do exposto, o presente trabalho tem como objetivo identificar adulteração em leite cru por diferentes adulterantes como formol, soro e amido utilizando imagens digitais e quimiometria.

Material e Métodos

O leite bovino cru foi obtido na Fazenda Nossa Senhora das Neves, no interior da cidade de Campina Grande, (7°13'16.1"S 35°58'02.0"W), Paraíba, Brasil. Para o preparo das amostras foi realizado um planejamento de misturas variando as concentrações de amido (Maisena®) 1 a 6 % (m.v⁻¹), formol (NEON®) 1 a 6 % (v.v⁻¹) e soro de queijo 10 a 30 % (v.v⁻¹) obtido da coagulação enzimática. Para obter um melhor contraste na imagem foi utilizado um reagente colorimétrico: **RC1** (verde de bromocresol), **RC2** (vermelho de metila) e **RC3** (iodopolividona 2%) para cada adulterante. A obtenção das imagens digitais foi realizada com um *Smartphone* Motorola®, motoG(6). A obtenções das imagens foi realizada em um ambiente controlado de luz. A matriz dos dados RGB foi realizada pelo aplicativo *Photometrix*® e os dados foram tratados utilizando o software *The UnscrambleX*® 10.4.

Resultados e Discussão

Por inspeção visual não é possível diferenciar as amostras de leite puro e adulteradas, como mostra a figura 1, onde: (A) leite puro + RC1, (B) leite adulterado com formol + RC1, (C) leite puro + RC2, (D) leite adulterado com soro

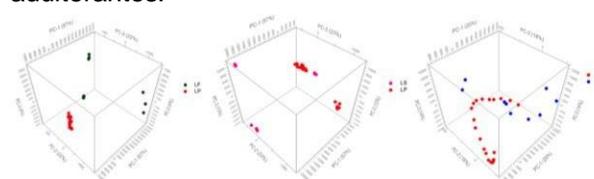
+ RC2, (E) leite puro + RC3 e (F) leite adulterado com amido + RC3.

Figura 1- Imagem digital dos leites puros e adulterados.



Deste modo, foi realizada uma análise exploratória utilizando PCA para identificar a tendência de agrupamentos entre as amostras. A figura 2 apresenta o gráfico dos escores para misturas de (A) leite puro + leite/formol, (B) leite puro + leite/soro e (C) leite puro + leite/amido. Nela é possível notar uma tendência de agrupamento para as amostras de leite puro (destacadas em vermelho).

Figura 2- gráfico de escores para as amostras de leite puro e adulteradas com cada um dos adulterantes.



Nota: LF (leite+formol), LS (leite + soro), LA (leite + amido) e LP (leite puro)

Conclusões

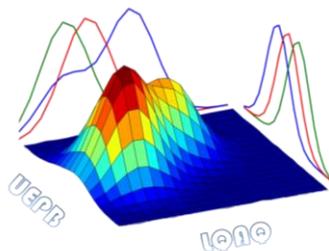
O uso de imagens RGB e análise exploratória (PCA) foi capaz de mostrar a tendência de separação entre as amostras de leite puro e suas adulterações, servindo como prova de conceito para fomentar o seu uso em análises de fiscalização.

¹Silva, G.W.N.; Oliveira, P.M.; Leite, D.K.; Oliveira, S.M.; Sousa, A.A. B. Ver Princípios. n 35, 2017.

²L.Hansen.MF.Ferrão.Food.Anal.Methods.11.p.1994-2003.2018.

³Helffer.G.A.;Tischer.B.,Filoda,P.F.et al. Alimentos Anal Métodos,11.2022-2028.2018.

⁴Grasel,F.dos S;de Oliveira, Tiago.E;Netz.P.A.;J.Braz.Chem.Soc 2016.



Uso de *i*PCA e espectroscopia MIR para discriminação rápida de cachaças do Brejo Paraibano

Sheila Catarina de Oliveira (PG)¹, David D.S. Fernandes (PQ)², Paulo H.G.D. Diniz (PQ)^{3*}, Tatiane L.C. Oldoni⁴, Germano Vêras (PQ)⁵. *paulo.diniz@ufob.edu.br

¹Universidade Federal do Paraná, ² Universidade Federal da Paraíba, ³ Universidade Federal do Oeste da Bahia
⁴Universidade Tecnológica Federal do Paraná, ⁵ Universidade Estadual da Paraíba.

Palavras Chave: *i*PCA, seleção de variáveis, Infravermelho médio, cachaças.

Introdução

A cachaça é uma bebida alcoólica genuinamente brasileira produzida a partir da fermentação e destilação do caldo da cana-de-açúcar. Sendo uma das bebidas mais consumidas no Brasil, a cachaça é reconhecida mundialmente como símbolo brasileiro ao redor do mundo devido ao seu uso no preparo da caipirinha. A paixão dos brasileiros por essa bebida é tão grande que, segundo dados do MAPA, 26 das 27 Unidades Federativas possuem registros para a produção dessa bebida.

A região Sudeste é responsável por mais de 70% da produção nacional seguida da região Nordeste com 14,5%. No Nordeste, a Microrregião do Brejo do Estado da Paraíba desponta como uma das principais produtoras de cachaça de alta qualidade do país, produzindo produtos que abastecem os mercados locais, nacional e internacional. Contudo, apesar da alta qualidade das cachaças produzidas na região do Brejo Paraibano, nenhuma delas possuem selos de Identificação de Procedência (IP) ou de Denominação de Origem (DO).¹

Assim, este trabalho tem como objetivo fazer uma discriminação rápida de cachaças produzidas na região do Brejo Paraibano utilizando a Espectroscopia no Infravermelho Médio e seleção de intervalos de variáveis combinado com Análise por Componentes Principais (*i*PCA).

Resultados e Discussão

Um total de 163 amostras de cachaças foram doadas por engenhos do Brejo Paraibano e adquiridas em estabelecimentos

comerciais das cidades de João Pessoa e Campina Grande, ambas no Estado da Paraíba. A classe Brejo Paraibano (BJ) foi composta por 112 amostras, enquanto a classe cachaças produzidas em outras regiões geográficas do país (OR) contém 51 amostras.

Os espectros foram registrados usando um espectrômetro NIR-MIR, da BRUKER, Vetex 70, equipado com acessório de ATR, na região de 4000 a 200 cm^{-1} . O tratamento quimiométrico foi realizado usando o Matlab® 20011b.

O gráfico dos escores de PCA (Fig. 1a) para o modelo contendo todas as variáveis espectrais não apresenta nenhuma tendência de separação para as amostras em termos de origem geográfica. Contudo, ao utilizar *i*PCA, há uma boa tendência de separação em torno de PC2 na região de impressão digital entre 1100 e 1200 cm^{-1} (Fig. 1b).

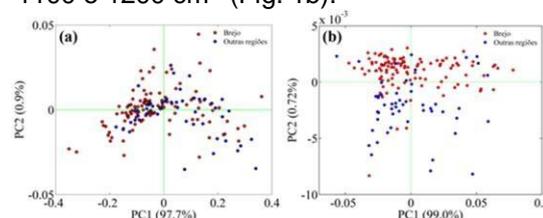


Figura 1. Gráficos de escores usando (a) PCA e (b) *i*PCA.

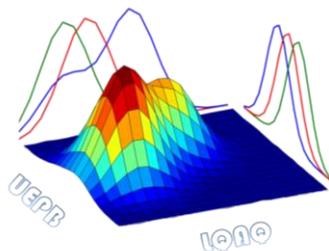
Conclusões

A metodologia proposta demonstrou ser uma ferramenta útil e rápida para a triagem não destrutiva das cachaças do Brejo Paraibano.

Agradecimentos

À CAPES e ao CNPq pelas bolsas concedidas.

Brasil, MAPA. A cachaça no Brasil: dados de registro de cachaças e aguardentes. Brasília-DF, 2019.



Uso de Técnicas de Reconhecimento de Padrões para Classificação de Medicamentos Equivalentes Farmacêuticos

Hilthon Alves Ramos¹(IC*), Rômulo Guimarães Nogueira²(PG), Danúbio Leonardo Bernardino de Oliveira³(PQ), Felipe Hugo de Alencar Fernandes^{2,4}(PQ), Ana Cláudia Dantas de Medeiros²(PQ), Germano Vêras²(PQ). *Hilthonalves.uepb@gmail.com

¹Laboratório de Química Analítica e Quimiometria (LQAQ), Universidade Estadual da Paraíba (UEPB) PB, Brasil. ²Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, Universidade Estadual da Paraíba (UEPB), PB, Brasil. ³Programa de Pós-graduação em Química, Universidade Estadual da Paraíba (UEPB), PB, Brasil. ⁴Faculdade de Ciências Médicas (UNIFACISA - Centro-Universitário), PB, Brasil.

Palavras Chave: Equivalência Farmacêutica. Controle da qualidade. Reconhecimento de padrões.

Introdução

Medicamentos Equivalentes Farmacêuticos possuem a mesma via de administração e quantidade da mesma substância ativa. Assim sendo, possuem aparência física semelhante, e, portanto, de difícil discriminação visual. Neste sentido, fraudes podem ocorrer por substituição de medicamentos de referência daqueles similares, mais baratos e sem normalmente eficácia comprovada na formulação. Baseada na identificação de fraudes em medicamentos equivalentes farmacêuticos este trabalho propõe uso de análise de comprimidos por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) para classificar entre medicamentos de referência e similares com associação de técnicas de reconhecimento de padrão supervisionadas.

Resultados e Discussão

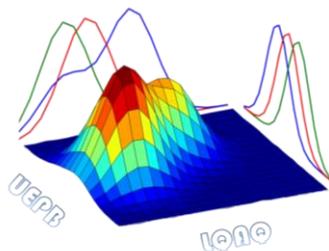
Comprimidos de uso oral contendo Dipirona (300mg), Cafeína (50mg) e Orfenadrina (35mg) de quatro fabricantes distintos foram utilizados, sendo um medicamento de referência (R) e três similares (S1, S2 e S3), perfazendo 50 amostras, sendo 20 para R e 10 para cada similar. A técnica analítica utilizada foi a Calorimetria de Varredura Diferencial (DSC), com cadinhos de alumínio com cerca de $2\pm 0,1$ mg de amostra sob

atmosfera de nitrogênio, na vazão de 50 mL.min⁻¹, elevação da temperatura de 30 a 400°C a uma taxa 10°C min⁻¹. Inicialmente os dados foram reduzidos pela média móvel de cinco pontos e, em seguida, foram avaliados os pré-processamentos Variação Normal Padrão (SNV, do inglês *Standard Normal Variate*) e por Correção Multiplicativa de Sinal (MSC, do inglês *Multiplicative Scatter Correction*). Os conjuntos de treinamento (80% para cada grupo) e de teste (20%) foram obtidos utilizando algoritmo de Kennard-Stone. Em seguida, modelos SIMCA e SPA-LDA foram construídos. Foram utilizadas 6, 4, 5 e 5 variáveis latentes para as classes R, S1, S2 e S3 para SNV e MSC, respectivamente, para o modelo SIMCA. Para o SPA-LDA, o modelo foi obtido com 6 variáveis selecionadas por SPA. O melhor modelo foi obtido pelo SPA-LDA, obtendo 75% de classificação correta para a classe R e 100% para S1, S2 e S3, para SNV e MSC.

Conclusões

A técnica analítica DSC, portanto, foi considerado uma alternativa viável para avaliação de medicamentos equivalentes farmacêuticos e para garantia da qualidade dos mesmos.

¹Ferreira, Márcia M. C. Quimiometria: Conceitos, Métodos e Aplicações. Campinas: Editora da Unicamp, 2015, 493p.
²SHARGEL, L. & YU, A.B.C. – Applied biopharmaceutics and pharmacokinetics. 4a. ed. Stamford: Appleton & Lange, 1999.768p.



Uso de um espectrofotômetro NIR portátil para autenticação de cafés gourmet usando classificadores *one-class*

Taynná K. L. de Araujo¹ (IC); David D. S. Fernandes¹ (PQ); Paulo H. G. D. Diniz² (PQ); Edvan C. da Silva¹ (PQ); Mário César U. Araujo¹ (PQ).

¹Universidade Federal da Paraíba (UFPB)

²Universidade Federal do Oeste da Bahia (UFOP)

Palavras Chave: cafés, nanoNIR, classificadores *one-class*

Introdução

O café é uma das bebidas mais consumidas do mundo, o que torna a demanda por produtos de alta qualidade cada vez maior. Os cafés torrados e moídos são, usualmente, classificados de acordo com os critérios estabelecidos para análise sensorial realizada por provadores treinados em função da qualidade global (sabor e aroma) [1-2]. Todavia, esse tipo de análise apresenta subjetividade devido às diferenças de sensibilidades entre provadores. Assim, esse trabalho objetiva o uso de espectrofotômetro NIR portátil para autenticação de cafés gourmet utilizando os algoritmos OC-PLS e DD-SIMCA como classificadores “*one-class*” (OCC).

Resultados e Discussão

Um total de 40 amostras de cafés certificados pelo Núcleo Global de Análise e Pesquisa (NUGAP) foi utilizado, sendo 20 amostras da classe gourmet, escolhida como classe alvo. As amostras foram acondicionadas em placas de Petri para aquisição dos espectros de reflectância (em triplicata) na região de 900 a 1700 nm empregando um espectrofotômetro miniaturizado (Texas Instruments, nanoNIR). Uma pastilha de PTFE foi usada como branco. Todo o tratamento quimiométrico foi realizado usando o Matlab® 20011b.

Na **Tabela 1** são apresentados os resultados obtidos por OC-PLS e DD-SIMCA em termos de taxas de precisão, sensibilidade e especificidade usando os espectros pré-processados com correção de linha de base. O melhor resultado foi obtido empregando o algoritmo OC-PLS em ambos níveis de significância estatística (α) avaliados.

Tabela 1. Taxas de sensibilidade, especificidade e precisão (em %) obtidas para DD-SIMCA e OC-PLS na autenticação de amostras de cafés gourmet por espectroscopia NIR.

		α	PCs/ LVs	Sens	Espec	Prec
DD-SIMCA	Treinamento	0.01	9	100	-	100
	Teste			100	70,0	100
	Treinamento	0.05	9	93,3	-	93,3
	Teste			60,0	85,0	60,0
OC-PLS	Treinamento	0.01	9	100	-	100
	Teste			80,0	95,0	80,0
	Treinamento	0.05	9	100	-	100
	Teste			80,0	95,0	80,0

*Sens: sensibilidade; Espec: especificidade; Prec: precisão; PC: componente principal; LV: variável latente.

Conclusões

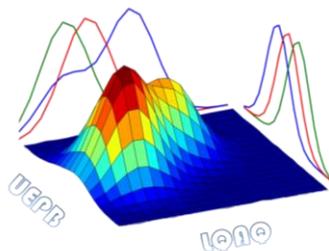
Neste trabalho, o uso da espectroscopia NIR e técnicas de classificação *one-class* permitiu realizar com sucesso a autenticação de cafés gourmet. O classificador DD-SIMCA alcançou 100% de precisão e sensibilidade para as amostras gourmet, adotando-se o nível de significância de 0,01%. A utilização do espectrofotômetro nanoNIR combinada ao DD-SIMCA mostrou-se uma ferramenta analítica de baixo custo. Ademais, não envolve a geração de resíduos químicos quando usada para fins de autenticação de cafés gourmet.

Agradecimentos

UFPB; INCTAA, LAQA; CNPQ; NUGAP e SÃO BRAZ.

¹ Barrios, B. E. Caracterização física, química, microbiológica e sensorial de cafés (*coffea arabica* L.) da região Alto Rio Grande-Sul de Minas Gerais. Lavras: UFLA, 2001.70 p. (Dissertação de Mestrado em Ciências dos Alimentos).

² Victória, M. C.; Ferrari, C. P. Caracterização físico-química e sensorial de café descafeinado. In: Simpósio de Ciências de Alimentos: Alimentos e Saúde. Anais de Simposal 2003. Florianópolis, 2003, UFSC, 4 p.



Uso de um espectrômetro NIR portátil e métodos de reconhecimento de padrões para ações de fiscalização de qualidade de café.

Gaspar da Costa Martins¹(IC)*, Cecília Ximenes Pereira¹(IC), Simone da Silva Simões¹(PQ)

¹ Universidade Estadual da Paraíba, Departamento de Química.

Palavras Chave: Qualidade, NIR, fiscalização.

Introdução

Café é um dos principais produtos agrícolas cujo processamento exige a atenção máxima para garantir a qualidade do produto. Segundo a normativa nº 16, de 24/5/2010, do ministério agricultura, pecuária e abastecimento, para garantir qualidade do café este deve apresentar no máximo 1% de impurezas, sedimento e matérias estranhas. A adulteração do café afeta suas características sensoriais. Garantir que o café está dentro dos padrões de qualidade depende de vários fatores, dentre os quais localização geográfica, a maneira de colheita e processamento. As adulterações do café são difíceis de serem detectadas sem colaboração de métodos analíticos. Neste trabalho é proposto o uso de um espectrômetro microNIR para identificação de marca de café produzidos em localizações geográficas diferentes e para detecção de adulteração do café torrado e moído.

Materiais e métodos

Foram coletadas cinco amostras de café 5 diferentes marcas, produzidas em 4 regiões geográficas, sendo 2 no nordeste do Brasil (SC e SB), 1 do sul do Brasil (PR) e 2 no Timor Leste (T1 e TL). Os cafés tiveram sua granulometria homogeneizada (80 mesh) e posteriormente foram registrados os espectros de 20 porções de cada marca utilizando um MicroNIR1700 ultracompacto, JDSU Corporation® (950 nm a 1650 nm), equipado com um acessório de transmitância. Além disso, foi simulada uma adulteração adicionando-se quantidades de pó de madeira serrada ao café da marca T1. O tratamento dos dados e os modelos de reconhecimento de padrões foi realizado utilizando o UnscramblerX 10.4.

Resultados e Discussão

De acordo com a análise exploratória, dos dados pré-tratados com suavização utilizando o polinômio Savitzky-Golay de 1ª ordem e janela de 7 pontos, associada a SNV, foi possível separar o café TL (de qualidade inferior) dos demais cafés (Figura 1a). Os cafés produzidos na região nordeste (SB, SC) se agruparam nos escores negativos de PC1 e o café produzido na região sul (PR) e o café do Timor Leste de maior qualidade (T1) se agruparam nos escores positivos de PC1 (Figura 1b). Vale salientar que SC e SB são cafés de qualidade intermediária e que PR e T1 são cafés com maiores qualidade e valor agregado. A figura 3c mostra o gráfico dos escores para o café T1 puro e com adulteração (T1cont), nela pode-se observar que os cafés puros se agruparam nos escores negativos de PC1 e que os cafés adulterados se agruparam no escores positivos de PC1.

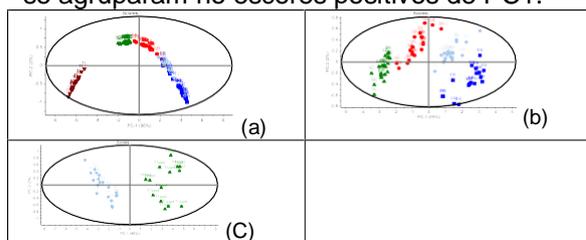


Figura 1: Gráfico dos escores de PC1xPC2

Conclusões

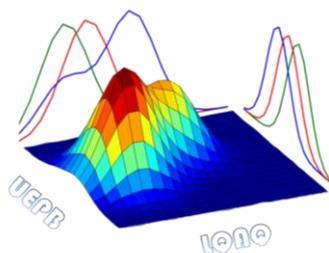
Pode-se observar a viabilidade do equipamento micronir portátil junto às técnicas de reconhecimento de padrões não supervisionados para a fiscalização de qualidade de cafés.

Agradecimentos

NUQAAPE.

¹ Curtis, TAVARES, Katiany Mansur. Detecção de adulteração em café riado torrado e moído por espectroscopia no infravermelho e análise sensorial. 2012.

M. D.; Shiu, K.; Butler, W. M. e Huffmann, J. C. *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 3335.



Utilização da espectroscopia de fluorescência molecular usando matrizes de excitação-emissão (EEM) no rastreamento do câncer de mama.

Daniel L. D. Freitas^{1,*} (PG), Ingrid M. Câmara¹ (IC), Ricardo F. Santos¹ (PG), Kássio M. G. Lima¹ (PQ).
Daniellucas77@hotmail.com

¹ Instituto de Química, Química Biológica e Quimiometria, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal 59072-970, Brasil.

Palavras Chave: Espectroscopia, mama, classificação.

Introdução

A mortalidade devido ao câncer de mama pode ser reduzida através de programas de rastreamento. A introdução de métodos pouco invasivos é desejável. Assim, o objetivo deste trabalho é avaliar o uso da espectroscopia de fluorescência molecular com matrizes de excitação-emissão (EEM) e classificação multivariada como método alternativo no rastreamento do câncer de mama. A metodologia consiste na aquisição de dados a partir de plasmas sanguíneos de pacientes caso e controle ($n = 21$), processamento dos dados e aplicação de algoritmos supervisionados de segunda ordem.

Resultados e Discussão

Neste trabalho, o modelo nPLS-DA se mostrou eficiente alcançando sensibilidade (100%) e especificidade (85,7%) semelhantes aos obtidos pelo método padrão, hoje considerado como a mamografia (88-93% e 85-94%, respectivamente).

Figura 1. Gráfico de scores antes e após a aplicação do modelo nPLS-DA.

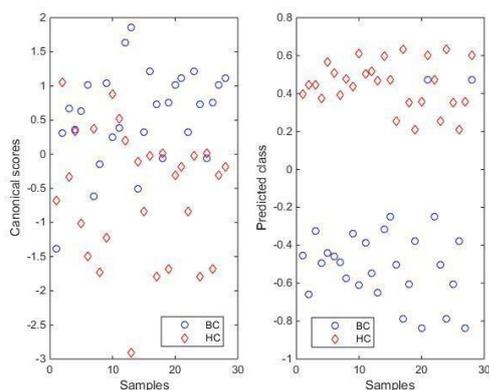


Tabela 1. Resultados estatísticos para os modelos multivariados de segunda ordem.

RESULTADOS	SENS (%)	SPEC (%)
PARAFAC-LDA	57,1	71,4
PARAFAC-QDA	71,4	71,4
Tucker3-LDA	57,1	71,4
Tucker3-QDA	71,4	71,4
nPLS-DA	100	85,7
Mamografia	88-93	85-94

SENS = Sensibilidade; SPEC = Especificidade.

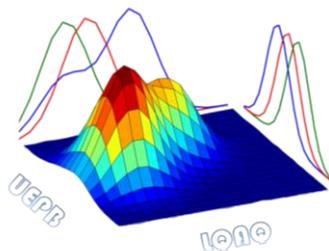
Conclusões

Conseguimos obter respostas rápidas, de modo não-invasivo e não destrutivo com baixo custo envolvido. A metodologia proposta possibilita a resolução de problemas clínicos como um possível método analítico alternativo e que pode ser utilizada para diversas outras áreas.

Agradecimentos

Agradecemos ao Instituto de Química (UFRN), CNPq e CAPES pelo apoio financeiro, assim como a colaboração com a Liga Contra o Câncer e a Prontoclínica Dr. Paulo Gurgel pelas amostras concedidas.

BAKER, Matthew J et al. *Nature Protocols*. **2014**, 1771-1791.
M. PARASKEVAIDI, Maria et al. *Analyst*, 2018.
NEVES, Ana C. O. et al. *RSC Adv*. **2016**, 6, 99648.



Utilização de espectroscopia vibracional, fusão de dados e aprendizagem de máquina para verificação de autenticidade de polpa de açaí

Elem Tamirys dos Santos Caramês^{1*}(PG), Juliana Azevedo Lima Pallone¹ (PQ).

Departamento de Ciência de Alimentos, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas. Rua Monteiro Lobato, 80, 13083-862. Campinas, SP, Brasil.

Palavras Chave: *quimiometria, adulteração, fraude.*

Introdução

A legislação brasileira classifica as polpas de açaí em três categorias: fino, médio e grosso, de acordo com o teor de sólidos solúveis (Brasil 2018). Porém, a adição de substâncias que mascaram o teor de sólidos totais do produto é uma fraude recorrente na produção de polpa de açaí.

Nesse sentido o objetivo desse trabalho foi avaliar o potencial de uso da espectroscopia vibracional no infravermelho próximo e médio (NIR e MIR), através da fusão de dados em nível baixo, para a criação de modelo de classificação SIMCA (*Soft Independent modeling by Class Analogy*) capaz de detectar a adulteração de polpa de açaí com a adição de farinhas de mandioca, de tapioca, de trigo (5%, 10%, 20% e 40% m/m) e emulsificante (1%, 2,5%, 5% e 10% m/m).

Resultados e Discussão

O modelo SIMCA foi construído a partir da fusão de dados espectrais coletados no NIR (10000 cm^{-1} – 4000 cm^{-1}) e MIR (4000 cm^{-1} – 400 cm^{-1}). Ambas matrizes de dados espectrais tiveram o espalhamento de radiação suavizado pelo método SNV (*Standard Normal Variate*) e por tratamento centrar na média. Os dados foram então conectados, obtendo-se a matriz de fusão de dados.

O modelo SIMCA, baseado na matriz de fusão, foi determinado utilizando 7 componentes principais (PC) para a classe de amostras adulteradas e 3 PCs para a classe de amostras autênticas.

Avaliando a matriz de confusão, valores de sensibilidade e especificidade (Tabela 1),

observou-se percentuais de sensibilidade e especificidade acima de 95% para todas as classes, durante a calibração e validação externa.

Tabela 1. Matriz de confusão do modelo SIMCA.

	Calibração		Validação externa	
	Adulterado	Autêntico	Adulterado	Autêntico
Predito como adulterado	48	1	31	0
Predito como autêntico	0	209	1	90
Sens (%)	100	99,5	96,9	100
Espec (%)	99,5	100	100	96,9

* Sens.: sensibilidade; Espec: especificidade.

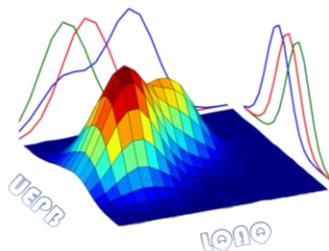
Conclusões

O modelo SIMCA, baseado na matriz de fusão, apresentou ótima performance para a detecção de fraudes em polpa de açaí, demonstrando o potencial da espectroscopia vibracional e da fusão de dados para a garantia da autenticidade do produto.

Agradecimentos

FAPESP (2018/09759-3) e CNPq (142414/2016-6).

Brasil (2018) Instrução Normativa nº 37- Parâmetros Analíticos e Quesitos complementares aos Padrões de Identidade e Qualidade de Polpa de fruta. 28



Utilização de Imagens Hiperespectrais para Identificação de Sementes de Algodão Transgênico

Priscilla Dantas Rocha *(PG)¹, Ingrid Kelly Teles de Farias (IC)¹, Juliana Lima Brasil da Silva (IC)¹, Everaldo Paulo de Medeiros (PQ)², Simone da Silva Simões (PQ)¹

*priscilla.dantas@outlook.com

¹Universidade Estadual da Paraíba – UEPB; ² Embrapa Algodão

Palavras Chave: *Gossypium L*, Metodologias Alternativas, Quimiometria.

Introdução

Os Organismos Geneticamente Modificados (OGM's) são aqueles organismos em que o material genético não tenha sido alterado de maneira natural por acasalamento ou/e recombinação. As modificações genéticas são realizadas para garantir variedades mais robustas, de maior qualidade e rendimento, tolerantes a herbicidas. Como os OGM's se consolidaram como a tecnologia mais rápida adotada na história recente da agricultura moderna¹, algumas leis têm sido elaboradas em relação ao uso, identificação, quantificação e diferenciação de cultivares convencionais dos OGM's. Atualmente os métodos convencionais utilizados para esse fim são laboriosos, caros, demorados e não preservam as amostras. Diante do exposto o objetivo deste trabalho é desenvolver uma metodologia alternativa às convencionais para a distinção rápida e precisa entre cultivares convencionais e OGM's de algodão utilizando imagens hiperespectrais na região do infravermelho próximo (HSI-NIR) aliadas a técnicas quimiométricas de reconhecimento de padrões supervisionado, PLS-DA.

Metodologia

As imagens hiperespectrais das 70 sementes foram obtidas utilizando um Espectrômetro sisuChema SWIR - Specim®. Para a construção do modelo PLS-DA foram utilizadas 40 sementes, sendo 20 convencionais e 20 transgênicas. Na etapa de teste foram utilizadas 30 sementes sendo, 16 convencionais e 14 transgênicas.

Resultados e Discussão

Todas as imagens hiperespectrais obtidas, passaram por alguns processos de escolha da região de interesse (ROI), selecionando os pixels referentes as amostras, através do

histograma de frequência de pixels. Outro procedimento que é feito com imagens hiperespectrais é o desdobramento dessa imagem já que a mesma tem o formato de um hipercubo (3D). O pré-processamento que obteve melhor resultado foi a 1° derivada com polinômio de 2° ordem e janela de 7 pontos. O modelo PLS-DA foi construído com 9 variáveis latentes. Na etapa de treinamento foi alcançado um valor de sensibilidade de 0,8548 e seletividade de 0,8938, para um limiar de 0,4831. Na etapa de teste a imagem contendo 30 amostras foi projetada no modelo, obtendo-se um valor de sensibilidade de 0,420 e 0,975, e especificidade de 0,975 e 0,420, para as classes convencionais e transgênicas, respectivamente.

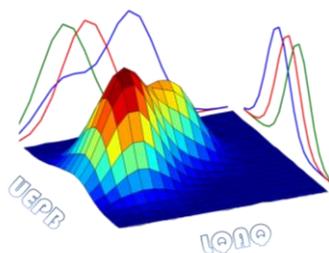
Conclusões

O modelo HSNIR-PLS-DA, de forma geral, foi capaz de fazer a distinção entre as amostras transgênicas e convencionais de maneira eficaz mostrando-se uma boa ferramenta auxiliar aos métodos convencionais e adequados para uma análise prévia das amostras. Na etapa de teste, 9 amostras convencionais e 12 amostras transgênicas foram classificadas de forma correta e inequívoca em suas respectivas classes. 2 amostras convencionais foram classificadas incorretamente na classe transgênica, representando um falso positivo. Não foi observada a presença de falsos negativos na classificação, já que o modelo não apresenta a tendência de classificar amostras transgênicas como convencional, o que poderia representar um risco de contaminação de áreas nativas e um grande prejuízo ao meio ambiente.

Agradecimentos

EMBRAPA algodão e INCTAA.

¹ ISAAA. ISAAA: Ithaca, NY. 2018.54.



Utilização de métodos quimiométricos como uma proposta alternativa para triagem de cães portadores de Leishmaniose Visceral Canina (Calazar).

João V. M. Mariz^{*1} (IC), Daniel L. D. Freitas² (PG), Tamyres B. D. Queiroga³ (PG), Henrique R. P. Ferreira⁴ (PG), Kássio M. G. Lima⁵ (PD), Renata A. Gama⁶ (PD), Paulo M. M. Guedes⁷ (PD). joãomedeirosmariz@gmail.com.

1,2,7 - Universidade Federal do Rio Grande do Norte – Instituto de Química – Laboratório de Química Biológica e Quimiometria. Endereço: Avenida Senador Salgado Filho, 3000 - Lagoa Nova, Natal – RN, 59072-970.

3,4,5,6 – Universidade Federal do Rio Grande do Norte – Centro de Biociências – Laboratório de Insetos e Vetores. Endereço: Avenida Senador Salgado Filho, 3000 - Lagoa Nova, Natal – RN, 59064-741.

Palavras Chave: Leishmaniose, Espectroscopia, GA-QDA.

Introdução

Leishmaniose Visceral é uma das doenças parasitárias que mais mata no mundo, fatal em mais de 95% dos casos sem tratamento. A espécie causadora, a *Leishmania infantum*, tem o cão como principal reservatório, sendo sintomáticos e assintomáticos infecciosos para os vetores. O diagnóstico realizado em cães é o teste imunocromatográfico TR-DPP® LVC Bio-manguinhos (aproximadamente R\$ 15,00 por teste, com resultado em 24 horas), seguido de ensaio imunoenzimático ELISA.

Objetivo: Avaliar uso da espectroscopia ATR-FTIR junto a algoritmos quimiométricos como proposta alternativa para triagem de cães com calazar.

Metodologia: Foram realizadas coletas de dados espectroscópicos a partir da análise do plasma sanguíneo (n=30 para calazar e controle) utilizando ATR-FTIR.

Resultados e Discussão

O melhor resultado foi encontrado utilizando o a combinação GA-QDA para o tratamento dos dados, alcançando valores de sensibilidade e especificidade de 88,9% e 100%, respectivamente, que são considerados ótimos

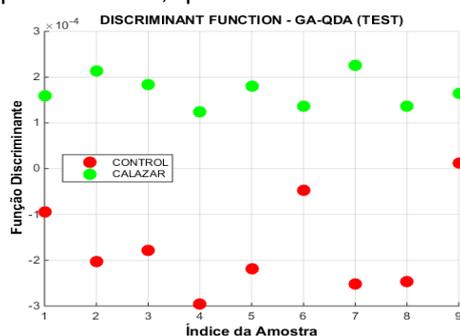


Figura 1. Função Discriminante – GA-LDA (Test).

em comparação com o método padrão, DPP/ELISA, que possuem 90,6% e 95,1% de valores de sensibilidade e especificidade, respectivamente.

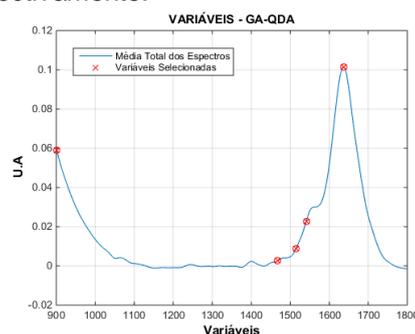


Figura 2. Variáveis Selecionadas - GA-LDA.

Conclusões

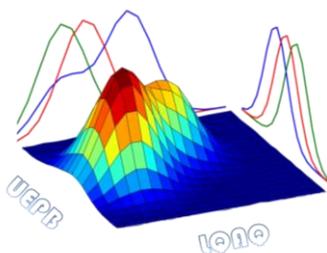
Nota-se a eficiência do método proposto a partir da comparação com a sensibilidade e especificidade com método padrão, além de vantagens como a não utilização de reagentes e a alta frequência analítica. É um método de baixo custo e praticamente não invasivo, podendo ser adaptado para atividade de campo usando espectrofotômetros portáteis.

Agradecimentos

Agradecimento especial às agências de fomento (CNPq e CAPES), e aos colegas biólogos do laboratório de Insetos e Vetores pela parceria e por acreditar em nossa competência diante desta problemática.

1 LAURENT, M.D. et al. Asymptomatic dogs are highly competent to transmit *Leishmania (Leishmania) infantum chagasi* to the natural vector. *Veterinary Parasitology*, 2013.

2 SANTOS, M. C. D. et al. ATR-FTIR spectroscopy coupled with multivariate analysis techniques for the identification of DENV-3 in different concentrations in blood and serum: a new approach. *RSC Advances*, v. 7, p. 25640-25649, 2017.



Utilização de métodos quimiométricos na diferenciação de espécies de canela verdadeira e canela falsa

Júlia S. Lopes^{1*}(PG), Amanda B. S. Lima¹(PG), Daniele G. Conceição¹(PG), Sthefany N. G. Pinto¹(IC), Sibelli P. B. Ferrão¹(PQ), Leandro S. Santos¹(PQ).

**julia.s.lobes14@hotmail.com*

Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Praça Primavera-40, Bairro Primavera, 45700-000, Itapetinga, BA, Brasil.

Palavras Chave: Canela, diferenciação, ACP.

Introdução

As duas variedades mais comuns de canela encontradas no mercado são a do Ceilão e a Cassia sendo classificadas como canela verdadeira e canela falsa respectivamente.

Diante disso, torna-se necessário um método rápido e robusto de classificação de amostras de canela verdadeira e canela falsa como a espectrometria de Infravermelho Médio e análises físico-químicas associadas à quimiometria.

Resultados e Discussão

A análise de componentes principais (ACP) com caráter exploratório realizada a partir das absorvâncias provenientes do espectro de infravermelho médio – FTIR-ATR (Figura 1 A) e dos dados das análises físico-químicas (compostos fenólicos totais, açúcar redutor, açúcar total, flavonoides e DPPH) (Figura 1 B) teve o intuito de encontrar relações entre as variáveis e o conjunto de dados de amostras e dessa maneira tornar possível um agrupamento, possibilitando utilização de um menor número de variáveis sem perdas significativas de informação presente no conjunto total de dados.

A variabilidade no perfil de composição das amostras de canela pode ser justificada pela influência de diversos fatores como a origem geográfica, condições edafoclimáticas, condições de processamento, armazenamento e a espécie de canela analisada. As espécies de canela verdadeira possuem em sua composição maiores teores dos compostos aromáticos, fenólicos e flavonoides resultando em maior atividade antioxidante¹.

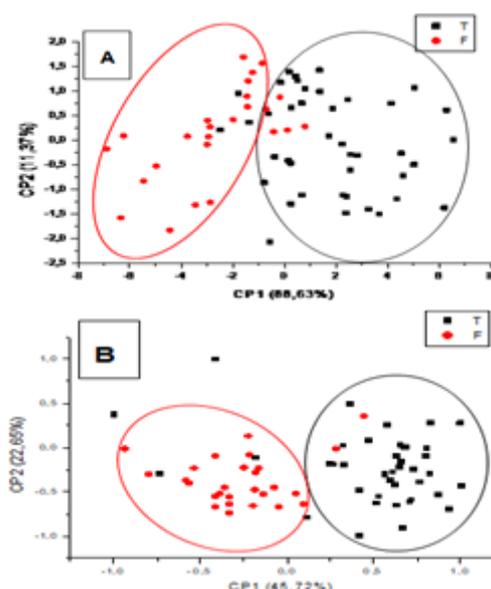


Figura 1. Análise de Componentes Principais com dados do FTIR (A) e com dados das análises físico-químicas (B) de amostras de canela verdadeira (T) e canela falsa (F).

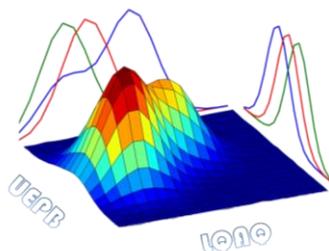
Conclusões

A Espectrometria de Infravermelho médio e análises físico-químicas associadas à ACP são eficientes na diferenciação das amostras de canela verdadeira e canela falsa.

Agradecimentos

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

¹Farag, A. M.; Labib, M. R.; Noleto, C.; Porzel, A. e Wessjohann, A. L. *LWT*. 2018, 90, 491.



Utilização do critério de fisher na seleção de scores em pca-lda para identificação de fraudes no envelhecimento de cachaças em barril de madeira.

Valber E. Almeida (PG)^{1*}, David D. S. Fernandes (PQ)¹, Marcelo M. Fontes (PR)², Paulo H.G.D. Diniz³, Adriano A. Gomes⁴, Germano Veras (PQ)⁵, Mario C. U. Araújo (PQ)¹.

¹ Universidade Federal de Paraíba, ² Instituto SENAI de Tecnologia, ³ Universidade Federal do Oeste da Bahia,

⁴ Universidade Federal do Rio Grande Sul, ⁵ Universidade Estadual da Paraíba.

*Autor correspondente: valber.elias@academico.ufpb.br (Valber E. Almeida).

Palavras Chave: PCA-LDA, Poder de discriminação, Fraude, Cachaça.

Introdução

A Análise por Componentes Principais é uma técnica utilizada para redução dimensional, em que as variáveis originais são decompostas em novas variáveis (PCs), que resumem de forma decrescente e cumulativa a variância dos dados originais. Esta característica favorece a utilização das PCs como dados de entrada em Análise Discriminante Linear (PCA-LDA), que tradicionalmente utiliza as PCs ordenadas em termos de variância explicada (VE), o que nem sempre descreve a direção discriminante no espaço definido pelas variáveis originais. Como alternativa, pode-se escolher PCs discriminantes baseando-se no critério da discriminabilidade de Fisher, dando origem ao PCA-DISP-LDA.

A Instrução Normativa nº 13, de 29 de junho de 2005 estabelece que a cachaça pode ser classificada como branca, envelhecida, premium e extra premium. Neste contexto uma cachaça é denominada envelhecida quando 50% (v/v) é envelhecido por no mínimo um ano em barril de madeira, enquanto que uma cachaça “branca” não é submetido a este processo. Neste trabalho, utilizamos PCA-DISP-LDA para detectar falsificação de cachaças envelhecidas em barris de Amburana, Carvalho e Frejó, substituídas por cachaças brancas, adicionadas de extratos das respectivas madeiras.

Resultados e Discussão

As amostras de cachaça envelhecidas foram coletadas em uma destilataria na cidade de Areia-PB, enquanto que as amostras falsificadas foram preparadas a partir da

adição de extratos etanólicos de amburana e carvalho à amostras de cachaça branca. Os espectros NIR das 91 amostras foram obtidos na faixa de 1000 a 1830 nm, com 1nm de resolução e cubeta de 1mm de caminho ótico. Na **Figura 1** é possível verificar que na modelagem PCA-LDA, duas das três PCs com maior (PD) poder discriminante (13 e 15) não foram incluídas. Além disso, verifica-se que as duas primeiras PCs que carregam 79% da (VE) não possuem (PD) entre as duas classes, assim como as PCs 4, 5 e 6. Em contrapartida, no PCA-DISP-LDA as PCs 3, 7, 8, 9, 13, 15 e 17 somam 14,61% de (VE), mas apresentam (PD) suficiente para classificar corretamente todas as amostras envolvidas no estudo. Já para PCA-LDA, 9 PCs foram utilizadas resultando em 13 e 3 amostras incorretamente classificadas nos conjuntos de treinamento e teste, respectivamente, como apresentado na **Tabela 1**.

Conclusões

É possível afirmar neste estudo, que a espectroscopia NIR, com o auxílio do (PD) de Fisher associado ao PCA-LDA foi capaz de identificar corretamente cachaças “brancas” oportunamente vendidas como envelhecidas, mesmo adicionadas de extratos das respectivas madeiras, a fim de se simular um envelhecimento.

Agradecimentos

À CAPES, CNPq e INCTAA pelas bolsas concedidas.

BRASIL, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa Nº 13, DE 29 de junho de 2005.

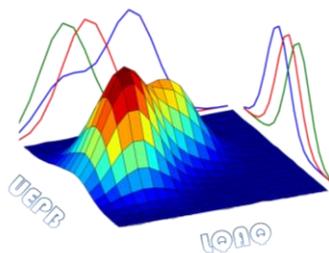


Figura 1 Discriminabilidade das PCs para PCA-LDA (entre chave) e PCA-DISP-LDA (barras vermelhas)

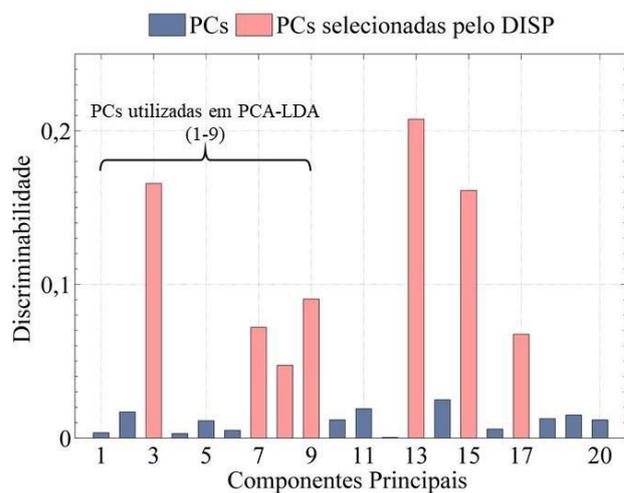
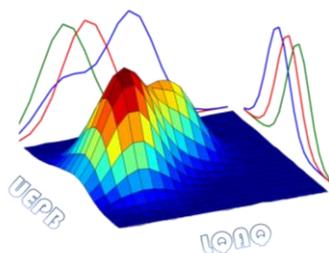


Tabela 1 Resultado para classificação das cachaças envelhecidas usando PCA-LDA e PCA-DISP-LDA.

	PCs (índice)	Taxa de erro (%)	
		Treinamento	Teste
PCA-LDA	7 (3, 7, 8, 9, 13, 15, 17)	100	100
PCA-DISP-LDA	9 (1-9)	83	80



Verifying the chemical profile of non-centrifugal cane sugars from South America: Application of kurtosis-based projection pursuit analysis

Michel Rocha Baqueta¹ (PG), Fernanda Peixoto Pizano¹ (IC), Juliana Damasceno Villani¹ (IC), Sandra Julieth Henao Toro¹ (PG), Adriana Pavesi Arisseto Bragotto¹ (PQ), Patrícia Valderrama^{2,*} (PQ) Juliana Azevedo Lima Pallone^{1,*} (PQ). *jpallone@unicamp.br

¹ University of Campinas – UNICAMP, Faculty of Food Engineering, Department of Food Science, Campinas, São Paulo, Brazil.

² Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), Campo Mourão, Paraná, Brazil.

Keywords: Cane sugar profile, Geographical origin identification, kPPA.

Introduction

Non-centrifugal cane sugar (NCS), known in Brazil as “rapadura”, is obtained artisanally from concentrated and solidified sugar cane juice,¹ and in some South American countries it is used as a nutritional source for child, replacing milk. In this study, NCS samples originating from regions of Brazil, Colombia, Ecuador, and Peru were evaluated for their calcium (Ca), iron (Fe), magnesium (Mg), acrylamide (AC) and moisture (M) contents, as well as for pH and color (L*, a* and b*). The obtained results were evaluated by kurtosis-based projection pursuit analysis (kPPA), an exploratory tool of unsupervised pattern recognition,² to extract information about the chemical profile of NCS samples.

Results and Discussion

The samples showed a complex matrix for multivariate elucidation. kPPA results were determined by selecting the lowest kurtosis value for mineral profile (Fig. 1) and for other parameters more related to manufacturing (Fig. 2). All samples from Brazil, Colombia and Ecuador share similarities due to the calcium content (higher), while samples from Peru were generally by magnesium content and mainly iron (Fig. 1). This may be due to their sugarcane origin used in the preparation of the products, which carry the influence of the local environment. Among the other parameters (Fig. 2), most samples from Brazil were differentiated from the others, indicating that artisanal practices adopted in Brazil are clearly

distinguishable from those used in Colombia, Ecuador and Peru.

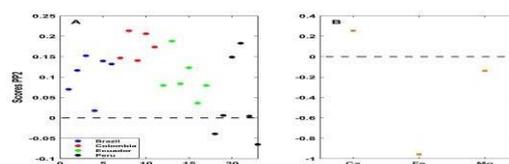


Figura 1. kPPA application in the mineral profile. (A) Scores; (B) Loadings.

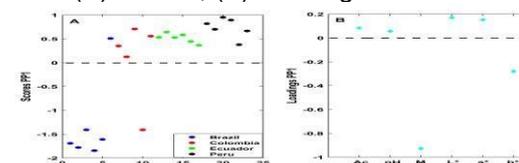


Figura 2. kPPA application in the other parameters. (A) Scores; (B) Loadings.

Conclusions

Although additional parameters can be considered to achieve better-defined clusters from each country, kPPA was able to extract unknown information until then on the provenance and manufacturing of NCSs from South America and identify the variables responsible for differentiation. Depending on the country under investigation, this may lead to the attainment of “Protected Designation of Origin.”

Acknowledgements

CAPES, CNPq and Fundação Araucária (033/2019).

¹Jaffé, W. R. J. *Food Compos. Anal.* **2015**, *43*, 194-202

²Hou, S.; Wentzell, P. D. *Anal. Chim. Acta.* **2011**, *704*, 1-15



RESUMOS

CALIBRAÇÃO MULTIVARIADA

Aplicação de modelagem quimiométrica via resolução de curvas multivariadas (MCR-ALS) em método cromatográfico (CLAE-DAD) para o estudo de estabilidade de Rutina.

José Izak Ribeiro de Araújo¹ (PG)*, Licarion Pinto² (PQ), José Lamartine Soares Sobrinho¹ (PQ), Mônica Felts de La Roca Soares¹ (PQ). e-mail: joseizakra@hotmail.com

¹Núcleo de Controle de Qualidade de Medicamentos e Correlatos (NCQMC), UFPE.

²Departamento de Química Fundamental (DQF), UFPE.

Palavras Chave: Degradação, otimização analítica, MCR-ALS.

Introdução

A rutina (RUT) tem a quercetina (QUERC) como principal produto de degradação (PD). Ela possui múltiplas propriedades terapêuticas. Sua atividade antioxidante tornou-se um atrativo comercial para a composição de produtos manipulados indicados para suplementação alimentar. A cromatografia líquida de alta eficiência com detector de arranjo de diodos (CLAE-DAD) é amplamente empregada nos estudos de estabilidade como ferramenta analítica dos testes de degradação forçada para detecção, separação e quantificação dos ativos e seus PD's. Para separação física eficiente desses compostos pode ser necessário o uso de um sistema de eluição mais complexo e longo, que pode inviabilizar as análises em decorrência dos custos, além de não ser consonante com a sustentabilidade ambiental. Através da aplicação de métodos quimiométricos é possível detectar analitos coeluídos e quantificá-los.

Resultados e Discussão

Neste trabalho foi utilizado o método de resolução de curvas multivariadas (MCR) que possibilitou efetuar a decomposição matemática de uma mistura de sinais em componentes individuais. O MCR foi otimizado através do algoritmo de mínimos quadrados alternados (ALS). Na fig.1 observa-se que a intensidade de sinal é aproximadamente 3 vezes e 2 vezes maior para RUT e QUERC, respectivamente. Além da redução do tempo de retenção para RUT e QUERC em 50% e 70%, respectivamente ao comparar o método com abordagem multivariada e o univariado.

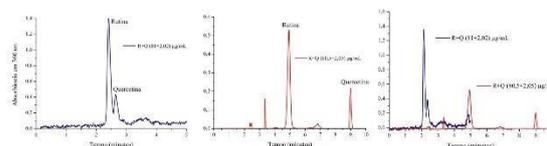


Figura 1. Cromatogramas em azul e vermelho representam os métodos CLAE-DAD com coeluição, usado para aplicar MCR-ALS com separação dos analitos (univariado), respectivamente e a comparação entre os dois.

Ao comparar as figuras 2(a) e 2(b), observa-se que para a eluição mais curta as variações dos tempos de retenção são menores e os picos são mais estreitos, o que promove uma melhor detectabilidade dos analitos que compõem as amostras.

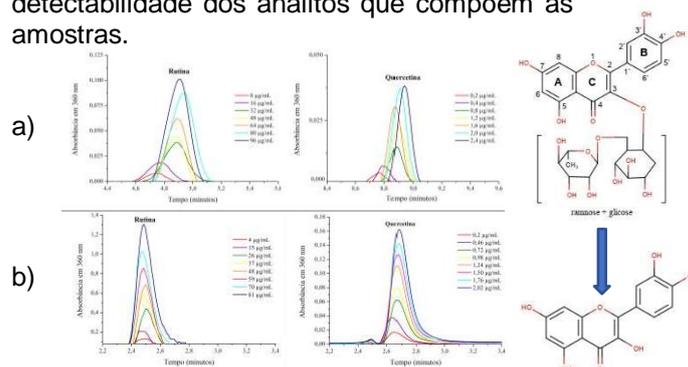


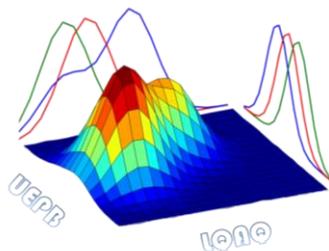
Figura 2. Cromatogramas da eluição em separado de RUT e QUERC (a) e da calibração individual para aplicação de MCR-ALS (b).

Conclusões

O tratamento por MCR-ALS possibilitou o emprego de um método CLAE-DAD, mais rápido e sensível para detectar e quantificar RUT e QUERC.

Agradecimentos

FACEPE, DQF/NCQMC-UFPE.



Aplicação de Random Forest para predição de resíduos de Tilosina em leite

Alexandre G. M. de Freitas¹ (PQ), Lucas A. C. Minho² (PG), Janine L. Soares¹ (IC), Naiara R. Alves¹ (IC), Sara C. Lima¹ (IC), Tainá B. dos Santos¹ (IC), Sérgio A. de A. Fernandes^{1,*} (PQ)

¹ Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Departamento de Tecnologia Rural e Animal, Rodovia BR 415, km 03, s/n, 45700-000, Itapetinga-BA.

² Universidade Federal de Minas Gerais, Departamento de Química, Av. Presidente Antônio Carlos, 6627, Pampulha, 31270-901, Belo Horizonte-MG.

*E-mail: sfernandes@uesb.edu.br

Palavras Chave: Tilosina, FTIR, Random Forest.

Introdução

Tilosina é um antibiótico macrolídeo e um dos antibióticos mais usados em escala global, devido ao preço relativamente baixo e à alta eficiência contra várias infecções bacterianas.¹

Por ser pouco biodegradável, é um potencial contaminante em alimentos de origem animal.²

O objetivo deste trabalho foi desenvolver um modelo de regressão para predição da concentração de resíduos de tilosina em leite aplicando Random Forest aos dados espectrais de FTIR.

13 amostras de leite cru de vacas saudáveis foram subdivididas em 11 alíquotas cada. 10 alíquotas foram fraudadas pela adição do padrão de tilosina para obter as concentrações de 10 a 100 $\mu\text{g L}^{-1}$ e uma alíquota não teve adição de padrão. As amostras de leite foram analisadas na região do infravermelho médio (1000-3000 cm^{-1}) e os dados espectrais obtidos foram padronizados.

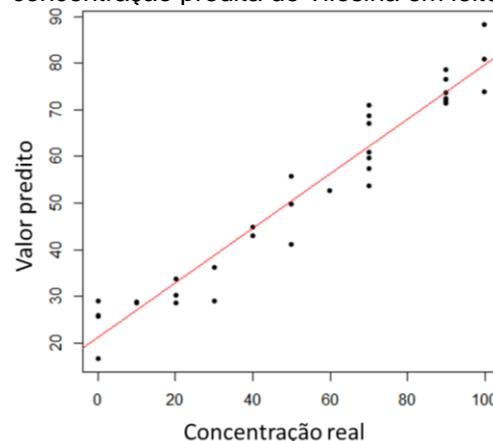
Resultados e Discussão

Aplicando Random Forest, foram avaliados os parâmetros número de árvores (*ntree*, 100 a 2000 de 100 em 100), número de variáveis selecionadas aleatoriamente para cada árvore (*mtry*, 1 a 16 de 1 em 1), tamanho das árvores (*node size*, 1 a 10 de 1 em 1) e tamanho do conjunto de treinamento (55%, 63,2%, 70% e 80%), totalizando 20480 modelos possíveis.

O melhor modelo foi obtido com 100 árvores, *mtry* = 9, *node size* = 1 e conjunto de treinamento de 80%. Este modelo apresentou $R = 0,9699$, $R^2 = 0,9407$; *mean of squared residuals* = 1,064; *out-of-bag mean squared*

error = 1,020. O modelo apresenta boa capacidade de predição da concentração de tilosina (0-100 $\mu\text{g L}^{-1}$) em leite. A Figura 1 apresenta o gráfico de correlação entre as concentrações reais e preditas.

Figura 1. Gráfico da concentração real \times concentração predita de Tilosina em leite.



Conclusões

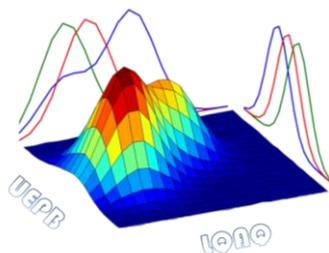
A combinação de FTIR com Random Forest demonstra potencial como ferramenta para a investigação de resíduos de antibióticos em leite, destacando-se a rapidez e simplicidade das análises, que não são destrutivas.

Agradecimentos

Capes e Fapesb.

¹ Ferrag-Siagh, F.; et al. *Environ. Sci. Pollut. Res.* **2014**, *21*, 8534-8542.

² Dong, H.; Yin, Y.; Guo, X. *Environ. Sci. Pollut. Res.* **2018**, *25*, 11754-11754.



Aplicação do MCR-ALS acoplado a espectroscopia de infravermelho para identificação e quantificação de lubrificantes residuais em óleo diesel.

Natanny K. N. Silva ^{1(IC)*}, Anne B. F. Câmara ^{1(PG)}, Luciene S. de Carvalho ^{1(PQ)}.

¹Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal 59078-900, Brasil.

(natannynascimento07@gmail.com)*.

Palavras Chave: Adulteração, MCR-ALS, Diesel.

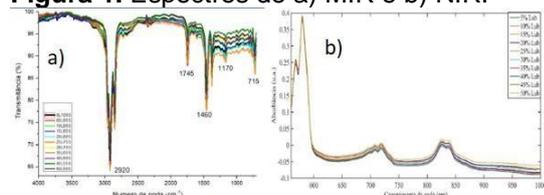
Introdução

No Brasil, a Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) é o órgão responsável pelo controle de qualidade do óleo a partir da utilização de técnicas físico-químicas, de forma a evitar fraudes na sua composição. Entretanto, nem sempre essas propriedades são suficientes para a identificação de adulterações. Dessa forma, o presente trabalho propõe a utilização de ferramentas espectroscópicas de infravermelho acopladas a resolução de curvas multivariada para a identificação e quantificação de óleos lubrificantes residuais neste combustível, visto que estas são mais rápidas e apresentam boa exatidão e precisão, além de não serem destrutivas^{1,2}.

Resultados e Discussão

As Figuras 1a e 1b mostram, respectivamente, os espectros de MIR e NIR de 11 amostras. O próximo passo foi a criação dos modelos MCR-ALS, sendo utilizadas 8 amostras para calibração e 3 para predição, onde foram selecionadas 2 componentes tanto para o MCR-NIR quanto para o MCR-MIR, de acordo com a seleção de autovalores fornecida na interface do algoritmo.

Figura 1. Espectros de a) MIR e b) NIR.



As curvas de predição para ambos os modelos podem ser visualizadas na Figura 2, onde os dados apresentam coeficiente de correlação de 0,994 e 0,978 e erros de 2,18 e 3,14 para MCR-NIR e MCR-MIR, respectivamente. Além disso, os modelos também conseguiram recuperar os espectros puros dos componentes originais presentes na mistura

(diesel, biodiesel e lubrificantes), conforme mostrado na Figura 3.

Figura 2. Curvas de predição para a) MCR-MIR e b) MCR-NIR.

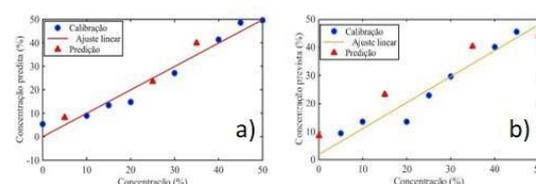
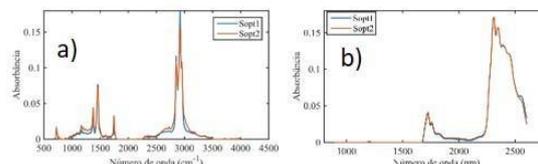


Figura 3. Espectros recuperados para a) MCR-MIR e b) MCR-NIR.



Conclusões

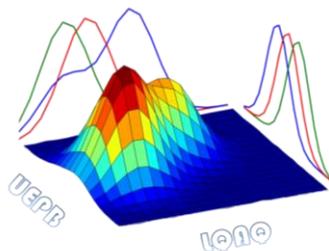
Os resultados obtidos por ambos os modelos apresentaram um bom ajuste linear, pois apresentou coeficiente de correlação próximo a 1 e baixos erros de predição, nos valores de 2,18 e 3,14 para MCR-NIR e MCR-MIR, portanto pode-se considerar eficientes para quantificação de lubrificantes residuais na matriz diesel. Além disso, essa técnica apresenta a vantagem de recuperar os espectros puros dos componentes da mistura, podendo ser usada para o seu monitoramento.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Programa de Pós-graduação em Química PPGQ/UFRN, ao Grupo de Tecnologia em Energias (LABTEN), ao Grupo de Pesquisa em Química Biológica e Quimiometria e à CAPES – Código de Financiamento 001.

¹ Paiva, E. M.; Roweldder, J. J. R.; Pasquini, C.; Pimentel, M. F. e Pereira, C. F. *Fuel*. **2015**, *160*, 57.

² Câmara, A. B. F.; Carvalho, L. S.; Morais, C. L. M.; Lima, L. A. S.; Araújo, H. O. M.; Oliveira F. M. e Lima, K. M. G. *Fuel*. **2017**, *210*, 497.



Avaliação da capacidade preditiva de modelos quimiométricos baseados em espectroscopia NIR para a quantificação de terras raras em solos

¹Lavínia Hannah de Souza Pereira (PG)*, ¹Hilthon Alves Ramos (IC), ^{2,4} Ygor Jacques Agra Bezerra da Silva (PR), ²Clistenes William Araújo do Nascimento (PQ), ³Peter Van Straaten (PQ), ¹Germano Vêras (PR)

¹Laboratório de Química Analítica e Quimiometria, Universidade Estadual da Paraíba, Rua das Baraúnas, 351, Bairro Universitário, Campina Grande – PB, Brasil.

²Departamento de Química – Universidade Federal Rural do Pernambuco – UFRPE

³School of Environmental Sciences – University of Guelph – Canadá

⁴Departamento de Química – Universidade Federal do Piauí – UFPI

Palavras Chave: Terras raras, infravermelho próximo – NIR, Quimiometria

Introdução

Os metais terras raras, conhecidos como o “ouro do século XXI” apresentam alto valor econômico e são utilizados em diversas aplicações tecnológicas. Esses metais podem ser encontrados em diversos tipos de solos, principalmente de rochas sedimentares e ígneas, assim como argilominerais e outros tipos de minérios (MELO, 2017; TYLER, 2004). Diferentes técnicas analíticas podem ser utilizadas para a quantificação de Terras Raras em solos, como por exemplo ICP – OES, no entanto é uma técnica cara. Neste contexto, a busca por métodos viáveis como a utilização da espectroscopia NIR associado a modelos quimiométricos vem contribuindo para a quantificação desses metais. Neste contexto, esse trabalho tem como objetivo avaliar a capacidade preditiva de modelos quimiométricos através da espectroscopia NIR para a quantificação de metais terras raras em solos

Resultados e Discussão

Os resultados experimentais realizados por meio dos modelos de regressão multivariada PLS, e por seleção de variáveis iPLS, SPA – iPLS apresentado na tabela 1, mostra a comparação das figuras de mérito dos modelos quimiométricos para determinação dos metais terras raras que obtiveram valores de predição mais satisfatórios. O Lu, Eu e Er através do pré-processamento de MSC e pelos modelos de iPLS e SPA - iPLS apresentaram menores valores de RMSEP e R² de predição para ajuste do modelo.

Tabela 1: Apresentação dos melhores modelos de regressão multivariada para metais terras raras.

	RMSEP	R ² _{Pred}	Pré-proces	Modelo
Disprósio (Dy)	0.704	0.468	Bruto	SPA-iPLS
Érbio (Er)	0.327	0.343	MSC	iPLS
Európio (Eu)	0.189	0.920	MSC	iPLS
Gadolinio (Gd)	4.443	0.499	MSC	PLS
Lantânio (La)	17.625	0.226	Bruto	SPA-iPLS
Lutécio (Lu)	0.015	0.998	MSC	SPA-iPLS
Praseodímio (Pr)	5.568	0.354	MSC	iPLS
Samário (Sm)	0.704	0.468	Bruto	SPA-iPLS

Conclusões

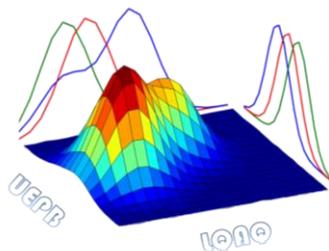
Pode-se concluir que a utilização de modelos de regressão multivariada para determinação e quantificação de terras raras, possibilita uma análise comparativa para cada modelo, dando destaque para os algoritmos de seleção de variáveis como iPLS e SPA – PLS, que apresentaram melhores valores de predição.

Agradecimentos

LQAQ, UFRPE, UFPI, University of Guelph

¹ MELO, F. R. A geopolítica das terras raras. Belo Horizonte – MG, **Rev. Carta Inter**, v. 12, n. 2, p. 219-243, 2017.

² TYLER, G. Rare earth elements in soil and plant systems – A review. **Plant and Soil**. v. 267. p. 191–206, 2004.



Avaliação de desempenho dos modelos de regressão MCR-Parafac, MCR-Parafac2, MCR-Tucker com a regressão sNPLS aplicada em estudo de caso

Leonardo Koatz (IC), Paulo S. O. Cezário¹ (PG), Vinícius L. Xavier² (PQ) e Aderval S. Luna³ (PQ)

leonardokoatz@gmail.com¹, paulocezario@hotmail.com², viniciuslx@gmail.com³, adsluna@gmail.com⁴

Palavras Chave: MCR, Parafac, Parafac2, Tucker, sNPLS

Introdução

Este trabalho utilizou um conjunto de dados de uma planta de tratamento de águas residuárias¹ para fazer a predição da DQO na saída da estação. Foram avaliados quatro métodos de regressão de segunda ordem usando os parâmetros de mérito para a comparação do desempenho dos modelos.

Resultados e Discussão

Este conjunto de dados contém 38 variáveis com 527 observações coletadas entre 01/01/1990 e 30/10/1991. Para a predição da DQO, na saída da estação em situação de operação normal, foram selecionados somente as observações onde não ocorreram situações atípicas. As variáveis imputadas nos modelos foram consideradas até o decantador secundário para a predição da DQO.

O conjunto de dados possui valores faltantes que foram omitidos, assim reduziu a quantidade de observações de 527 para 395. A omissão de valores faltantes foi escolhida, pois a inserção destes dados na estatística multivariada pode levar a estimativas enviesadas dos modelos preditivos. A organização das matrizes de dados em um tensor foi feita de acordo com as tomadas de amostragem nos diferentes pontos da estação. As variáveis coletadas na entrada da estação formam uma matriz de dados. Enquanto que, as entradas no decantadores primário e secundário, assim na saída da estação de tratamento representam, respectivamente, as demais matrizes que formam o tensor de dados. O tensor obtido apresenta as seguintes dimensões: 395 observações x 6 variáveis de processo x 4 pontos do processo. A análise dos dados foi

realizada no software R, com a interface RStudio^{2,3}.

O modelo MCR (Multiway Covariates Regression) foi combinado com os modelos clássicos: Parafac, Parafac2 e Tucker na predição do DQO, comparando-se com o modelo sNPLS através dos parâmetros de mérito.

Tabela 1 – Parâmetros de mérito

Modelo	*	RMS E	MSE	MAE	R ²
Parafac	2	0,023	0,001	0,018	0,998
Parafac 2	1	0,038	0,001	0,028	0,996
Tucker	2	0,031	0,001	0,024	0,997
sNPLS	2	0,000	0,000	0,000	1,000

*Obs. Número de componentes ou variáveis latentes.

Conclusões

Obviamente, os modelos testados neste estudo de caso de uma estação de tratamento de águas residuárias forneceram um desempenho excelente, no entanto o modelo sNPLS (Sparse Multiway Partial Least Squares) obteve um resultado excelente.

Agradecimentos

Agradecemos ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Química do Instituto de Química da Universidade do Estado do Rio de Janeiro, a CAPES e o CNPq. A. S. Luna agradece ao Programa Pró-Ciência.

¹UCI Machine Learning: <https://archive.ics.uci.edu/ml/datasets/water+treatment+plant>

²R Core Team (2020). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. URL <https://www.R-project.org/>.

³RStudio Team (2020). RStudio: Integrated Development for R. RStudio, Inc., Boston, MA URL <http://www.rstudio.com/package-version-1.4.0.2>.

Avaliação do processo de secagem do melão utilizando imagens hiperespectrais na região do infravermelho próximo

José Marcelino de S. Netto¹(PG)*, Fernanda A. Honorato¹(PQ), Patrícia M. Azoubel¹(PQ), Douglas F. Barbin² (PQ), Louise E. Kurozawa² (PQ)

*marcelinosouzanetto@gmail.com

1. Departamento de Engenharia Química (DEQ), UFPE, Recife/PE; 2. Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA), UNICAMP, Campinas/SP

Palavras Chave: secagem, melão, imagem hiperespectral

Introdução

Buscando uma melhor expectativa de vida, os consumidores estão atentos à qualidade e ao consumo de alimentos naturais e saudáveis. O mercado tem ofertado alternativas práticas como as frutas e vegetais desidratados. A redução do teor de umidade confere vantagens como diminuição do processo de degradação, facilidade de transporte e consumo¹. Estudos apontam que utilizar vácuo e ultrassom como pré-tratamentos da secagem facilitam a eliminação da água, cuja eficiência pode ser inferida pela uniformidade do teor de umidade². Este estudo tem como objetivo avaliar o processo de secagem do melão assistido de pré-tratamentos, utilizando imagens hiperespectrais NIR.

Resultados e Discussão

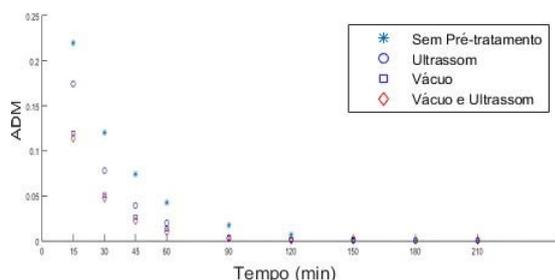


Figura 1. Valores adimensionais de umidade (ADM) ao longo do tempo para o processo de secagem do melão de acordo as condições de secagem.

- Utilizar qualquer um dos pré-tratamentos reduz significativamente o tempo de secagem;
- Associação de vácuo e ultrassom reduz o tempo de secagem em 12,3% em relação a utilizar apenas o ultrassom.

Tabela 1. Resultados da calibração PLS para as condições de secagem: sem pré-tratamento (SP), ultrassom (US), vácuo (VA) e combinação vácuo e ultrassom (VU).

Condição de secagem	RMSEP (%)	No. de VL	R ²
SP	3,79	4	0,980
US	3,69	5	0,986
VA	3,23	3	0,987
VU	2,98	4	0,990

- O modelo obtido da associação de vácuo e ultrassom (VU) apresenta melhor desempenho para modelo preditivo de umidade, embora não haja diferença significativa ao utilizar apenas vácuo.

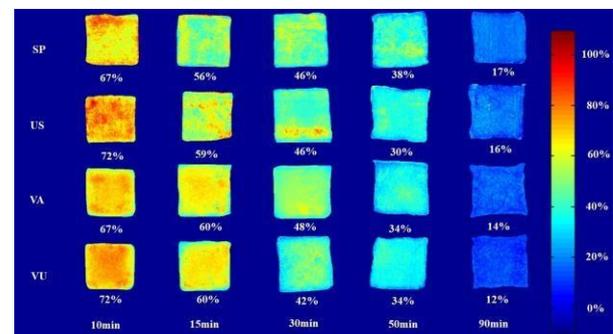


Figura 2. Mapas de distribuição da umidade obtidos pelos modelos PLS para os tipos de pré-tratamento utilizados.

- Uso do vácuo e a combinação de vácuo e ultrassom apresentaram secagem mais uniforme.

Conclusões

Boa correlação entre tempo de secagem e teor de umidade e utilizar apenas vácuo é mais atrativo do ponto de vista operacional e econômico.

Agradecimentos

LAC/UFPE, NUQAAPE/FACEPEQ/CNPq, CAPES, INCTAA/CNPq, FEA/UNICAMP, IQ/UNICAMP.

¹AGUILERA, J. M.; CHIRALT, A.; FITO, P. *Trends Food Sci Tech*, v. 14, n. 10, p. 432–437, 2003.

² HUANG, M.; ZHAO, W.; WANG, Q.; ZHANG, M.; ZHU, Q. *Int Agrophys*, 29. (pp. 39), 2015.

Avaliação dos componentes de amostras de óleo coletadas nas praias nordestinas brasileiras

Kelvin Costa de Araújo* (PG), Matheus Caldas Barreto (PG), Anne Caroline P. Freitas (PG); Alcides Silva Siqueira (PG) e Wallace Duarte Fragoso (PQ) kelvincosta1@gmail.com

Departamento de Química, CCEN, UFPB - campus 1. João Pessoa – PB.

Palavras Chave: HPA, óleo nas praias, PARAFAC

Introdução

Os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) são uma importante classe de contaminantes orgânicos, com possível atividade mutagênica e carcinogênica¹. Um de seus principais meios antropogênicos de inserção no meio ambiente é por exposição ao petróleo. Desde agosto de 2019, até o momento, um vazamento de óleo acometeu a costa nordestina brasileira, levando a iniciativas para avaliar seu impacto. Neste trabalho 3 amostras de óleo, e 2 de algas com óleo aderido, foram coletadas em 3 estados: Rio Grande do Norte, Paraíba e Alagoas. 0,5 g de cada amostra foi adicionada à 100 mL em água marinha sintética, sob agitação branda por 4 horas. Uma alíquota de 400 μ L da solução foi retirada a cada 30 minutos. Foram realizados espectros 3D de fluorescência sincrônica, com excitação variando de 216 a 320 nm, com passo de 4 nm. O λ_{em} foi inicialmente de 20 nm com incremento de 4 nm. Os espectros obtidos foram cisalhados para gerar espectros de fluorescência total com emissão de 238 a 528 nm e excitação de 216 à 320 nm, e analisados usando-se o PARAFAC² via MVC2³.

Resultados e Discussão

O PARAFAC identificou 3 componentes e apresentou uma consistência de núcleo superior a 95%. O perfil cisalhado da matriz de fluorescência total não impede que o PARAFAC recupere o sinal dos modos de emissão e excitação em toda a janela ativa, sem interferência dos espalhamentos Rayleigh, Raman (pela esquerda) e dos 2^{os} harmônicos (a direita). Explorando a trilinearidade dos dados, os perfis dos componentes lixiviados do óleo foram reconstruídos.

A Figura 1, mostra os perfis recuperados pelo PARAFAC. Dois desses sinais, Figura 1 (b) e 1 (c), são identificados como tipo fenantreno e tipo naftaleno, respectivamente, por Mendoza *et al.* no caso do derramamento de óleo no Golfo do México⁴. Há ainda o sinal da figura 1 (a) que não está totalmente resolvido, mas corresponde majoritariamente a matéria orgânica, proveniente de algas mescladas com o óleo.

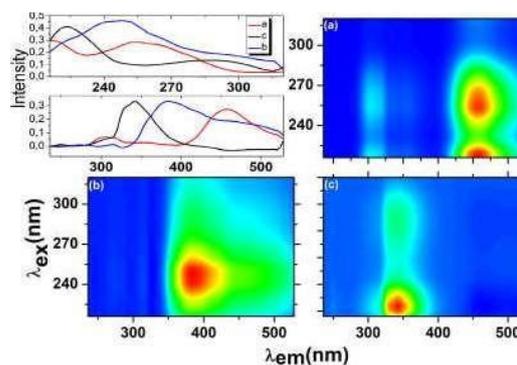


Figura 1. Componentes obtidos da deconvolução dos perfis das amostras.

Concl u ões

Foi possível recuperar o perfil de fluorescência total de componentes do óleo bruto lixiviados para a água compatíveis com os espectros do naftaleno e fenantreno, que são HPAs leves, reconhecidamente mais solúveis e tóxicos.

Agradeci entos

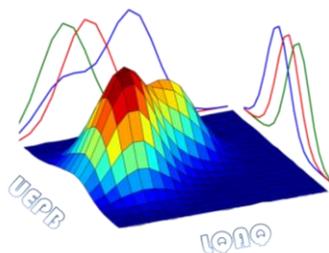
À CNPq, CAPES, FINEP e UFPB

¹Rahmanpoor, Shirin, *et al. Mar. Pol. Bul.* **2014**, 78, 224

²Sena M. M., *et al. Química Nova*, **2005**, 28, 910

³Olivieri, A. C. *et al. Chem. Int. Lab. Sys.* **2009**, 96, 246

⁴Mendoza, W. G. *et al. Environ. Sci. Processes Impacts*, **2013**, 15, 1017



Calibração Multivariada de Primeira Ordem Utilizando Imagens RGB: Uma Perspectiva Didática

Raíssa V. O. Silva* (IC)¹, Daniel L. D. Freitas (PG)², Kássio M. Lima (PQ)³.
*raissavanessa781@hotmail.com

^{1,2,3}Grupo de Pesquisa Química Biológica e Quimiometria (QBQ), Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, Rio Grande do Norte 59078-970, Brasil

Palavras Chave: Calibração, Imagens, Didática.

Introdução

Modelos de calibração multivariada são de importância crítica para medições analíticas, principalmente para dados espectroscópicos, no qual há muitas variáveis¹. O uso de imagens foi incluído em meio as ferramentas quimiométricas², devido a praticidade e acessibilidade do método.

Neste trabalho, realizamos um experimento validado por estudantes de graduação em química que realizaram a quantificação de sódio em água tônica utilizando o sistema RGB. Utilizamos os modelos multivariados de quantificação PCR e PLS. Objetivou-se apresentar algoritmos multivariados através de um experimento acessível para a inserção de quimiometria na graduação em química.

Resultados e Discussão

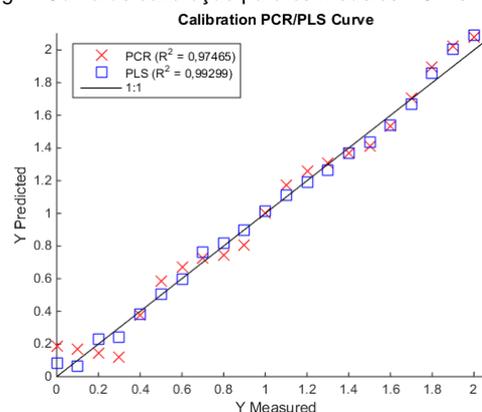
No experimento, verificou-se que na metodologia multivariada, utilizando a norma do valor médio dos histogramas de cada canal, obtêm-se os melhores resultados no canal G, $R^2 = 0,908555$. As Figuras de mérito (FOM) podem ser vistas na tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros estatísticos para os modelos PCR e PLS.

Fom	PCR	PLS
RMSEC	0.1010	0.0531
Bias	0	2.2204e-16
R ²	0.9746	0.9928

No experimento, possuímos imagens decompostas em sinais de frequência de intensidade (histograma) nos quais os modelos conseguem se ajustar sem dificuldades e exigências, obtendo modelos confiáveis e fáceis de serem reproduzidos em ambiente acadêmico. As curvas de calibração para os modelos podem ser vistas na figura 1 bem como seus valores de R².

Fig.1- Curva de calibração para os modelos PCR e PLS.



Conclusões

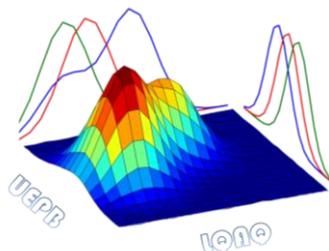
Constatamos a eficiência na aquisição de dados via smartphone, esse acessório possui alto potencial a ser inserido em análises quantitativas. Há maior capacidade de calibração proporcional a quantidade de demanda computacional, como no PLS.

Os métodos relatados fornecem excelentes ferramentas e estratégias para a inserção de algoritmos multivariados e métodos espectroscópicos no meio acadêmico. Podendo servir como modelo de unidade didática, para um curso de quimiometria. Os alunos obtiveram acesso a conhecimentos atuais e sofisticados da química analítica e formação do pensamento multivariado fornecendo a possibilidade de utilização de métodos alternativos.

Agradecimentos



1. FEUDALE, Robert N. et al. Transfer of multivariate calibration models: a review. *Chemometrics And Intelligent Laboratory Systems*, [s.l.], v. 64, n. 2, p.181-192, nov. 2002. Elsevier BV. 2. ESTEBAN, M.; ARIÑO, C.; DÍAZ-CRUZ, J.m. Chemometrics for the analysis of voltammetric data. *Trac Trends In Analytical Chemistry*, [s.l.], v. 25, n. 1, p.86-92, jan. 2006. Elsevier.



Classificação da Adsorção de Citrato de Tamoxifeno à Argila Montmorilonita em Diferentes pH por Técnicas Quimiométricas.

Jocimar da S. Santos (PG)^{1*}, Dayanne T. C. Silva (PQ)¹, Igor E. S. Arruda (IC)¹, Leandro M. França (PQ)¹, Denise B. França (IC)², Maria G. Fonseca (PQ)², Monica F. L. R. Soares (PQ)¹, José Lamartine Soares-Sobrinho (PQ)¹.

*jocimarsantos08@gmail.com

¹ Departamento de Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), CEP 50740-521, Recife, PE, Brasil.

² Departamento de Química, Universidade Federal da Paraíba (UFPB), CEP 58051-900, João Pessoa, PB, Brasil.

Palavras-chave: Argila, Adsorção, Quimiometria

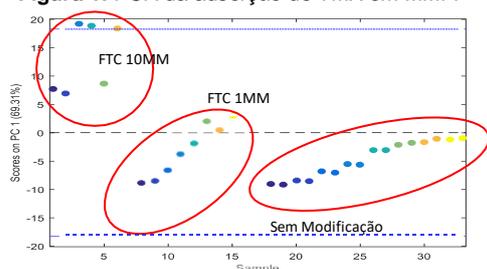
Introdução

Na indústria farmacêutica a interação de fármacos com macromoléculas inorgânicas como as argilas se mostram eficazes no desenvolvimento de novos sistemas de liberação de drogas, no entanto existe a necessidade de otimização das ferramentas capazes de avaliar e classificar estes híbridos de maneira rápida, com baixo custo e não destrutiva das amostras. O objetivo deste trabalho é avaliar a aplicação da quimiometria em infravermelho próximo (NIR) como ferramenta analítica da adsorção de citrato de tamoxifeno (TMX) em montmorilonita modificada com fosfatidilcolina (MMF).¹

Resultados e Discussão

Na fig. 1 é observada que a classificação foi eficiente utilizando-se a MMF em relação a argila não modificada, podendo ser diferenciadas em concentrações da argila. A modificação da argila foi realizada por ultrassom com diferenças de pH.

Figura 1: PCA da adsorção de TMX em MMF.

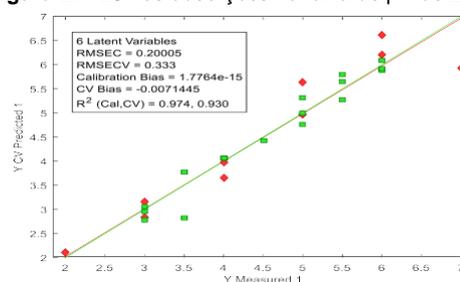


O pH é um fator que influencia o nível de adsorção do fármaco à argila, portanto foi avaliada a

calibração quimiométrica de um modelo de predição que demonstre o pH da adsorção como ferramenta de otimização do sistema de liberação.

O modelo mostrou-se eficiente na predição dos valores experimentais como observado nos dados da fig. 2.

Figura 2: PLS nas adsorções na faixa de pH de 2 a 7.



A calibração foi realizada com 32 amostras, leitura entre 2500 a 800 nm. A seleção de variáveis foi realizada por algoritmo de projeções sucessivas (APS).

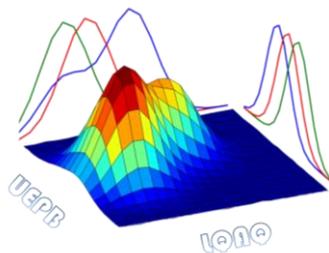
Conclusões

As técnicas PCA e PLS foram capazes de classificar as adsorções do TMX em MMF e através da variação do pH, indicando aplicabilidade desta ferramenta na caracterização de controle de adsorção de fármacos à argilas.

Agradecimentos

Fundação de Amparo à Ciência e Tecnologia do Estado de Pernambuco (FACEPE).

¹ Akyuz, S. e Akyuz, T. Investigation of adsorption of 5-chlorouracil onto montmorillonite: An IR and Raman spectroscopic study. Appl. Clay Sci. 2018, 164, 54-57



Compact NMR spectroscopy and chemometrics applied to edible oils

Diego Galvan^{1,2,*} (PQ), Luciane Effting² (PG), Ailey Aparecida Coelho Tanamati³ (PQ), Carlos Adam Conte-Junior¹ (PQ), Evandro Bona³ (PQ), Ernesto Danieli⁴ (PQ), Mário Killner² (PQ).

diegogalvan@iq.ufrj.br

¹Center for Food Analysis (NAL), Federal University of Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, RJ, Brazil.

²Chemistry Department, State University of Londrina (UEL), Londrina, PR, Brazil.

³Post-Graduation Program of Food Technology (PPGTA), Federal University of Technology Paraná (UTFPR), Campo Mourão, PR, Brazil.

⁴Magritek GmbH, 52068, Aachen, Germany.

Keywords: Bench-top NMR; Authenticity; Screening tool.

Introduction

Medium resolution NMR instruments are a powerful analytical tool and provide similar information as high-field spectrometers, a lower sensitivity, and a more overlapped spectrum. Some of these disadvantages can be resolved with the introduction of chemometric tools. Currently, these devices are being increasingly used for routine analysis in laboratories or industrial processes.¹ In this work, we present a comparison between low (43 and 60 MHz) and high-field (400 MHz) NMR spectroscopy combined with chemometric tools for quality control in edible oils.

Results and Discussion

A set of 38 samples of different vegetable oils and their mixtures were used. The set contained 16 types of edible oils and 22 mixtures between them. The sample-set for each NMR spectrometer was composed of 38 spectra, applied as matrix **X** and the parameters obtained by GC-FID were applied as matrix **y** for the development of calibration models. Initially, 38 spectra for each spectroscopic technique were divided into calibration and prediction samples (67% and 33%, respectively) through the Kennard & Stone algorithm. The spectra data acquired by all three NMR spectrometers and the parameters determined by chromatography were used to build the PLSR and ϵ -SVR models, one for saturated fatty acids (SFA), unsaturated fatty acids (UFA), monounsaturated fatty acids (MUFA),

polyunsaturated fatty acids (PUFA), linoleic acid - C18:2 (PUFA n:2), α -linolenic acid - C18:3 (PUFA n:3) and one for iodine value (IV). The values of RMSE, for all models PLSR and SVR obtained from the parameters determined by GC-FID, show good results, with values of correlation coefficients higher than 0.9. The RPD values can confirm this fact for the set of prediction samples ranged from 3.7 to 63.6. **Figure 1** shows the mean relative error percentage of the prediction set for the 400, 60 and 43 MHz devices obtained by the PLSR and SVR method for all parameters.

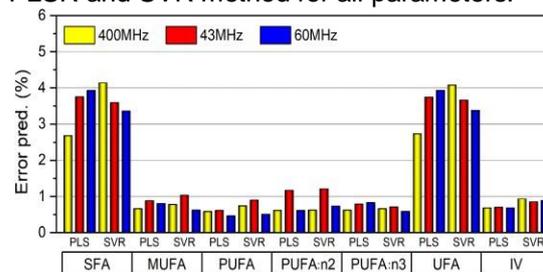


Figure 1. Mean relative error percentage.

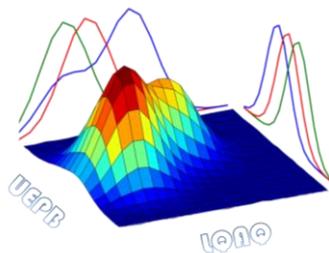
Conclusions

We demonstrate the potential of low-field NMR combined with chemometric tools as a powerful analytical technique to determine essential quality parameters of edible oils, mainly to be applied for police control of possible adulterations.

Acknowledgments

Magritek GmbH and CAPES for D. Galvan scholarships, number 88881.131632/2016-01.

¹Galvan, D. *et al. Anal. Chem.* **2020**, *92*, 19, p.12809–12816.
<https://doi.org/10.1021/acs.analchem.0c00902>.



Comparação da exatidão de modelos de calibração multivariada (PLS, SVR, PSO-PLS e ASA-VIF-SVR) em espectroscopia MIR, NIR e RMN de ¹H

Gabriely S. Folli* (PG)¹, Layla Paixão Santos (PG)¹, Ellisson H. de Paulo (PQ)¹, Pedro H. P. da Cunha (PG)¹, Dorval M. C. Neto (PG), Valdemar Lacerda Jr. (PQ)¹, Wanderson Romão (PQ)^{1,2}, Paulo R. Filgueiras (PQ)¹

¹ Universidade Federal do Espírito Santo, Campus Goiabeiras, Vitória, Espírito Santo, Brasil, CEP 29075-053

² Instituto Federal do Espírito Santo, Campus Vila-Velha, Espírito Santo, Brasil, CEP 29106-010

*gabriely.folli@edu.ufes.br

Palavras Chave: Máquina de vetores de suporte, Cerveja, Seleção de Variáveis.

Introdução

A regressão PLS, criada para dados colineares¹, pode não gerar boas respostas em dados com baixa correlação e/ou respostas mais complexas. Nestes casos, uma alternativa é aplicação de aprendizagem de máquina, como a Regressão por Vetores de Suporte (SVR). Entretanto, a SVR pode apresentar limitações no número de variáveis e pode gerar alguns resultados super ajustados. Para contornar este problema, fizemos uso de seleção de variável (SV). O objetivo deste trabalho é comparar a exatidão de modelos: SVR, PLS e aplicar SV ASA-VIF-SVR (Algoritmo de Busca Angular e SV Fator de Inflação de Variância) e SV PSO-PLS (Otimização por Enxame de Partículas) em espectros MIR, NIR e RMN de ¹H na estimativa de 5 propriedades de cerveja: cor, acidez total (AT), pH, densidade (Den) e teor alcoólico dado pelo fabricante (TAF).

Resultados e Discussão

A melhor regressão para cada propriedade (**Tabela 1**) mostra que AT, pH e Den obtiveram melhor modelo por SVR, enquanto cor e TAF por PLS. O melhor pré-tratamento empregado para pH foi a 1ª derivada, para AT e TAF foi a 2ª derivada, para cor foi MSC e para Den foi 1ª derivada em junto com MSC. Nota-se que as seleções de variáveis ASA-VIF-SVR e PSO-PLS obtiveram melhor otimização para AT e TAF, selecionando apenas 0,8% e 50,3% das variáveis iniciais, respectivamente, reduzindo o erro e aumentando a linearidade do modelo.

Esperava-se que cor e Den fossem melhor modeladas usando o espectro completo, já que são propriedades físicas e estão espalhadas por todo o espectro.

Tabela 1. Características de desempenho dos melhores modelos de propriedades da cerveja

Propriedade	Cor	AT	pH	Den	TAF
Espectro	NIR	NIR	RMN	NIR	NIR
Modelo	PLS	ASA-VIF-SVR	SVR	SVR	PSO-PLS
RMSEC	1,02	3,29	0,12	0,0016	0,26
RMSEP	1,80	7,69	0,11	0,0016	0,31
R ² _C	0,77	0,69	0,63	0,92	0,94
R ² _P	0,31	0,31	0,41	0,87	0,97
Varsel ¹	3001	24	57287	3350	1509
VL ²	2	-	-	-	2

¹ Variáveis selecionadas; ² Variáveis Latentes;

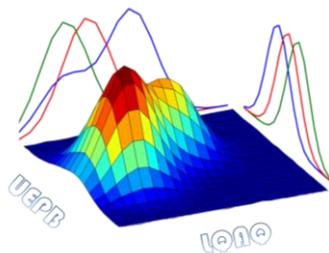
Conclusões

SVR obteve melhores características de desempenho para 3 propriedades (AT, pH e Den) e o PLS para 2 (TAF e cor), sendo que ASA-VIF-SVR para AT e PSO-PLS para TAF usaram apenas 0,8% e 50,3% do espectro, respectivamente.

Agradecimentos

UFES, IFES, CAPES, FAPES, CNPq

¹ ASTM E1655-17. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017.



Comparação de métodos de calibração multivariada aplicados em dados de ressonância magnética nuclear para a determinação de propriedades físico-químicas de mel.

Pedro H. P. da Cunha* (PG)¹, Ellisson H. de Paulo* (PQ)¹, Gabriely S. Folli (PG)¹, Fernanda Pedruzi da Silva (IC)², Emanuele Catarina da S. Oliveira (PQ)², Paulo R. Filgueiras (PQ)¹

¹ Universidade Federal do Espírito Santo, Departamento de Química, Vitória, Espírito Santo, Brasil

² Instituto Federal do Espírito Santo, Campus Venda Nova do Imigrante, R. São Rafael, 500, CEP 29375-000, Venda Nova do Imigrante-ES, Brasil.

Palavras Chave: Mel, SVR, PLS

Introdução

O mel, apesar de caracterizar-se como mistura de elevada concentração de açúcares, apresenta composição complexa da qual fazem parte cerca de 180 compostos diferentes. Características do mel como aroma, paladar, coloração e viscosidade estão diretamente relacionados com as fontes de néctar que o originou e com a espécie de abelha que o produziu.

O MAPA, através da Instrução Normativa 11 estabelece os requisitos de qualidade físico-química do mel,¹ entretanto, tais análises, muitas das vezes, são laboriosas, incentivando o desenvolvimento de métodos alternativos de análise sejam úteis para a redução de tempo e custo. Assim, este trabalho objetivou a comparação de métodos de calibração multivariada (PLS e SVR²) aplicados em dados de ressonância magnética nuclear para a determinação de propriedades físico-químicas de mel.

Resultados e Discussão

Este trabalho teve como objetivo utilizar dados de ressonância magnética nuclear (RMN), onde os deslocamentos químicos dos principais grupos funcionais das moléculas constituintes foram reportados, a fim de prever seis propriedades físico-químicas do mel: cinzas, acidez livre, açúcares redutores, sacarose aparente, HMF e atividade diastásica. Os modelos foram construídos com o método SVR, utilizando grade de pesquisa e comparados com modelos de PLS. Para determinar os melhores modelos foram

utilizados os parâmetros de avaliação RMSEC, RMSEP, R²c e R²p.

Para todas as propriedades os melhores modelos foram obtidos utilizando-se o SVR. Dentre as propriedades analisadas, a acidez livre foi a única que não obteve resultados satisfatórios, apresentando um erro de previsão (RMSEP) de 1,51(mEq.kg⁻¹) e R²p de 0,58. Para as demais propriedades a utilização do SVR se mostrou promissora. Para previsão de cinzas, o melhor modelo apresentou erro de 0,18(%) e R²p de 0,82, enquanto o melhor a PLS, teve um erro de 1,93(%) e R²p foi de 0,57. Para predição de sacarose aparente, o melhor modelo PLS apresentou erro de 3,76(%) e R²p de 0,14, enquanto o SVR, 0,52(%) e de 0,96, respectivamente. Para as propriedades açúcar redutor, HMF e atividade diastásica, foram obtidos um R²p de 0,99, e erros de 0,08 (%), 0,24(mg/kg) e 0,08 (Gothe), respectivamente, para os modelos SVR.

Conclusões

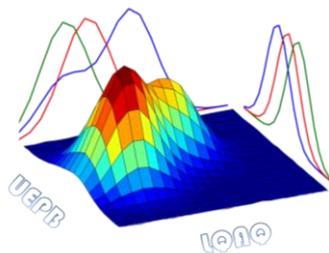
O SVR obteve modelos melhores que o PLS, chegando a valores de R²p acima de 0,96 para as propriedades açúcar redutor, sacarose aparente, HMF e atividade diastásica. Isso indica uma possível não linearidade dessas propriedades.

Agradecimentos

UFES, IFES, IBA, CNPq

¹ Brasil. Ministério da Agricultura. Instrução normativa nº11, de 20 de outubro de 2000.

² Sanaeifar, A., Bakhshipour, A., & de la Guardia, M. (2016) Talanta, 2016, 148, 54–61.



Cromatografia gasosa associada à calibração multivariada aplicadas como método auxiliar na qualidade sensorial de café

Bárbara Zani Agnoletti^{1*} (PG), Gabriely Silveira Folli¹ (PG), Lucas Louzada Pereira² (PQ), Patrícia Fontes Pinheiro³ (PQ), Emanuele Catarina da S. Oliveira² (PQ), Paulo Roberto Figueiras¹ (PQ)

¹ Universidade Federal do Espírito Santo, Campus Goiabeiras, Av. Fernando Ferrari, 514, CEP: 29075-110, Vitória-ES.

² Instituto Federal do Espírito Santo, Campus Venda Nova do Imigrante, R. São Rafael, 500, CEP 29375-000, Venda Nova do Imigrante-ES, Brasil.

³ Universidade Federal do Espírito Santo, Campus Alegre, Alto Universitário, S/N, Guararema, CEP 29500-000, Alegre-ES, Brasil.

*bazagnoletti@gmail.com

Palavras Chave: *calibração, voláteis, café.*

Introdução

A análise sensorial é o principal método para avaliar a qualidade do café. No entanto, ela é subjetiva pois se baseia nas percepções humanas.¹ Em vista disso, o objetivo deste estudo é estimar a qualidade sensorial de café a partir de dados de cromatografia gasosa associada a calibração multivariada.

Resultados e Discussão

O café arábica beneficiado e processado pelo método via úmida² foi a matéria-prima utilizada neste estudo. No total, 40 amostras foram torradas e submetidas à avaliação sensorial³ e à análise de cromatografia gasosa.² Para estimar as notas dos atributos sensoriais, foram construídos modelos de regressão linear múltipla (MLR), mínimos quadrados parciais (PLS) e vetores de suporte (SVR) na matriz formada por 29 compostos voláteis obtidos a partir da área relativa do respectivo componente. Os melhores resultados para os modelos construídos são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros estatísticos obtidos para os modelos construídos com 29 variáveis.

Atributos	Modelo	R ² C	R ² P	RMSEC	RMSEP
Corpo	SVR	0,83	0,58	0,1608	0,2019
Sabor	SVR	0,80	0,52	0,1823	0,2855
Aroma	SVR	0,75	0,68	0,1912	0,1991

Uma análise de correlação foi realizada como método de seleção de variáveis. Dos 29

compostos voláteis identificados, 6 apresentaram maior correlação com os atributos sensoriais. Para este conjunto de dados, os melhores resultados são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Parâmetros estatísticos obtidos para os modelos após seleção de variáveis.

Atributos	Modelo	R ² C	R ² P	RMSEC	RMSEP
Corpo	SVR	0,62	0,62	0,1958	0,2038
Sabor	SVR	0,72	0,59	0,2172	0,2670
Equilíbrio	PLS	0,46	0,52	0,2607	0,2635
Finalização	PLS	0,56	0,61	0,2648	0,2704
Aroma	PLS	0,68	0,52	0,2111	0,2630

Conclusões

A associação de técnicas de calibração a dados químicos de café obtidos por cromatografia gasosa apresenta potencial como método auxiliar na previsão de notas sensoriais.

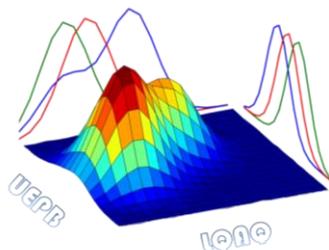
Agradecimentos

Agrademos ao Ifes (N°10/2019 -Programa pesquisador de produtividade – PPP) e a UFES, bem como o - CNPq (469058 / 2014-5).

¹ Pereira, I. L.; Guarçoni, R. C.; Moreira, T. R.; de Sousa, L. H. B. P.; Cardoso, W. S.; Moreli, A. P.; Silva, S. F. da; Ten Caten, C. S. *J Texture Stud.* **2019**, 50, 172.

² Pereira, L. L.; Guarçoni, R. C.; Pinheiro, P. F.; Osório, V. M.; Pinheiro, C. A.; Moreira, T. R.; Ten Caten, C. S. *Food Chem.* **2020**, 310, 125943.

³ SCA, Protocols & Best Practices, 2020.



Desarrollo de un sensor electroquímico para la determinación de carvacrol en aceites esenciales empleando MCR-ALS. Ventaja de segundo orden.

Gastón D. Pierini^{1,*} (PQ), Sebastián N. Robledo¹ (PQ), Santiago A. Bortolato² (PQ), Mirta R. Alcaraz³ (PQ), Héctor C. Goicoechea³ (PQ), Héctor Fernández¹ (PQ), María A. Zon¹ (PQ), gpierini@exa.unrc.edu.ar

1) Grupo de Electroanalítica (GEANA), Instituto para el Desarrollo Agroindustrial y de la Salud (IDAS)- UNRC-CONICET, Río Cuarto, Argentina. 2) Instituto de Química Rosario (IQUIR) UNR-CONICET, Rosario, Argentina. 3) Laboratorio de Desarrollo Analítico y Quimiometría (LADAQ), Universidad Nacional del Litoral, Santa Fe, Argentina.

Palabras claves: Carvacrol, MCR-ALS, Sensor electroquímico.

Introdução

Los aceites esenciales (AE) son ingredientes importantes que se utilizan, en la industria alimentaria. Los AE de orégano y de tomillo exhiben actividades antifúngicas, antivirales, antioxidantes. Los principales compuestos de estos AE son el carvacrol (CAR) y su isómero fenólico, el timol (TI), siendo CAR el que provee mayores efectos biológicos y antioxidantes¹.

La electroquímica es una herramienta analítica muy poderosa que combinada con disciplinas de procesamiento de datos, permite resolver sistemas de analitos altamente solapados².

El objetivo general del presente trabajo es el desarrollo de un sensor electroquímico acoplado a calibración multivariada de segundo orden para la cuantificación de CAR en presencia de TI en AE. Para el análisis de los datos, se compararon diferentes estrategias de resolución de MCR-ALS, a fin de evaluar las capacidades de resolución y predicción del modelo implementado.

Resultados e Discussão

Se registraron las señales voltamperométricas del analito puro CAR en un medio de reacción constituido por acetonitrilo y perclorato de tetrabutilamonio, como electrolito soporte, empleando un electrodo de trabajo de carbono vítreo, un electrodo de referencia de Ag/AgCl (KCl 3M) y un contraelectrodo de alambre de platino. Las señales obtenidas muestran dos picos de oxidación de CAR: $E_{p,a1}=1,30$ V y $E_{p,a2}=1,55$ V.

Para la obtención de los datos de segundo orden, se registraron los voltamperogramas cíclicos (VC) de cada muestra a cinco velocidades de barrido diferentes. De esta manera, se obtuvieron matrices de datos de VC

vs v para cada muestra. Las señales obtenidas muestran el inconveniente de no ser bilineales, por ello, se llevaron a cabo 2 estrategias diferentes para el modelado quimiométrico por MCR-ALS.

Estrategia 1. Concatenado de las señales de oxidación y reducción en un vector único para cada velocidad de barrido y apilado para formar una matriz v -VC (filas \times columnas) para cada muestra. **Estrategia 2.** Corrección del corrimiento de las señales de oxidación, obteniéndose matrices alineadas de Ox- v (filas \times columnas) para cada muestra y la construcción de una matriz aumentada con las señales matriciales corregidas de cada muestra.

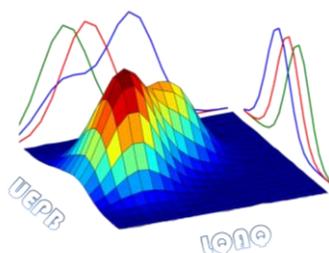
Conclusões

Se ha desarrollado un método para la determinación de CA en presencia de TI en AE. La VC variando la velocidad de barrido resulta una alternativa atractiva y simple para la construcción de modelos de calibración multivariado que, explotando la ventaja de segundo orden, permite la satisfactoria resolución de compuestos con alto solapamiento en las señales. Ambas estrategias permitieron la cuantificación del analito en presencia de un compuesto no modelado y con alto solapamiento en la señal electroquímica.

Agradecimentos

Los autores agradecen a FONCyT, CONICET y SECyT de UNRC.

¹ Beena, D. Kumar, Rawat, D. *Bioorg. Med. Chem. Lett.* **2013**, *23*, 641. ² Palomino, M., Mora-Diez, N., Rodríguez, M.I., Valenzuela, M.I., Alcaraz, M.R., Goicoechea, H.C. *Anal. Chem. Acta* **2021**, *1141*, 63.



Determinação de Benzo[a]Pireno em solos por pré-concentração em disco rotatório, espectrofluorimetria e calibração de segunda ordem

FREITAS, Anne Caroline P. (PG)^{1*}; SIQUEIRA, A. S. (PG), FRAGOSO, W. D. (PQ).
*annecfg@gmail.com

¹PPGQ-UFPB, João Pessoa/PB

Palavras Chave: PARAFAC, HPAs, fluorescência

Introdução

Os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs) são poluentes orgânicos persistentes no ambiente com elevada capacidade carcinogênica e mutagênica. O Benzo[a]Pireno, BaP, é comumente monitorado como HPA de referência. A técnica mais utilizada é a cromatografia, que é de alto custo e demorada. A espectroscopia de fluorescência total em suporte de filme de náilon, seguida de calibração de segunda ordem surge como alternativa para a determinação do BaP¹. Neste trabalho avaliamos a contaminação do solo por concentrações 20 a 80 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, de BaP. Foi realizada extração com acetonitrila : H₂O (1:1 v/v) em banho ultrassônico e centrifuga. O sobrenadante foi avolumado a 25 mL com solução NaCl 0,1 mol.L⁻¹. A solução resultante foi colocada em um sistema *labmade* de disco rotatório para a pré-concentração por adsorção em membrana de náilon. Os modelos foram construídos usando PARAFAC através do MVC2² com o banco de dados de espectros de fluorescência total medidos diretamente do filme de náilon.

Resultados e Discussão

Os espectros foram adquiridos na região de 251-277 nm de excitação e 340-470 nm de emissão. O sinal de fluorescência do próprio náilon está presente, mas é naturalmente tratado pelo PARAFAC como um interferente. A figura 1 mostra os perfis de emissão excitação decompostos pelo PARAFAC. A tabela 1 mostra os valores previstos pelo modelo para os pontos da curva de calibração empregando-se a técnica de validação cruzada (amostras 1 a 4) e mais quatro amostras de teste (amostras 5 a 8) de solos contaminados com BaP preparadas no nosso laboratório.

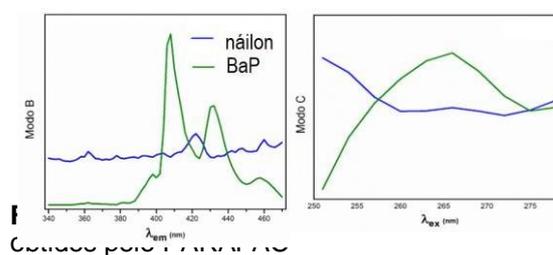


Fig. 1. Banco de dados para PARAFAC

Tabela 1. Resultados de previsões

Conjunto de calibração		
Padrão	Conc. Ref. / $\mu\text{g.kg}^{-1}$	Conc. Prev. / $\mu\text{g.kg}^{-1}$ (validação cruzada)
1	15,0	14,5
2	30,0	30,0
3	45,0	43,5
4	60,0	60,2
Conjunto de teste		
Amostra	Conc. Ref. / $\mu\text{g.kg}^{-1}$	Conc. Prev. / $\mu\text{g.kg}^{-1}$
5	7,5	10,8
6	22,5	20,25
7	37,5	37,5
8	52,5	53,0

Conclusões

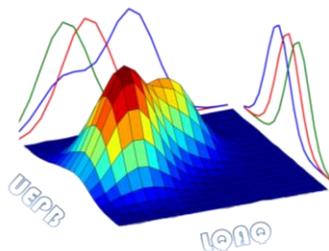
O filme de náilon no disco rotatório adsorve quantitativamente o BaP extraído de solos. Os espectros de fluorescência total, medidos diretamente nos filmes, foram modelados com o PARAFAC e permitiu a construção de um modelo quantitativo.

Agradecimentos

À CNPq, CAPES e FINEP.

¹ Cañas, A.; Richter, P.; Escandar, G. M. *Analytica Chimica Acta*. **2014**, *105*, 852.

² Olivieri, A. C.; Wu, H.; Yu, R. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*. **2009**, *96*, 246.



Determinação de macronutrientes em solos do norte do Paraná por EDXRF e regressão por mínimos quadrados parciais.

Felipe Rodrigues dos Santos¹ (PG), José Francirlei de Oliveira² (PQ), José Victor F. dos Santos² (PG), Graziela M. C. Barboza² (PQ), Fábio Luiz Melquiades^{1*} (PQ).
fe.chicoo@gmail.com

¹ Grupo de Física Nuclear Aplicada, Universidade Estadual de Londrina, CEP 86057-970, Londrina, PR, Brasil.

² Departamento de Solos, Instituto Agrônomo do Paraná (IAPAR), CEP 86047-902, Londrina, PR, Brasil.

Palavras Chave: Fertilidade do solo, EDXRF, Pré-processamento.

Introdução

A EDXRF combinada com análise multivariada tem surgido como uma possibilidade viável na determinação de parâmetros do solo de forma rápida, sem uso de reagentes e geração de resíduos. No entanto, poucos estudos relatam o uso de dados espectrais de EDXRF para determinação de parâmetros do solo. Portanto o objetivo deste trabalho foi desenvolver modelos de regressão por mínimos quadrados parciais (PLS) utilizando dados espectrais de EDXRF para determinação de P biodisponível, Mg, K e Ca trocáveis em solos agrícolas.

Materiais e Métodos

396 amostras de solo foram coletadas em uma micro bacia no município de Cambé-PR. Todas as amostras foram submetidas às análises convencionais dos macronutrientes (P biodisponível, Mg, K e Ca trocáveis) e medidas por EDXRF sob duas condições de medidas: Ti-U (50 kV; 27 μ A e 100s) e Na-Sc (15 kV; 232 μ A e 200s). Dividiu-se o conjunto de dados 2/3 para calibração e 1/3 para validação externa. Foram testados dois métodos de pré-processamento (centragem na média e escalamento de Poisson + centragem na média) para construção dos modelos PLS.

Resultados e Discussão

O desempenho dos modelos foi avaliado com base nos valores mínimos de RMSECV e RMSEP. Para todos os parâmetros, os melhores modelos foram atingidos na condição de medida de Na-Sc com

escalamento de Poisson + centragem na média. A tabela 1 apresenta um resumo dos resultados para os melhores modelos de cada macronutriente.

Tabela 1. Resumo dos resultados para os melhores modelos de cada macronutriente.

	<u>P_{bio}</u>	<u>ex-Mg</u>	<u>ex-K</u>	<u>ex-Ca</u>
LV	4	3	7	6
RMSECV	6.3	0.34	0.09	0.76
RMSEP	5.7	0.35	0.06	0.67
RPD	1.5	1.6	1.8	2.2
I(%)	<u>3</u>	<u>3</u>	<u>39</u>	<u>16</u>

I(%) melhora relativa do modelo com escalamento de Poisson + centragem na média comparado com o modelo somente com centragem na média.

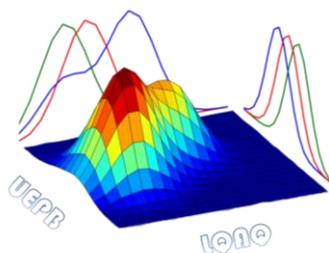
Conclusões

O pré-processamento escalamento de Poisson + centragem na média melhorou de forma significativa os modelos para K e Ca. De acordo com os valores RPD¹, os modelos para P e Mg apresentam previsão limitada. Para o K e Ca os resultados indicam modelos razoáveis e bons, respectivamente. Portanto, este estudo demonstra o potencial do uso de dados espectrais de EDXRF para determinação de alguns macronutrientes do solo de forma rápida e sem a geração de resíduos.

Agradecimentos

Ao CNPq (142985/2016-3) e INCT-FNA (373189/2020-6).

¹ Rossel, RAV. et al. Geoderma 137, 2006, 70–82.



Determinação do teor de álcool em bebidas alcoólicas fermentadas utilizando um espectrofotômetro portátil NIR e calibração multivariada

Glauçimar A. P. Resende¹ (PG)*, Ana C. C. Fulgêncio¹ (PG), Marden C. F. Teixeira¹ (IC), Bruno G. Botelho¹ (PQ), Marcelo M. Sena¹ (PQ)

¹Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais, 31270-901, Belo Horizonte – MG, Brasil.

Palavras Chave: MicroNIR®, PLS, modelo multiproduto.

Introdução

Um dos principais parâmetros analisados em processo fermentativo de bebidas alcoólicas é a produção de etanol pela conversão de açúcares. Diversos mostos podem ser usados para a produção de uma ampla diversidade de bebidas fermentadas¹. Dentre os diferentes tipos de fermentados e suas fontes de açúcar, podem ser citados a cerveja, produzida a partir de cereais maltados, o hidromel que tem como matéria-prima principal o mel, a sidra que se origina de suco de maçãs e o vinho que é produzido a partir do mosto de uva². O objetivo deste estudo é a determinação do teor alcoólico com uso de calibração multivariada (PLS) em diferentes tipos de bebidas alcoólicas fermentadas com a detecção via equipamento portátil de espectroscopia na região do infravermelho próximo (NIR).

Resultados e Discussão

Neste trabalho foram usadas 153 amostras de bebidas fermentadas, sendo: 38 vinhos, 40 sidras, 36 hidroméis e 39 cervejas. O teor alcoólico foi primeiramente determinado por cromatografia a gás acoplada a detector de ionização por chama (GC-FID). Já para o modelo quimiométrico foram obtidos os espectros NIR por meio do espectrofotômetro MicroNIR®1700, na faixa de trabalho 950-1650nm. O algoritmo Kennard-Stone foi usado para selecionar dois terços das amostras para o conjunto de calibração e 1/3 para o conjunto de validação para cada matriz alcóolica. Um modelo de calibração multivariada (PLS) foi então construído (Fig. 1). O pré-processamento utilizado foi a variação normal padrão (SNV) e o alisamento SavitzkyGolay (SG) com uma janela de 5 pontos, seguido de centrar na média. O melhor modelo PLS foi obtido com 8 variáveis latentes, representando 99,82% da variância no bloco X e 93,09% no bloco

Y. O valor do coeficiente de correlação para o ajuste de linearidade foi 0,9348. A concordância destes valores pode ser confirmada a partir da análise dos erros das amostras de calibração (RMSEC) e de validação (RMSEP), respectivamente 0,83% e 0,85%.

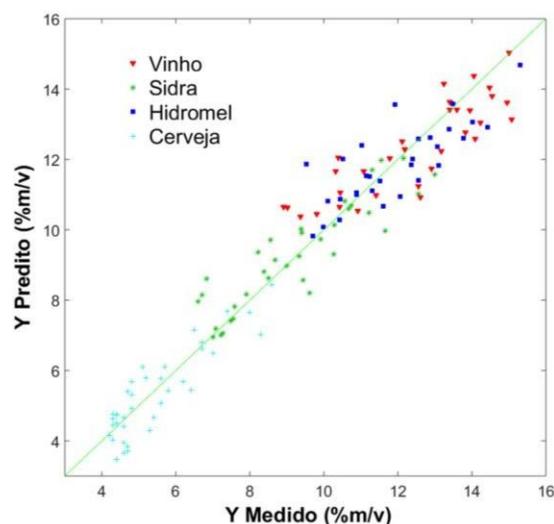


Figura 1. Gráfico de valores de referência versus valores previstos para o modelo PLS.

Conclusões

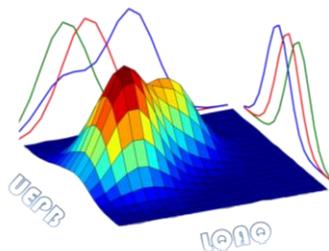
O modelo PLS em conjunto com um espectrofotômetro MicroNIR® mostrou-se capaz de determinar de maneira eficiente o teor alcoólico em um modelo multiproduto para 4 diferentes tipos de bebidas.

Agradecimentos

Capes, CNPq e FAPEMIG (Projeto APQ0345716).

¹ Wang, M. *et al.*, *J. Food Drug Anal.*, **2003**, 11 (2), 133.

² Aquarone, E. *et al.*, *Biotechnologia Industrial: Processos Fermentativos e Enzimáticos*. São Paulo, Blucher, **2001**.



Determinação do teor de fumonisina em milho usando a tecnologia de imagem hiperespectral no infravermelho próximo (HSI-NIR) e métodos quimiométricos.

Renata R. P. Conceição¹ (PG), Valéria A. V. Queiroz^{2*} (PQ), Everaldo P. de Medeiros^{3*} (PQ), Joabson B. de Araújo³ (PR), Dagma D. da Silva^{2*} (PQ), Rafael de A. Miguel² (PR), Maria A. de R. Stoianoff^{1*} (PQ), Maria Lúcia F. Simeone^{2*} (PQ), marialucia.simeone@embrapa.br

¹Departamento de Microbiologia, Universidade Federal de Minas Gerais, 31270-901 Belo Horizonte, MG, Brasil.

²Embrapa Milho e Sorgo, MG 424, Km 45, 35701-970 Sete Lagoas, MG, Brasil.

³Embrapa Algodão, PB 424, Km 45, 35701-970 Campina Grande, PB, Brasil.

Palavras-Chave: *Sorghum bicolor* (L.) Moench, micotoxina, calibração multivariada.

Introdução

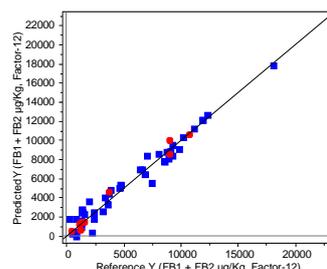
O milho (*Zea mays* L.) se encontra entre os cereais mais produzidos mundialmente, sendo um dos alimentos mais presentes na dieta humana e animal. Porém, o milho é uma cultura suscetível ao ataque de fungos patogênicos que, além de causarem prejuízos na produção, podem produzir micotoxinas capazes de provocar graves danos à saúde humana e animal. Uma das principais micotoxinas que afeta a cultura do milho é a fumonisina e a sua quantificação pode ser realizada por métodos baseados em imunoenaios ou cromatografia. Assim, a busca por métodos alternativos para a rápida quantificação de fumonisina em milho é de grande relevância. O objetivo desse trabalho foi desenvolver um método rápido e não destrutivo para quantificar o teor de fumonisina em milho por meio da análise multivariada de imagens hiperespectrais (HSI) obtidas no NIR.

Resultados e Discussão

Foram obtidas imagens hiperespectrais de 1240 grãos de milho (separados em 51 lotes de 40 grãos cada) de 6 cultivares diferentes, obtidos em experimentos realizados pela Embrapa Milho e Sorgo (Sete Lagoas – MG) e analisados pelo método de HPLC para o teor de fumonisina (FB1+ FB2) (faixa de 564 a 18.133 $\mu\text{g.kg}^{-1}$). As imagens foram obtidas utilizando um espectrômetro sisuChema SWIR-Specim® (Spectral Imaging Ltd, Oulu, Finlândia) em uma faixa espectral de 1000–2500 nm, com uma lente de 50 mm. A partir de cada imagem foi obtido o espectro médio e pré-processados utilizando derivada segunda com filtro Savitzky-Golay e seleção de variáveis utilizando o software The

Unscrambler® v.10.5. Modelos PLS foram desenvolvidos visando a quantificação do teor de fumonisina em grãos de milho e o melhor resultado foi obtido para um conjunto de calibração contendo espectros médios de 42 lotes de amostras de milho com 12 variáveis latentes, R^2 de 0,9607 e RMSEC 827,09 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ de fumonisina (FB1+ FB2) em milho (**Figura 1**). A validação externa foi realizada com 9 lotes de amostras a qual obteve-se R^2 de 0,8595 e RMSEP 1465,30 $\mu\text{g.kg}^{-1}$. A legislação brasileira (ANVISA) prevê teor máximo de 5.000 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ de fumonisina (FB1+ FB2) em milho¹.

Figura 1. Valores de referência e previstos pelo modelo PLS, amostras de calibração (azul) e validação (vermelho).



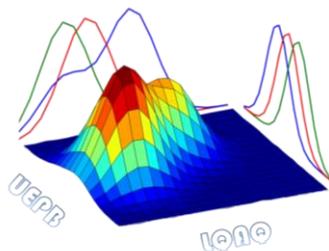
Conclusões

A partir dos resultados, pode-se concluir que o modelo pode ser utilizado para efetuar a triagem de amostras de grãos de milho contaminados por fumonisina de forma rápida, direta e não destrutiva.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao INCTAA, Capes, CNPq.

¹ANVISA. Resolução n° 7, de 2011. *DOU*, Brasília, DF, Seção1, p.66, 18 fev. 201



Determinação do teor de sólidos solúveis em diversas etapas do processo de fabricação de açúcar utilizando um espectrômetro NIR ultracompacto

Bruno Henrique S. Melo^{1*} (PG), Rafaella F. Sales¹ (PG), Maria Fernanda Pimentel¹ (PQ), Jorge Souza P. Silva² (PR), Aluska G. C. A. Sousa² (PR), Deborah M. C. Peixoto² (PR).

(1) Universidade Federal de Pernambuco, Laboratório Integrado de Tecnologia em Petróleo, Gás e Biocombustíveis. Avenida da Arquitetura, Cidade Universitária, 50740-550, Recife - PE, Brasil.

(2) Rodovia PE 41, Igarassu - PE, Brasil.

* e-mail: brunohenrique978@gmail.com

Palavras Chave: Espectrômetro NIR portátil, Brix, Cana-de-Açúcar.

Introdução

O uso da espectroscopia no infravermelho próximo (NIRS) para identificar e quantificar diferentes tipos de analitos apresenta diversas vantagens em comparação às metodologias convencionais: é uma técnica não destrutiva, não invasiva e rápida¹. Por isso, vem sendo amplamente empregada no setor industrial, pois permite agilidade na tomada de decisões diante de urgências na cadeia produtiva. No ramo sucroalcooleiro, em particular, destaca-se a determinação do teor de sólidos solúveis², parâmetro importante ao longo do processo de fabricação do açúcar. Nesse contexto, o trabalho direciona-se em construir um modelo PLS para determinar o teor de sólidos solúveis para os diferentes substratos da extração de caldo e pré-evaporação do processo de fabricação de açúcar de uma Usina situada no estado de Pernambuco, empregando um espectrômetro ultracompacto MicroNIR, com o objetivo de diminuir o tempo entre amostragens e, assim, obter rapidamente informações sobre o processo. O MicroNIR (faixa espectral de 908 a 1676 nm) tem como principal benefício o baixo custo, comparado a instrumentos de bancada.

Resultados e Discussão

Para a construção do modelo, foram coletadas amostras dos processos de extração, tratamento do caldo e pré-evaporação, da safra 2019/2020. A aquisição espectral com o MicroNIR foi feita a partir de medidas de transmitância, utilizando cubetas de quartzo com 2 mm de caminho óptico. O brix refratométrico (análise de referência) também foi registrado para cada amostra. Diferentes estratégias de pré-processamento foram avaliadas. O modelo PLS (Figura 1), foi

elaborado com 203 amostras, divididas em calibração (70%) e predição (30%) através do algoritmo KSNV. Os dados pré-processados utilizando Standard Normal Variate (SNV) apresentaram os melhores resultados. A faixa de concentração do modelo com 4 variáveis latentes foi de 11,7 a 22,1 °Brix. Na tabela 1 estão expressas as principais figuras de mérito do modelo.

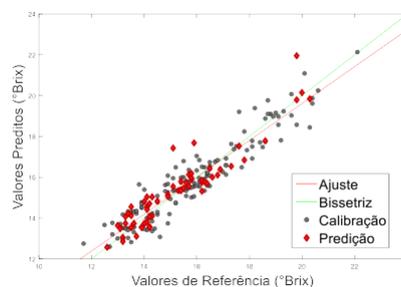


Figura 1. Modelo de Regressão para o Brix.

Tabela 1. Figuras de mérito do modelo PLS.

RMSEC	RMSECV	RMSEP	Bias Pred.
0,68	0,71	0,67	0,10

Os resultados do modelo foram satisfatórios, tanto para calibração quanto para predição e o BIAS de predição não foi significativo com 95% de confiança.

Conclusões

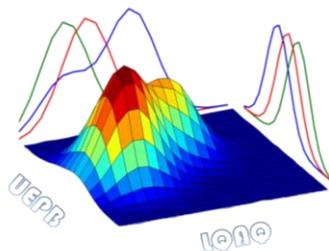
O MicroNIR se mostrou eficiente na quantificação de sólidos solúveis através de um modelo único para atender a diversas etapas da fabricação de açúcar.

Agradecimentos

CNPq, FACEPE, CAPES, NUQAAPE, INCTAA.

¹ Pasquini, C. Anal. Chim. Acta. 2018, 1026, 8.

² Nawi, N. M., Chen, G., Jensen, T. Sensing Tech. for Biomaterial, Food, and Agriculture. 2013, 8881.



Determinação do teor e avaliação da estabilidade do etanol em álcool gel utilizando a espectroscopia no infravermelho médio e próximo

Fernando S. Fonseca Júnior^{1,2(*)} (PG), Lívia R. e Brito² (PQ), M. Fernanda Pimentel³ (PQ), Leila B. Leal⁴ (PQ)

*f.sabato@ic.pe.gov.br

¹Departamento de Química Fundamental, Universidade Federal de Pernambuco, Recife-PE; ²Instituto de Criminalística Professor Armando Samico, Polícia Científica, Recife-PE; ³Laboratório de Combustíveis, LITPEG, Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Pernambuco, Recife-PE; ⁴Farmácia Escola Carlos Drummond de Andrade, Departamento de Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal de Pernambuco, Recife-PE.

Palavras Chave: álcool gel, etanol, infravermelho.

Introdução

Com a pandemia do novo coronavírus (COVID-19) e a constante necessidade de se manter as mãos limpas para evitar contaminação, o álcool gel se tornou bastante popular. Devido ao aumento da procura, foi observada uma falta desse produto no mercado e isso levou a Anvisa a definir critérios e procedimentos extraordinários e temporários para facilitar a venda de preparações antissépticas ou sanitizantes como o álcool gel. O resultado dessas medidas foi a produção de álcool gel com teor de etanol inferior ao valor mínimo estabelecido pela Anvisa (70% p/p). Surgiu, então, a necessidade de se desenvolver métodos para determinar o teor de etanol e avaliar se o mesmo estava de acordo com o indicado nos rótulos dos produtos. Nesse contexto, dois métodos baseados na espectroscopia no infravermelho médio (MIR) e próximo (NIR) associada à calibração multivariada utilizando a regressão pelos mínimos quadrados parciais (PLS) foram desenvolvidos e aplicados à análise de amostras de álcool gel (Fonseca Jr. et al., 2020).

Neste trabalho, esses métodos foram utilizados para analisar 62 amostras de álcool gel comercial e avaliar a estabilidade do etanol em amostras mantidas em recipientes fechados ao longo de cerca de 100 dias.

Resultados e Discussão

Observou-se que apenas 16 das 62 amostras analisadas apresentaram teor de etanol igual ou superior a 70% (p/p), considerando o intervalo de confiança de 95%,

nos dois métodos. É importante ressaltar que das 46 amostras restantes, apenas 9 apresentaram teor inferior a 60% (p/p), também considerando-se os resultados dos dois métodos. Comparando-se os resultados obtidos nos dois métodos, tem-se que foi observada uma pequena variação entre os valores médios obtidos para uma mesma amostra, mas essa variação foi inferior a 2% (p/p). Quanto à estabilidade do etanol, as amostras foram mantidas fechadas e eram abertas apenas no momento das análises. Um total de 35 e 20 análises foram realizadas ao longo do tempo empregando os métodos que utilizam a espectroscopia MIR e NIR, respectivamente, todas em triplicata.

Observou-se que os valores médios de etanol variaram de 70,2 a 72,3% (p/p) para a amostra analisada na região MIR e 68,0 a 73,5% para a amostra analisada na região NIR.

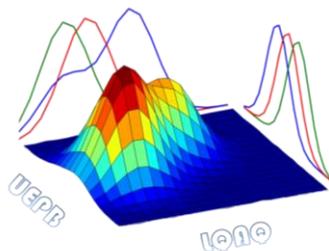
Conclusões

A maioria das amostras (53 amostras) apresentou teor de etanol superior a 60% (p/p), mas apenas 16 apresentaram o teor mínimo de 70% (p/p) como preconizado pela Anvisa. Quanto à estabilidade, tem-se que ao longo de cerca de 100 dias não se observou uma variação significativa do teor de etanol nas amostras analisadas.

Agradecimentos

NUQAPE, NEQUIFOR, CNPq e INCTAA.

¹Fonseca Jr., F. S.; Brito, L. R.; Pimentel, M. F. e Leal, L. B. J. *Braz. Chem. Soc.* **2020**, *31*, 1759-1763.



Determinação do valor de grau API em petróleo usando ATR-FTIR e ferramentas de seleção de variáveis

Andressa L. Soares (IC)*¹, Edson I. Müller (PQ)¹

*andressalopezss@gmail.com

¹ Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, 97105-900 Santa Maria – RS, Brasil

Palavras Chave: ATR-FTIR, calibração multivariada, seleção de variáveis.

Introdução

O grau API é uma medida relacionada à densidade do petróleo estabelecida pelo American Petroleum Institute (API) e serve para a identificação comercial dos diferentes tipos de petróleo¹. Atualmente, a determinação é feita através da norma ASTM D-7042, utilizando um viscosímetro¹. Como alternativa, pode ser realizada utilizando a espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier com reflectância total atenuada (ATR-FTIR) associada a métodos de calibração multivariada². Dessa forma, esse trabalho teve como objetivo a construção de um modelo para predição de valores de grau API em amostras de petróleo bruto utilizando o método de regressão por mínimos quadrados parciais (PLS) e ferramentas de seleção de variáveis (iPLS, biPLS e siPLS).

Resultados e Discussão

Os conjuntos de calibração e previsão foram compostos por 74 e 38 amostras, respectivamente. Os valores de grau API variaram de 19,15 a 41,29 ° no conjunto de calibração e de 19,88 a 41,05 ° no conjunto de predição. Como pré-tratamento dos dados espectrais foi aplicada a correção de espalhamento multiplicativo (MSC). Foram construídos os modelos iPLS, biPLS e siPLS, dividindo o espectro em 10, 20, 40 e 60 intervalos e fazendo combinações de intervalos. Ao observar os resultados obtidos na Tabela 1, não foram encontradas diferenças significativas entre os valores de RMSECV e RMSEP dos modelos (Teste F, 95% de confiança). Todavia, considerando o número de variáveis utilizadas, o modelo siPLS60 foi considerado mais robusto.

Tabela 1. Melhores modelos obtidos para a predição do grau API

Modelo	NV ^a	VL	R _{CAL}	RMSECV (°)	RMSEP (°)
global	3351	4	0,9718	1,10	1,98
iPLS10	335	4	0,9655	1,22	1,99
biPLS60	223	4	0,9722	1,09	2,13
siPLS60	168	4	0,9763	1,01	1,65

* NV^a: número total de variáveis; VL: número de variáveis latentes.

Conclusões

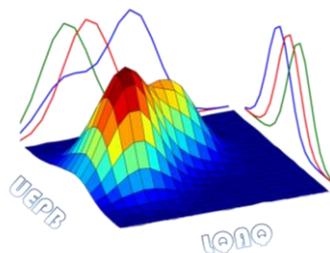
Os métodos iPLS, biPLS e siPLS não apresentaram melhoras significativas nos valores de R_{CAL}, RMSECV e RMSEP em relação aos modelos globais, entretanto resultaram na otimização dos modelos de calibração, tornando-os mais simples e conseqüentemente, possibilitando a predição dos valores em um menor tempo computacional.

Agradecimentos

À Universidade Federal de Santa Maria, ao Laboratório de Análises Químicas Industriais e Ambientais e à PETROBAS.

¹ Speight, J. G. *Handbook of Petroleum Product Analysis*. New Jersey, USA: John Wiley & Sons, 2002.

² Filgueiras, P. R.; Sad, C. M. S.; Loureiro, A. R.; Santos, M. F. P.; Castro, E. V. R.; Dias, J. C. M.; Poppi, R. J. *Fuel*, v. 116, p. 123–130, 2014.



Determinação voltamétrica de parabenos em adoçantes utilizando eletrodo de carbono vítreo associado à calibração de segunda ordem

Maria do Socorro R. Dantas¹ (PG)*, Anabel S. Lourenço¹ (PG), Amanda C. Silva² (PQ), Kátia M. Bichinho¹ (PQ), Mario C. U. Araujo (PQ)¹.

socorro_quimica@hotmail.com

¹ Universidade Federal da Paraíba, Departamento de Química, 58051-970 - João Pessoa - Paraíba - Brazil.

² Instituto Federal da Paraíba, 58800-970 - Sousa - Paraíba - Brasil.

Palavras Chave: Parabenos; Adoçantes; Calibração de Ordem Superior.

Introdução

Parabenos são ésteres derivados do ácido 4-hidroxibenzoico tais como metilparabeno (MeP), etilparabeno (EtP), propilparabeno (PrP) e butilparabeno (BuP), que têm sido utilizados como conservantes para diferentes produtos farmacêuticos, alimentares e cosméticos, devido à ação antimicrobiana e antifúngica^{1,2}. Dentre as técnicas para analisar essas substâncias, vêm se destacando as eletroanalíticas, devido sua alta sensibilidade e capacidade de obter informações fundamentais sobre as propriedades intrínsecas das espécies. Para melhorar a seletividade dessas técnicas ao analisar amostras de alta complexidade, o uso de ferramentas quimiométricas em dados eletroanalíticos vem ganhando ampla aceitação nos últimos anos, principalmente com a calibração de ordem superior. Diante disso, este trabalho tem como objetivo determinar parabenos em adoçantes usando eletrodo de carbono vítreo (ECV) empregando a voltametria de onda quadrada (VOQ) associada à calibração de segunda ordem.

Resultados e Discussão

Inicialmente foi investigado o comportamento redox dos parabenos sobre a superfície de diferentes eletrodos, alcançando melhores resultados sobre a superfície do ECV. Foi investigada a influência do pH sobre a resposta voltamétrica dos parabenos, observando um aumento significativo na corrente de pico com valores máximos em pH 4,5 (tampão Britton Robinson). Os estudos de velocidade de varredura indicaram que o processo de transferência de massa dos analitos é controlado por adsorção das espécies na superfície do ECV. Para obter os dados de segunda ordem a frequência foi variada numa faixa de 5 a 35 Hz (com

incremento de 5 Hz), gerando uma matriz 7x76 (frequência x potencial) para cada medida. Os analitos apresentaram um alto grau de sobreposição que foi contornado com o uso dos mínimos quadrados parciais desdobrados com bilinearização residual (U-PLS/RBL). Inicialmente foi realizado um pré tratamento nos dados com a correção de linha de base e do deslocamento dos potenciais de picos. Na etapa de modelagem do U-PLS/RBL foi escolhido o número ótimo de fatores e de etapas RBL para as amostras de adoçantes tendo os padrões das analitos como conjunto de calibração. Assim, os modelos foram construídos e os resultados obtidos para a predição foram satisfatórios de acordo com os valores de recuperação que variou de 83,19 a 117,06%.

Tabela 1. Predição das amostras de adoçante por UPLS/RBL

Amostras	Concentrações (10 ^{e-7} mol.L ⁻¹)			
	MeP	EtP	PrP	BuP
1	11,69	1,70	5,55	0,18
2	11,49	2,38	1,72	1,90
3	2,02	8,35	2,93	7,14
4	13,33	6,71	9,63	2,51
5	0,20	1,86	0,04	0,87
6	0,01	8,91	9,66	2,68
7	18,42	12,41	6,79	6,05
8	13,31	6,53	1,43	3,35
9	0,24	4,84	2,88	1,30

Conclusões

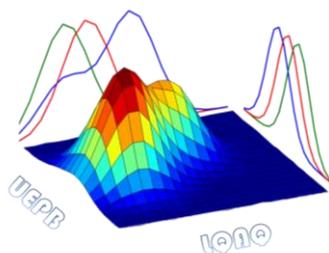
Conclui-se que o método desenvolvido para determinação de parabenos em adoçante utilizando voltametria de onda quadrada associada a calibração de segunda ordem apresentou um bom desempenho.

Agradecimentos

UFPB, CNPq, INCTAA.

¹ Shaoyou Lu, et al. Environmental Pollution 254 (2019) 113007.

² Qi Zhong, et al. Science of the Total Environment 703 (2020) 134720



Espectroeletróquímica da o-tolidina – avaliação de um arranjo experimental para obtenção de dados de segunda ordem

Levi G. Oliveira^{1,*} (PG), Sherlan G. Lemos¹ (PQ), Wallace D. Fragoso¹ (PQ)

levigomes1@hotmail.com

¹ Universidade Federal da Paraíba, Depto. de Química, João Pessoa, PB. Brasil

Palavras Chave: espectroeletróquímica, PARAFAC

Introdução

Nesse trabalho foi realizado um estudo espectroeletróquímico quantitativo da o-tolidina empregando espectroscopia de transmissão UV-Vis e voltametria de varredura linear (LSV), com o objetivo de avaliar um novo arranjo experimental para obtenção de dados de segunda ordem. Este arranjo é composto por uma célula de teflon onde eletrodos impressos opticamente transparentes são acoplados, permitindo análises rápidas e com pequeno volume de amostra.

Resultados e Discussão

A Figura 1 ilustra o sinal espectroeletróquímico obtido ao longo de uma varredura voltamétrica em uma janela de potencial de 0,00 a 0,85 V utilizando um eletrodo impresso Dropsens DRP-P10 (PEDOT). Os espectros de transmissão foram adquiridos na região de 320 a 550 nm. Na Fig. 1 observa-se o surgimento de uma banda de absorção com máximo por volta de 440 nm, compatível com o reportado na literatura¹. Padrões com concentrações entre $5,0 \times 10^{-5} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ e $2,0 \times 10^{-4} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ foram utilizados na construção do conjunto de calibração. As análises foram realizadas utilizando apenas $50 \mu\text{L}$ de solução. Os dados de segunda ordem foram modelados com o algoritmo PARAFAC² utilizando o toolbox MVC2³ executando no Matlab 2010.

Os modelos PARAFAC foram construídos utilizando 3 componentes. A restrição de não-negatividade foi aplicada aos Modos B e C. Uma consistência de núcleo de 97% foi obtida. Visando avaliar a capacidade preditiva do modelo foram feitas 4 predições com amostras de teste, cujos resultados são mostrados na

Tabela 1. Foi obtido um RMSEP de $7,4 \times 10^{-6} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.

Figura 1. Sinal espectroeletróquímico para um padrão de o-tolidina $1,4 \times 10^{-4} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$

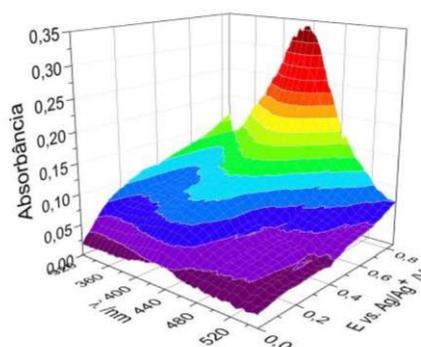


Tabela 1. Resultados das predições

Concentração ($\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)	Previsão ($\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)
$8,0 \times 10^{-5}$	$8,8 \times 10^{-5}$
$9,0 \times 10^{-5}$	$8,6 \times 10^{-5}$
$1,4 \times 10^{-4}$	$1,4 \times 10^{-4}$
$1,6 \times 10^{-4}$	$1,7 \times 10^{-4}$

Conclusões

Dados espectroeletróquímicos de segunda ordem da o-tolidina foram obtidos utilizando o arranjo experimental proposto. Modelos PARAFAC apresentaram boa capacidade preditiva.

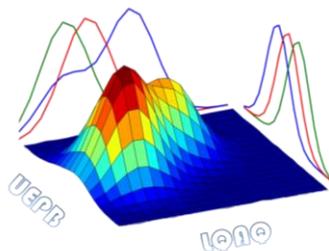
Agradecimentos

CNPq, CAPES, FINEP.

¹ Kuwana, T.; Strojek, J. W. *Discuss. Faraday Soc.*, **1968**, 45, 134.

² Anderson, C. A.; Bro, R. *Chemolab*, **2010**, 52, 1.

³ Olivieri, A. C.; Wu, H.; Yu, R. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*. **2009**, 96, 246.



Estimativa de temperatura máxima atingida por solos submetidos a queimadas empregando regressão por mínimos quadrados parciais

Débora R. Rocha^{1*} (PG), Edivaldo L. Thomaz² (PQ), Fábio L. Melquiades¹ (PQ).

1 - Laboratório de Física Nuclear Aplicada, Departamento de Física, Universidade Estadual de Londrina, Rod. Celso Garcia Cid, PR 445 Km 380, Campus Universitário, Caixa postal 10.011, CEP 86.057-970, Londrina, Paraná, Brasil.

2 - Laboratório de Erosão do Solo, Departamento de Geografia, Universidade Estadual do Centro-Oeste - UNICENTRO, Rua Simeão Camargo Varela de Sá, 03, Caixa Postal 3010, CEP 85040-080, Guarapuava, Paraná, Brasil.

* Autor(a) principal
deborarocho@uel.br

Palavras Chave: solos, simulação, EDXRF

Introdução

O fogo é uma perturbação comum nos ecossistemas e afeta as propriedades físicas, químicas e biológicas do solo¹. O objetivo deste estudo foi estimar a temperatura máxima atingida por solos de queimadas utilizando a regressão por mínimos quadrados parciais (PLS), empregando amostras submetidas à simulação de queimada em mufla para a calibração. As amostras estudadas (Latossolo Distrófico Vermelho-Amarelo) são do sul da Amazônia, Bacia do Rio Branco em Porto Velho, Rondônia. Foram coletadas amostras de uma floresta sem queimadas, de pastagem antiga (P01, P02 e P03), roça de toco (P05 e P06) e de pastagem recente (P08). Todas as amostras foram secas ao ar, maceradas e peneiradas (<125µm). Amostras da floresta foram aquecidas a 150°C, 250°C, 350°C, 450°C, 550°C, 650°C e 750°C durante 20 min cada. Foi empregada a técnica Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia (EDXRF) com o equipamento Shimadzu EDX-720 em duas condições operacionais: Na-Sc (15 kV, 200s) e Ti-U (50kV, 100s).

Resultados e Discussão

Diferentes pré-processamentos foram estudados (centragem na média, Pareto, e Poisson + centragem na média). Os melhores resultados foram utilizando a condição Na-Sc com pré-processamento Pareto. A variância total explicada por este modelo foi de 78.6%

no bloco X e de 97.7% no bloco Y. Variáveis latentes = 2, RMSEC = 30°C, RMSECV = 117°C, R² Cal = 0.9813, e R² CV = 0.7583. A seleção das variáveis do início do espectro (0.89-4.3 keV), correspondendo aos picos dos elementos Al, Si, K, e Ca e às linhas La, Lb do Rh, apresentou as melhores estimativas de temperatura para as amostras de queimadas reais. O desvio relativo das temperaturas previstas na calibração foi <24%. As temperaturas estimadas para as amostras de queimadas reais (conjunto de previsão) foram: P01 = 433°C, P02 = 422°C, P03 = 432°C, P05 = 657°C, P06 = 574°C, e P08 = 426°C.

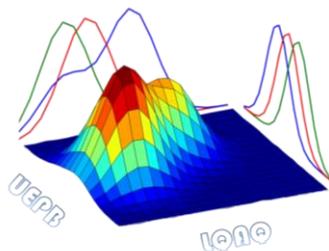
Conclusões

Foram verificadas diferenças significativas dependendo do método de pré-processamento utilizado. O método de Pareto foi o mais eficaz neste estudo. De forma geral, a análise de EDXRF combinada à análise multivariada por PLS se mostrou eficiente no estudo de solos submetidos a queimadas.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Dr. Paulo Rogério Catarini da Silva (Lab FILMAT UEL), à CAPES e ao INCT-FNA.

¹ Araya, S. N.; Meding, M.; Berhe, A. A. SOIL, 2016, 2, 351-366.



Estudo do envelhecimento artificial do papel por tratamento térmico empregando espectroscopia no infravermelho e seleção de variáveis.

Erklaylle Silva¹ (PG)*, Carolina S. Silva² (PQ), M. Fernanda Pimentel² (PQ).
*erklaylle.gabriely@hotmail.com

¹ Departamento de Química Fundamental, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE, Brasil; ²

Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE, Brasil.

Palavras Chave: Documentoscopia, Infravermelho, PLS, Seleção de Variáveis.

Introdução

Um dos grandes desafios da ciência forense é a datação de documentos, pois a degradação do papel pode depender de diversos fatores, tanto externo (meio na qual foi armazenado), quanto interno (a composição do papel). Na literatura há poucos trabalhos que estudam a análise do papel¹. Nesse contexto, este trabalho tem como objetivo avaliar o processo de degradação do papel, utilizando a espectroscopia na região do infravermelho (IR) associada à regressão por Mínimos Quadrados Parciais (PLS) e a seleção de variáveis. Foram utilizadas cinco marcas de papéis sulfites, de cada marca 3 folhas, sendo adquiridos dois espectros para cada folha. As amostras foram submetidas a um processo de envelhecimento por tratamento térmico (100 °C). As amostras foram monitoradas em diferentes intervalos de tempo entre 10 minutos até 4 meses. Os espectros foram adquiridos na região de 4000 – 650 cm⁻¹, por refletância total atenuada utilizando espectrômetro *Spectrum Frontier* (Perkin Elmer).

Resultados e Discussão

Para determinar a correlação dos espectros com o tempo de degradação foi utilizado o PLS e foram testados diversos tipos de seleção de variáveis:VIP scores, iPLS e algoritmo genético (GA). Dessas técnicas a que obteve o melhor resultado foi o GA (Figura 1). Na Figura 2 tem-se o VIP scores do modelo de regressão, na qual é possível observar que a região espectral de maior contribuição está relacionada com a absorção em 1722 cm⁻¹ que é devido ao estiramento de C=O, presente em ácidos carboxílicos,

comportamento compatível com uma reação de oxidação.

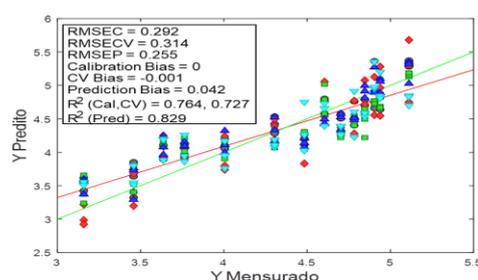


Figura 1. Gráfico Y Predito versus Y Mensurado do modelo de regressão.

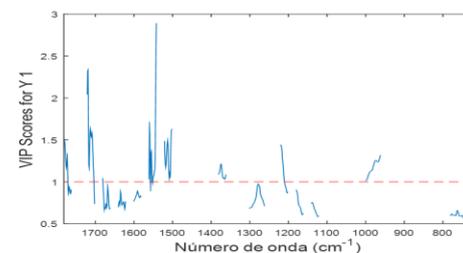


Figura 2. VIPs Scores do modelo de regressão.

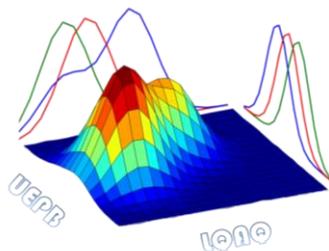
Conclusões

A espectroscopia no infravermelho médio associada à PLS e a seleção de variáveis, especificamente o GA se mostrou eficiente para avaliar o processo de degradação de papéis, mostrando seu potencial para datação.

Agradecimentos

Instituto de Criminalística de Pernambuco, NUQAPE, INCTAA, NEQUIFOR, FACEPE, CNPQ e CAPES.

¹ CALCERRADA, M. L.; GARCÍA-RUIZ, C.; Analysis of questioned documents: A review. *Analytica Chimica Acta*, v. 853, p.143–166, 2015.



Evaluation of multivariate calibration and non-destructive EDXRF for direct determination of Cu, K, Sr and Zn in cocoa beans

Raimundo Rafael Gamela¹(PG), Edenir Rodrigues Pereira-Filho¹(PQ), Fabíola Manhas Verbi Pereira²(PQ). *fabiola.verbi@unesp.br

¹Group of Applied Instrumental Analysis (GAIA), Department of Chemistry, Federal University of São Carlos (UFSCar), São Carlos, SP, 13560-270, Brazil.

²Group of Alternative Analytical Approaches (GAAA), Institute of Chemistry, São Paulo State University (Unesp), 14800-060, Araraquara, SP, Brazil.

Keywords: Multivariate calibration, EDXRF, direct solid analysis.

Introduction

Cocoa bean is an important raw material to produce chocolate and cocoa powder. In this sense, the goal of this study was to evaluate the use of multivariate calibration and non-destructive energy dispersive x ray fluorescence (EDXRF) for determination of Cu, K, Sr and Zn in cocoa beans employing direct solid sample analysis.

Results and discussion

In this study, the analyzes were performed in triplicate. Partial least squares (PLS) and multiple linear regression (MLR) were evaluated for multivariate calibration in the determination of Cu, K, Sr and Zn in 10 cocoa bean samples. For pre-processing, the data matrices were mean-centered, and the PLS was used to calculate the calibration models after selection of specific region of the element that corresponds to K α energies. This procedure avoids the possible miscorrelations among the fluorescence intensities, as can be shown in Figure 1. The strategy leave-one out cross validation was used due to the number of samples available. In the case of MLR, the strategy venetian blinds cross validation was used. For all strategies, the reference concentrations from ICP OES was the vector y . The best results were considered that present lower root mean square error cross validation (RMSECV) and acceptable trueness values for each element. From all multivariate calibration evaluated, the best results were observed for PLS. MLR showed to be less sensitive and was not efficient to minimize the matrix effects.

This question is probably related to variability of the samples, that presented different varieties which affected the prediction capability of the models. The trueness values obtained for PLS ranged from 76 to 136% for Cu, 78 to 133% for K, 61 to 124% for Sr, and 87 to 127% for Zn. The predicted concentration values were 0.001 to 0.002% for Cu, 0.81 to 1.1% for K, 0.001 to 0.003% for Sr, and 0.003 to 0.004% for Zn. These results were obtained using 1 latent variable for all determined elements.

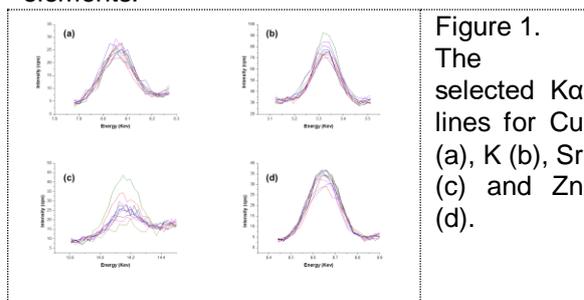


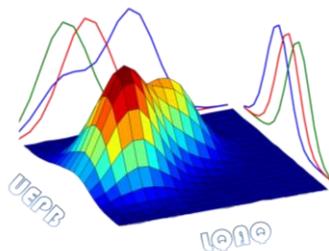
Figure 1. The selected K α lines for Cu (a), K (b), Sr (c) and Zn (d).

Conclusions

The use of EDXRF showed to be simple and fast with higher analytical frequency. In addition, combining this technique with multivariate calibration (PLS) allowed to obtain acceptable trueness and predicted values.

Acknowledgments

The authors acknowledge the financial support to CNPq/TWAS (158587/2017-0), CNPq (305637/2015-0 and 307328/2019-8) and FAPESP (2016/01513-0, 2018/18212-8 and 2019/01102-8). This study was financed in part by CAPES – Finance Code 001.



Fusão de dados vis-NIR com EDXRF para determinação da capacidade de troca catiônica de solos de uma topossequência derivada do basalto.

Felipe Rodrigues dos Santos^{1*} (PG), José Francirlei de Oliveira² (PQ), José Victor F. dos Santos² (PG), Graziela M. C. Barboza² (PQ), Fábio Luiz Melquiades¹ (PQ). fe.chicoo@gmail.com

¹ Grupo de Física Nuclear Aplicada, Universidade Estadual de Londrina, CEP 86057-970, Londrina, PR, Brasil.

² Departamento de Solos, Instituto Agrônomo do Paraná (IAPAR), CEP 86047-902, Londrina, PR, Brasil.

Palavras Chave: Fertilidade do solo, fusão de dados, PLS.

Introdução

A espectroscopia no infravermelho próximo e visível (vis-NIR) e a fluorescência de raios X por dispersão em energia (EDXRF) são técnicas que têm se mostrado eficientes na determinação de atributos de fertilidade do solo. Devido à complementaridade de informação dessas técnicas, a fusão de dados de vis-NIR com EDXRF pode melhorar a capacidade preditiva dos modelos bem como contribuir para uma melhor interpretação dos dados. Portanto, o objetivo desse estudo foi avaliar o potencial da fusão de dados de vis-NIR com EDXRF para prever a capacidade de troca catiônica (CTC) de 396 amostras de solo de uma topossequência derivada do basalto.

Materiais e Métodos

396 amostras de solo foram coletadas em uma topossequência localizada no município de Cambé-PR. Todas as amostras foram submetidas à análise convencional para a determinação da CTC e medidas por EDXRF e vis-NIR. Dividiu-se o conjunto de dados em 2/3 para calibração e 1/3 para validação externa. Foram construídos modelos utilizando os dados espectrais de cada técnica de forma individual e com os espectros concatenados após os devidos pré-processamentos.

Resultados e Discussão

Em geral, não foi observado diferença significativa no desempenho dos modelos. No entanto, o modelo com a fusão de dados (vis-NIR + EDXRF) foi o que apresentou o menor valor de RMSEP. A tabela 1 apresenta um resumo dos resultados de cada modelo.

Tabela 1. Resumo dos resultados para os modelos das diferentes técnicas.

	Vis-NIR	EDXRF	Fusão
LV	6	6	5
RMSECV	0,94	0,95	0,94
RMSEP	0,83	0,81	0,77
RPD	1,8	1,8	1,9

De acordo com o VIP scores os comprimentos de onda em torno de 1400, 1900, 2200, 2300 e 2400 nm foram os mais importantes para previsão da CTC nesse conjunto de dados. Esses comprimentos de onda estão relacionados ao grupo C-H, Alongamento O-H, deformação angular H-O-H e banda de absorção de Al-OH da estrutura de argila^{1,2}. Além disso, as regiões espectrais de EDXRF com os picos de K, Ca, P e Mn também tiveram uma alta influência na previsão da CTC.

Conclusões

De acordo com os valores RPD³, os modelos para CTC apresentam previsões razoáveis. No entanto, a fusão de dados vis-NIR + EDXRF apresentou uma ligeira melhora na capacidade preditiva dos modelos. Além disso, com base no VIP scores foi possível verificar as regiões espectrais que mais contribuíram na modelagem da CTC.

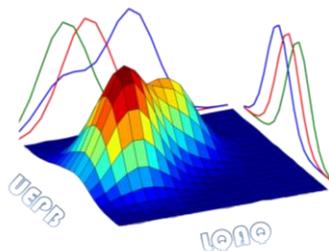
Agradecimentos

Ao CNPq (142985/2016-3) e INCT (373189/2020-6).

¹ Hong, Y. et al. *Catena* 174, 2019,104 -116.

² Rossel, R.A.V., Behrens, T. *Geoderma* 158, 2010, 46-5

³ Rossel, RAV. et al. *Geoderma* 137, 2006, 70-82



Fusión de datos aplicado a lenguas electrónicas voltamperométricas. Mejora en el poder predictivo.

Gastón D. Pierini^{1,*} (PQ), Lucas H. Blandón Naranjo^{1,2} (PQ), Héctor Fernández¹ (PQ), María A. Zon¹ (PQ), Sebastian N. Robledo¹ (PQ). gpierini@exa.unrc.edu.ar

1) Grupo de Electroanalítica (GEANA), Facultad de Ciencias Exactas, Físico-Químicas y Naturales, Instituto para el Desarrollo Agroindustrial y de la Salud (IDAS)- UNRC-CONICET, Río Cuarto, Argentina. 2) Grupo Interdisciplinario de Estudios Moleculares-GIEM, Instituto de Química, Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia

Palabras claves: Fusión de datos, Lenguas electrónicas, Calibración multivariada

Introdução

Las lenguas electrónicas (LE), comprenden un conjunto de sensores químicos no específicos, poco selectivos, con especificidad parcial (sensibilidad cruzada) a diferentes compuestos en una solución¹. Dependiendo el número de sensores, las LE pueden generar una gran cantidad de datos que luego deben ser modelados matemáticamente para obtener el resultado deseado (calibración, clasificación). Por otro lado, la fusión de datos (FD) es la combinación de información de diferentes tipos (o sensores) en un solo modelo con el fin de mejorar las cifras de mérito obtenidas². En este trabajo se propuso el desarrollo de una LE basada en ultramicroelectrodos (UME) de platino (Pt) y disco de fibra de carbono (DFC), combinada con FD (estudiando dos niveles: bajo y medio), para la determinación simultánea de terbutil hidroxitolueno (BHT), terbutil hidroxianisol (BHA) y galato de propilo (PG) en muestras de aceites de oliva.

Resultados e Discussão

Se estudió la respuesta electroquímica de BHT, BHA y PG sobre UME de Pt y DFC empleando la técnica voltamperometría de onda cuadrada (VOC) en un medio de reacción constituido por acetonitrilo y perclorato de tetrabutylamonio, como electrolito soporte, empleando un electrodo

de referencia de Ag/AgCl (KCl 3M) y un contraelectrodo de alambre de platino.

Los datos registrados con la LE se modelaron utilizando dos niveles de FD (bajo y medio) y algoritmos de calibración no lineales (redes neuronales, kernel mínimos cuadrados parciales). Los mejores resultados en términos de la raíz cuadrada del error cuadrático medio y el error relativo de predicción fueron logrados con una FD de nivel medio combinados con redes neuronales.

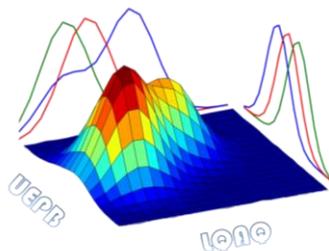
Conclusões

En el presente trabajo se propone la implementación de una lengua electrónica para la cuantificación de PG, BHA y BHT en muestras de aceites comestibles. El empleo de la FD permitió mejorar el poder predictivo de los modelos de calibración generados. De los resultados obtenidos, se demuestra la capacidad que tienen las LE combinadas con estrategias de FD para ser aplicadas en el campo del análisis de alimentos y el control de calidad.

Agradecimentos

Los autores agradecen el apoyo financiero de FONCyT, CONICET, SECyT de UNRC y al Ministerio de Ciencia, Tecnología e Innovación (Colombia).

¹ del Valle, M. *Electroanal.* **2010**, 22, 1539. ² Borrás, E.; Ferré, J.; Mestres, M.; Aceña, L.; Busto, O. *Anal. Chim. Acta*, **2015**, 891, 1.



Identificação de adulteração em azeite de oliva extra-virgem por microNIR associada à SVM *Multi-class* e SVM *One-class* com adição de *outliers* artificiais

Gabriely S. Folli* (PG)¹, Layla Paixão Santos (PG)¹, Ellisson H. de Paulo (PQ)¹, Pedro H. P. da Cunha (PG)¹, Francine D. Santos (PG)¹, Márcia H. C. Nascimento (PG)¹, Wanderson Romão (PQ)^{1,2}, Paulo R. Filgueiras (PQ)¹

¹ Universidade Federal do Espírito Santo, Campus Goiabeiras, Vitória, Espírito Santo, Brasil, CEP 29075-053

² Instituto Federal do Espírito Santo, Campus Vila-Velha, Espírito Santo, Brasil, CEP 29106-010

*gabriely.folli@edu.ufes.br

Palavras Chave: Máquina de vetores de suporte, Adulteração, Azeite extra virgem.

Introdução

O azeite de oliva extra-virgem é um produto de alto valor comercial e pode ser adulterado com óleo de menor custo¹. O objetivo deste trabalho é comparar Máquina de Vetores de Suporte (SVM) *One-class* e *Multi-class* e com PLS-DA identificando adulteração em azeite usando cinco óleos (algodão, canola, girassol, milho e soja) por microNIR.

Resultados e Discussão

O modelo utilizando SVM *multi-class* (Tabela 1), quando comparado ao PLS-DA, apresentou melhor acurácia para todas as classes na identificação de cada tipo de óleo usado como adulterante no azeite para amostra teste. O modelo SVM *one-class* feito a partir da geração de *outliers* artificiais para amostra teste (Tabela 2) apresentou melhor acurácia que o modelo sem a geração de *outliers* artificiais. Isso evidenciou que a construção de modelo com *outliers* artificiais aumenta a amostragem artificialmente e pode auxiliar na modelagem das amostras reais, identificando as amostras adulteradas com 100% de acurácia.

Tabela 1. Matriz de confusão para PLS-da (1) e SVM *Multi-class* (2) para as amostras teste.

	Classe	TP ¹	TN ²	FP ³	FN ⁴	Acurácia
1	Algodão	0	65	0	13	0,83
	Canola	9	53	12	4	0,79
	Girassol	0	65	0	13	0,83
	Milho	1	61	4	12	0,79

	Soja	0	61	4	13	0,78
	Azeite	4	61	4	9	0,83
2	Algodão	11	61	4	2	0,92
	Canola	11	62	3	2	0,94
	Girassol	12	63	2	1	0,96
	Milho	11	63	2	2	0,95
	Soja	10	64	1	3	0,95
	Azeite	9	63	2	4	0,92

¹ Verdadeiro Positivo; ² Verdadeiro Negativo;

³ Falso Positivo; ⁴ Falso Negativo

Tabela 2. Matriz de confusão para SVM *One-class* com (1) e sem (2) geração de *outliers* artificiais do grupo de teste de azeite puro.

Modelo	TP ¹	TN ²	FP ³	FN ⁴	Acurácia
1	0	78	0	0	1,00
2	0	65	13	0	0,83

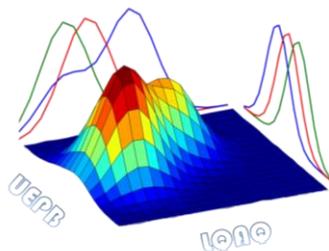
Conclusões

SVM *one-class* com geração de *outliers* artificiais foi o modelo com melhor exatidão. Ademais, o SVM *multi-class* apresentou melhor acurácia que o PLS-DA.

Agradecimentos

UFES, IFES, CAPES, FAPES, CNPq

¹ De Lima, T. K; Musso, M.; Menezes, D. B. Food Chemistry. 2020, 333, 1.



Imagens digitais e PLS na avaliação reológica e físico-química em farinha de trigo

Letícia Darlla Cordeiro¹ (PG), Patrícia Valderrama¹ (PQ).

patriciav@utfpr.edu.br

¹Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 87301-899, Campo Mourão – PR, Brasil.

Palavras Chave: Imagem digital, Calibração Multivariada, Reologia, Trigo.

Introdução

No processo de fabricação de produtos que contenham farinha de trigo em suas composições, as propriedades físico-químicas (cinzas, umidade e cor) e as reológicas (número de queda e força do glúten) são importantes indicadores da qualidade da matéria-prima, influenciando na obtenção de produtos finais de alta qualidade.¹ Considerando o tempo dispendido para a realização destas análises, este trabalho apresenta uma proposta de avaliação de parâmetros de qualidade de farinha de trigo (umidade, cor, cinzas, *falling number* – FL, glúten, força do glúten – W, resistência à deformação – P, extensibilidade da massa – L, relação tenacidade/extensibilidade – P/L, e índice de elasticidade – IE) empregando imagens digitais obtidas por um *smartphone iPhone 7 Plus* (com câmera de 12 megapixels, resolução 4000x3000 pixels, *flash off* empregando o aplicativo *Photometrix*, distância fixa de 20 cm da amostra para o *smartphone*, 20 g de amostra em placa de petri com 5 cm de diâmetro, ambiente aberto, mesmas condições de luminosidade – 2 lâmpadas de *led 20 watts* em ambiente com 32m²) e calibração multivariada através de mínimos quadrados parciais (PLS).

Resultados e Discussão

As amostras, oriundas de uma indústria de moagem de trigo, foram separadas em conjuntos de calibração e validação através do algoritmo de Kennard-Stone.² Os parâmetros de validação dos modelos PLS são apresentados na Tabela 1, para os parâmetros cor (90,23-93,40), P (75-149 mm) e IE (50,87-62,40 %). Valores entre parênteses

correspondem à faixa modelada. Os demais parâmetros avaliados também apresentaram resultados condizentes com as quantidades modeladas. A linearidade foi avaliada através do teste de Jarque-Bera,³ a partir dos resíduos dos conjuntos de validação externa.

Tabela 1. Parâmetros de mérito dos modelos PLS.

Parâmetro de mérito	Cor (*L)	P (mm)	IE (%)
Exatidão RMSEC/ RMSEP	0,49/0,51	8,56/7,91	1,33/1,22
Coefficiente de correlação	0,7615	0,7496	0,7636
Sensibilidade analítica ⁻¹	0,28	5,48	0,68
Limite de detecção	0,91	18,08	2,24
Limite de quantificação	2,77	54,78	6,78
RPDcal	1,91	1,81	1,91
RPDval	1,70	1,88	1,90
Linearidade JBSTAT/ CRITVAL	0,69/3,71	0,76/3,41	1,00/3,62

RMSEC = Root Mean Squares Error of Calibration; RMSEP = Root Mean Squares Error of Validation; RPD = Residual Prediction Deviation; JBSTAT = Jarque-Bera Statistical Result; CRITVAL = Critical Value.

Conclusões

Os parâmetros de mérito revelam que os resultados alcançados pelos modelos PLS a partir das imagens digitais podem ser promissores para aplicações industriais.

Agradecimentos

A CAPES, Fundação Araucária e UTFPR

¹Marchetti, L.; Cardós, M.; Campana, C.L.F. *LWT Food Sci. Technol.* **2012**, 46, 224.

²Kennard, R. W.; Stone, L. A.; *Technometrics* **1969**, 11, 137.

³Jarque, C. M.; Bera, A. K.; *Int. Stat. Rev.* **1987**, 55, 163.

Matrizes de excitação e emissão de fluorescência para quantificação e identificação de adulteração em diesel/biodiesel usando MCR-ALS e nPLS

Anne B. F. Câmara^{1(PG)*}, Marfran C. D. Santos^{1(PG)}, Natanny K. N. Silva^{1(IC)}, Kassio M. G. de Lima^{1(PQ)}, Luciene S. de Carvalho^{1(PQ)}

¹ Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal 59078-900, Brasil.

* anne.beatrizfc@gmail.com..

Palavras Chave: MME, MCR-ALS, nPLS, Adulteração, Diesel/Biodiesel.

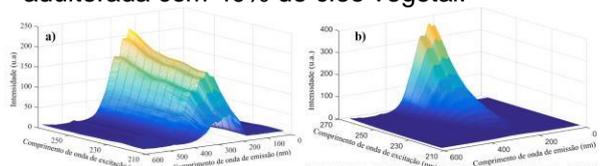
Introdução

A adulteração de combustíveis derivados de petróleo tem sido um problema recorrente no Brasil, e, sendo necessário, portanto, o desenvolvimento de metodologias eficientes para a sua correta identificação e quantificação¹, que suporte às implementadas pela Agência Nacional de Petróleo Gás Natural e Biocombustíveis – ANP. Ferramentas quimiométricas, associadas a técnicas espectroscópicas, têm-se mostrado bastante eficientes para essa finalidade². Neste trabalho, a espectroscopia de fluorescência molecular utilizando matrizes de emissão e excitação (MEE) combinada com a resolução de curva multivariada com mínimos quadrados alternados (MCR-ALS) e nPLS, foi utilizada para identificar e quantificar a adulteração de diesel comercial, utilizando óleo vegetal residual.

Resultados e Discussão

A Figura 1 mostra os espectros MEE obtidos para as amostras.

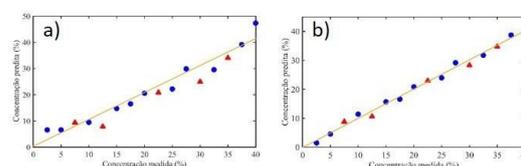
Figura 1. Espectros MEE (a) da mistura diesel/biodiesel (B11) (a) e (b) da amostra adulterada com 40% de óleo vegetal.



O modelo MCR-ALS foi aplicado para a quantificação e identificação da adulteração de 16 amostras de diesel, analisadas em triplicata, utilizando duas componentes (99,998% de variância explicada). Entre essas componentes, apenas a segunda (Cop2) apresentou uma relação linear com o aumento da concentração do adulterante, sendo esta

componente usada para a obtenção da curva de predição (Figura 2A). O modelo nPLS foi utilizado para comparação (Figura 2B). Esses modelos apresentaram valores de RMSE de 3,28 e 1,29, respectivamente, para MCR e nPLS. Ambos os modelos apresentaram $R^2 > 0,950$, indicando que o modelo aplicado foi altamente seletivo para os dados obtidos.

Figura 2. Curvas de calibração para quantificação dos adulterantes por (a) MCR-ALS (a) e (b) nPLS.



Conclusões

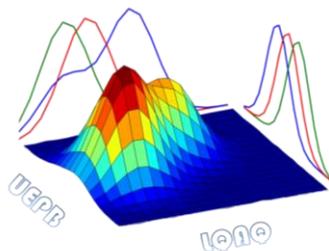
Espectroscopia de fluorescência molecular combinada com MCR-ALS e nPLS se mostrou eficiente para a identificação e quantificação de adulteração do diesel, com baixo RMSE ($>3,28$) e coeficiente de correlação próximos a 1. Foi possível recuperar o espectro puro do componente adulterante, indicando ser uma boa alternativa, rápida e eficaz para o monitoramento da qualidade do diesel, quando comparada com as metodologias utilizadas pela ANP

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Programa de Pós-graduação em Química PPGQ/UFRN, ao Grupo de Tecnologia em Energias (LABTEN), ao Grupo de Pesquisa em Química Biológica e Quimiometria e à CAPES – Código de Financiamento 001.

¹ Paiva, E. M.; Roweldder, J. J. R.; Pasquini, C.; Pimentel, M. F. e Pereira, C. F. *Fuel*. **2015**, *160*, 57.

² Câmara, A. B. F.; Carvalho, L. S.; Morais, C. L. M.; Lima, L. A. S.; Araújo, H. O. M.; Oliveira F. M. e Lima, K. M. G. *Fuel*. **2017**, *210*, 497.



Método de detecção de droga percussora do golpe “Boa Noite, Cinderela” por espectroscopia Raman em instrumentação portátil e calibração multivariada

Layla P. Santos^{1,2} (PG)*, Gabriely S. Folli¹ (PG), Márcia H. C. Nascimento¹ (PG), Francine D. Santos¹ (PG), Ellisson H. de Paulo¹(PG), Wanderson Romão^{1,2,3} (PQ) e Paulo R. Filgueiras¹ (PQ).
layla.paixaosantos2@gmail.com

¹Centro de Competência em Química do Petróleo - NCQP, Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo, Av. Fernando Ferrari, 514, CEP: 29075-910, Vitória, Espírito Santo, Brasil

²Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia Forense (INCT Forense), Brasil.

³Instituto Federal do Espírito Santo (IFES), Av. Ministro Salgado Filho, Soteco, Vila Velha, 29106-010, Espírito Santo, Brasil.

Palavras Chave: Calibração multivariada, Espectroscopia Raman, Instrumentação portátil.

Introdução

Os benzodiazepínicos, como Bromazepam, são utilizados como drogas percussoras de crimes, como roubos, estupros e golpes, mais popular “Boa Noite, Cinderela”.¹ Estes são adicionados em drinks de bebidas com alto teor alcoólico, em baixas concentrações, o que inviabiliza a detecção da droga por exames de triagem.²

Neste contexto, a espectroscopia Raman e instrumentação portátil associada a regressão *Partial Least Squares* (PLS) e ao método de seleção de variáveis *Competitive Adaptive Reweighted Sampling* (CARS), pode complementar os atuais exames de triagem *in loco*, ao extrair informações relevantes dos espectros vibracionais Raman e expressá-los na forma de resultados quantitativos.

Resultados e Discussão

Na **Figura 1**, estão os espectros vibracionais Raman, após remoção de *spikes*, para soluções de cachaça pura e de cachaça adulterada por medicamento Bromazepam, em diferentes concentrações (0–3,19 mg·L⁻¹). Ambos possuem bandas atribuídas a matrizes alcoólicas e perfil espectral semelhante, com exceção da perturbação na faixa de 1200–1600 cm⁻¹, dos espectros de cachaça adulterados.

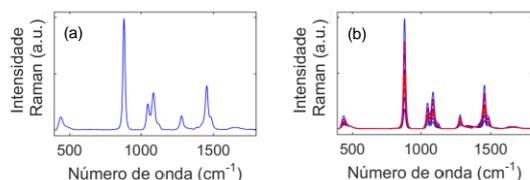


Figura 1. Espectros vibracionais Raman médios para amostras de soluções de (a) cachaça pura (n=1) e (b) adulteradas Bromazepam (n=10). Em azul conjunto calibração (n=9) e em vermelho de teste (n=3).

Os resultados obtidos para CARS-PLS 1 (dados espectrais tratados por AirPLS e SNV) e CARS-PLS 2 (dados espectrais tratados por AirPLS e SNV, e autoescalados após seleção CARS) estão sintetizados na **Tabela 1**.

Tabela 1. Características de desempenho dos modelos PLS e CARS-PLS.

	PLS	CARS-PLS 1	CARS-PLS 2
Nº de variáveis	1899	160	160
Variáveis latentes	2	2	2
RMSEC (mg·L ⁻¹)	0,912	0,429	0,264
RMSEP (mg·L ⁻¹)	0,571	0,740	0,609
R ² C	0,605	0,912	0,967
R ² P	0,982	0,772	0,777
LD (mg·L ⁻¹)	0,123	0,546	0,418
LQ (mg·L ⁻¹)	0,410	1,818	1,392

* RMSEC – Root mean square error of calibration; RMSECV – Root mean square error of Cross-Validation; RMSEP – Root mean square error of prediction; R²c/cv/p - coeficiente de linearidade para calibração/validação cruzada/previsão; LD/LQ – Limites de detecção e quantificação.

O modelo CARS-PLS 2 apresentou características de desempenho mais coerentes, sendo possível detectar e quantificar Bromazepam em cachaça em concentrações limites de 0,418 e 1,392 mg·L⁻¹, respectivamente.

Conclusões

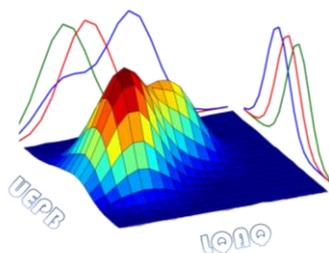
A instrumentação portátil de espectroscopia Raman associada a métodos ao CARS-PLS demonstra potencial a complementar os exames de triagem *in loco*, para detecção e quantificação de Bromazepam em cachaça.

Agradecimentos

FAPES (EDITAL CNPq/FAPES Nº23/2018-PRONEM (596/2018) e EDITAL Nº 11/2018 (480/2108)-PIBICES 2018), CAPES e LabPetro-UFES.

¹ Aloise, P. D.; Chen, H. *Sci. Justice*. 2012, 52, 2–8.

² Ali, E.; Edwards H.G.M. *Drug Test Anal* 2016, 9, 256–259.



Modelo semiquantitativo na avaliação de carbendazim em sucos de uvas

Leonardo Valderrama^{1*} (PG), Patrícia Valderrama² (PQ), Eduardo Carasek¹ (PQ).

leovalderrama6@gmail.com

¹Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), P.O. Box 476, 88040-000, Florianópolis – Santa Catarina – Brazil.

²Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), 87301-899, Campo Mourão – Paraná – Brazil.

Palavras Chave: PLS-DA, espectroscopia, UV.

Introdução

O aumento do consumo de produtos que não contenha resíduos agroquímicos, (orgânicos), vem aumentando,¹ e dentre os produtos orgânicos a uva é um destaque.

O carbendazim (CBZ) está dentre os diversos agrotóxicos que são utilizados na uva, e estudos indicam que sua presença, mesmo em nível traço, causa sérios problemas ao sistema endócrino.²

Considerando a necessidade de monitoramento da qualidade de sucos de uva orgânicos quanto à presença do carbendazim, este trabalho propõe o desenvolvimento de um método semiquantitativo para avaliar carbendazim em sucos de uva, por meio da combinação da espectroscopia na região do ultravioleta (UV) com análise discriminante por mínimos quadrados parciais (PLS-DA).

Resultados e Discussão

Foram utilizadas amostras de sucos de uva orgânico de dois produtores diferentes da região da serra gaúcha - Brasil. As amostras foram submetidas a uma adição (*spike*) de carbendazim, com o intuito de cobrir a faixa de 0,1 a 1,3 mg L⁻¹. Amostras de um terceiro produtor, constituída apenas de uvas do tipo bordô foram utilizadas em um teste de robustez, apresentou sensibilidade e especificidade iguais a um. Os *outliers* foram avaliados com base no *leverage* e no resíduo espectral. O número de variáveis latentes foi determinado de acordo com o gráfico ROC (*receiver operating characteristics*). As variáveis importantes na discriminação das amostras foram investigadas pelo VIP scores.

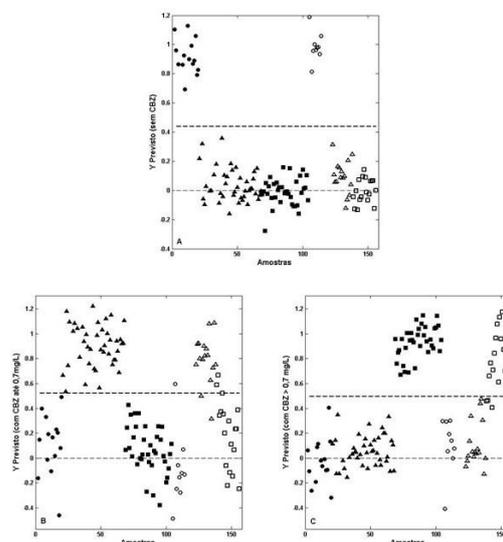


Figura 1. Resultados do modelo PLS-DA. (A) amostras orgânicas; (●) calibração; (○) validação. (B) Carbendazim com concentração até 0,7 mg L⁻¹; (▲) calibração; (△) Validação. (C) Carbendazim com concentração superior a 0,7 mg L⁻¹; (■) Calibração; (□) Validação.

Conclusões

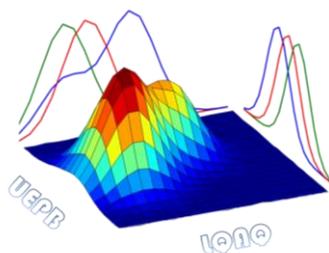
O modelo UV/PLS-DA apresentou resultados promissores para proposição de modelos semiquantitativos na avaliação de carbendazim em suco de uva.

Agradecimentos

CAPES, Fundação Araucária, CNPq.

¹Oliveira, V. M. T.; Baqueta, M. R.; Março, P. H.; Valderrama, P. *Anal. Methods*. 2020, 12, 701.

²Wang, Z.; Wang, Y.; Gong, F.; Zhang, J.; Hong, Q.; Li, S. *Chemosphere* 2010, 81, 639.



Monitoramento da produção de biodiesel utilizando FTIR-ATR e MCR-ALS com restrição de correlação

Werônica de Lima Furtado¹(PR)*, Camila Nunes Costa Corgozinho²(PQ), Romá Tauler³(PQ), Marcelo Martins Sena²(PQ)

¹ Instituto de Física e Química (IFQ), Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, MG, Brasil.

² Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas (ICEx), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil.

³ Instituto de Diagnóstico Ambiental e Estudos da Água (IDAEA), CSIC, Barcelona, Espanha.

* werlimafurtado@gmail.com

Palavras Chave: MCR-ALS, restrição de correlação, biodiesel

Introdução

O biodiesel é uma mistura de ésteres produzido através da reação de transesterificação. O monitoramento da produção de biodiesel ainda é realizado por técnicas caras e morosas, como CG, HPLC e RMN H. Esse trabalho tem como objetivo desenvolver uma metodologia para acompanhamento da reação de produção do biodiesel de forma mais rápida, mais barata e com menos resíduos. Cinco modelos de calibração utilizando dados FTIR-ATR e MCR-ALS com restrição de correlação foram construídos. Valores de concentração para os componentes da reação (triglicerídeos, ésteres metílicos, ácidos graxos, monoglicerídeos e diglicerídeos) obtidos por HPLC foram utilizados como referência¹.

Resultados e Discussão

Os modelos construídos apresentaram valores satisfatórios de %LOF, RMSEC e RMSEP. Na Tabela 1 são apresentados os resultados obtidos para o modelo da reação 010-7.

Tabela 1. Parâmetros estimados para o modelo MCR-ALS da reação 010-7

Componente	RMSEC (%)	RMSEP (%)
AG + MG	0,8	0,68
EM	4,1	4,9
DG	2,1	2,2
TG	3,4	3,6
% Variância explicada		99,9125
%LOF		2,9577

Os espectros estimados para o óleo de soja e para o biodiesel apresentaram alta correlação com os espectros de referência, como pode ser visto na Figura 1.

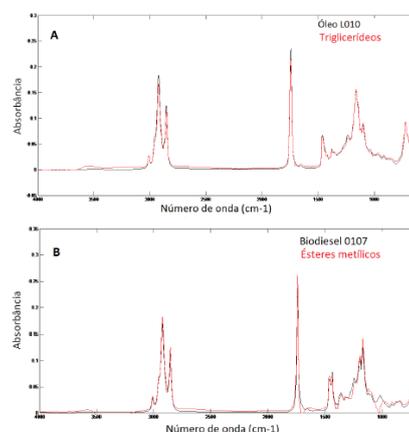


Figura 1. Espectros FTIR-ATR estimados (vermelho) e de referência (preto) para os componentes da reação 010-7: (A) triglicerídeos e (B) ésteres metílicos.

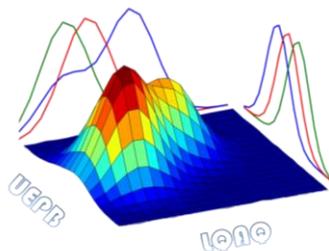
Conclusões

Os modelos construídos apresentaram boa capacidade de previsão, podendo ser utilizados para o monitoramento de futuras reações de transesterificação.

Agradecimentos

Agradecemos ao CNPQ e ao Laboratório de Ensaios de Combustíveis (LEC/UFMG).

¹Furtado, W. L.; Corgozinho, C.N.C; Tauler, R. e Sena, M. M. *Fuel*. 2021, 283. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.119275>



Monitoramento em tempo real da produção de biodiesel utilizando um espectrômetro NIR ultracompacto e Calibração Multivariada.

Flávio M. Andrade¹ (PG)*, Neirivaldo C. Silva² (PQ), Rafaela F. Sales³ (PG), Maria Fernanda Pimentel Avelar³ (PQ). *flvandrade@gmail.com

1 Departamento de Química Fundamental, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE, Brasil. 2 Faculdade de Química, Universidade Federal do Pará, Belém, PA, Brasil. 3 Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE, Brasil.

Palavras Chave: Biodiesel, Espectroscopia NIR, Monitoramento *online*.

Introdução

Modelos de calibração multivariada podem ser utilizados para monitorar o teor de éster da reação de produção de Biodiesel. Este trabalho tem como objetivo utilizar a espectroscopia NIR associada a calibração multivariada para construção de um modelo PLS para determinar o teor de éster, a partir da aquisição espectral por transmitância com um espectrômetro ultracompacto *MicroNIR-1700* (VIAVI). Espectros NIR foram obtidos de reações em batelada com óleo de algodão, etanol e NaOH como catalisador, em um reator modelo *Optimax-1001* (Mettler-Toledo). Medidas de referência do teor de éster foram obtidas por cromatografia gasosa. Espectros NIR também foram adquiridos para misturas sintéticas de óleo, éster, glicerol e etanol, na faixa de 31-60 (%m/m) de éster, para incluir maior variabilidade ao modelo e simplificar a etapa de calibração. A utilização de um NIR ultracompacto para o monitoramento *on-line* desta reação de transesterificação em batelada é uma aplicação inédita.

Resultados e Discussão

O modelo com melhor desempenho foi obtido com uso da 1ª derivada com filtro de Savitzky-Golay como pré-processamento e seleção de variáveis por *i*PLS (Figura 1). O modelo apresentou RMSEP igual a 1,51%, demonstrando resultados satisfatórios quando comparado com a literatura que utiliza equipamentos de bancada com maior resolução¹. A partir da avaliação dos vetores de regressão (Figura 2), observou-se que os intervalos selecionados pelo algoritmo *i*PLS para construção do modelo demonstraram coerência com as bandas referentes ao éster estudado. É possível observar regiões

referentes ao 4° e 3° sobretom da ligação C=O do éster, respectivamente nas regiões em torno de 1200 e 1450 nm. Além disso, observa-se o 1° sobretom das combinações e o 2° sobretom do estiramento C-H nas regiões entre 1350-1400 e 1200 nm respectivamente, mostrando que a seleção de variáveis identificou informação química relevante.

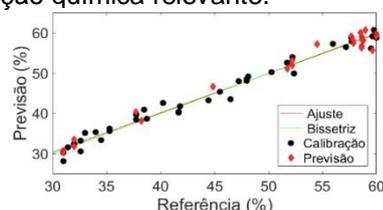


Figura 1. Modelo PLS para determinação do teor de éster na faixa de 31-60 (%m).

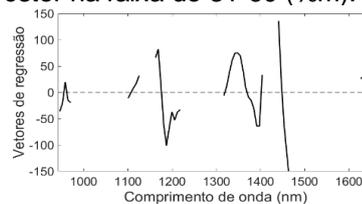


Figura 2. Vetores de regressão do modelo.

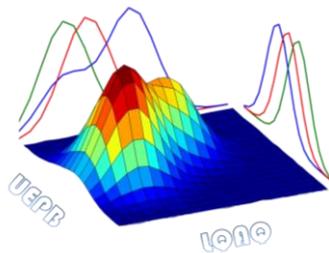
Conclusões

Os teores de éster obtidos pelo modelo PLS, com base nos espectros NIR adquiridos em um espectrômetro ultracompacto de baixa resolução, empregando misturas sintéticas para calibração, foram satisfatórias e comparáveis a um equipamento de bancada de alta resolução.

Agradecimentos

NUQAPE, INCTAA, FACEPE, CNPQ e CAPES.

¹ Pinzi, S.; Alonso, F.; Olmo J. G.; Dorado, M. P. Near infrared reflectance spectroscopy and multivariate analysis to monitor reaction products during biodiesel production. *Fuel*, v. 92, p. 354-359, 2012.



Otimização de pré-tratamentos para modelos PLS utilizando espectroscopia NIR

Wilson Cardoso¹ (PG)*, Jussara V. Roque¹ (PG), Reinaldo F. Teófilo¹ (PQ)

¹Multivariate Chemical Data Analysis Laboratory (MCDALab), Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG

* wilson.cardoso@ufv.br

Palavras chave: Espectroscopia, Modelos Multivariados, Quimiometria.

INTRODUÇÃO

Na etapa de modelagem, os pré-tratamentos normalmente são escolhidos através de tentativa e erro, observação do espectro ou com base em experiências prévias. A busca pelo pré-tratamento ideal para um conjunto de dados é uma tarefa trabalhosa, uma vez que existem milhares de combinações possíveis e é difícil de determinar um pré-tratamento ótimo apenas visualizando os dados, o que exige muita experiência. Além disso, cada conjunto de dados possui suas particularidades, o que pode exigir diferentes pré-tratamentos. O objetivo deste trabalho é estudar a influência da aplicação individual e combinada de pré-tratamentos sobre conjunto de dados de espectroscopia na região do infravermelho próximo (NIR) para verificar se uma automatização deste procedimento é viável na construção de modelos preditivos¹⁻².

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste estudo foram avaliados 27 conjuntos de dados NIR disponíveis online. Além dos dados brutos, foram testados o alisamento (*S*), primeira derivada (*FD*), segunda derivada (*SD*), correção de espalhamento multiplicativo (*MSC*), normalizar (*N*), escalar pela variação padrão normal (*SNV*), correção de linha de base (*B*), e centragem na média (*MC*). Combinações de dois e três pré-tratamentos também foram avaliadas. No total, foram avaliados 1145 pré-tratamentos. Um algoritmo para testagem dos pré-tratamentos foi criado.

A performance dos modelos foi avaliada utilizando a validação cruzada randômica 10-fold. Foram estudadas de 1 a 10 variáveis latentes. A escolha do melhor pré-tratamento foi feita em relação ao menor valor da raiz quadrática do erro quadrático médio de validação cruzada (*RMSECV*). Como a dimensão dos valores de *RMSECV* variam para cada conjunto,

foi aplicado a norma infinita, em que o maior valor foi o *RMSECV* do conjunto sem pré-tratamento.

Na Figura 1 podemos observar que os pré-tratamentos são capazes de melhorar os modelos em relação aos dados brutos (valores iguais 1). Para a maioria dos conjuntos avaliados, os menores valores de *RMSECV* foram alcançados ao utilizar uma combinação de três pré-tratamentos. Pode-se observar também que, em muitos casos, a utilização de dois pré-tratamentos retornou valores de *RMSECV* próximos aos utilizando três pré-tratamentos. Sendo que a utilização de dois ou três pré-tratamentos apresentaram valores menores do que quando utilizado apenas um pré-tratamento.

CONCLUSÃO

A escolha de pré-tratamentos é fundamental na criação de um modelo. A utilização de dois ou três pré-tratamentos combinados retornam menores valores de *RMSECV* quando comparados a utilização de apenas um pré-tratamento. Logo a automatização do procedimento de avaliação de pré-tratamentos é interessante para otimizar cada modelo individualmente, testando assim vários pré-tratamentos e suas combinações.

AGRADECIMENTOS

Agradecemos a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) e a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG).

¹Butler, H. J.; Smith, B. R.; Fritsch, R.; Radhakrishnan, P.; Palmer, D. S.; Baker, M. J. *Analyst* **2018**, *143* (24), 6121–6134.

²Lee, L. C.; Liang, C. Y.; Jemain, A. A. *Chemom. Intell. Lab. Syst.* **2017**, *163*, 64–75.

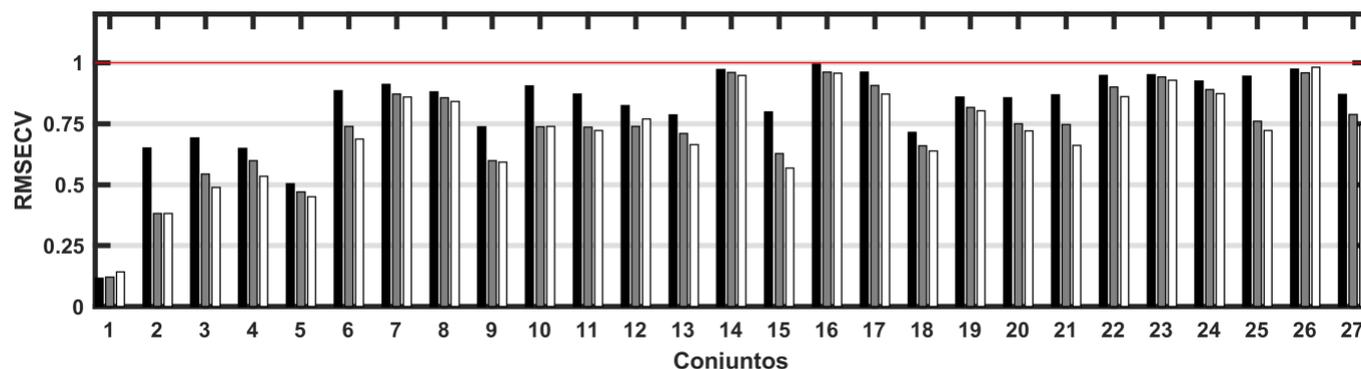
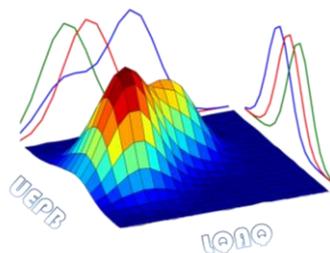


Figura 1. Menores valores de *RMSECV* para cada conjunto de dados ao utilizar um (preto), dois (cinza) ou três (branco) pré-tratamento. *RMSECV* igual a 1 (linha vermelha) representa o *RMSECV* utilizando os espectros brutos, ou seja, sem pré-tratamento.



Potential of NIR spectroscopy with chemometric models to exact prediction of roasting degree in intact and ground specialty coffees based on Agtron

Fabiana de Carvalho Pires¹ (PG), Rosemary Gualberto Fonseca Alvarenga Pereira¹ (PQ), Michel Rocha Baqueta² (PG), Patrícia Valderrama³ (PQ), Roney Alves da Rocha^{1,*} (PQ)

* roney.rocha@ufla.br

¹ Universidade Federal de Lavras (UFLA), Lavras, Brazil.

² Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, Brazil.

³ Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) Campo Mourão, Brazil.

Keywords: Industrial application, Real-time control, Specialty coffee roast

Introduction

The Agtron Roast Colour Classification System is used typically to determine the roast degree of specialty coffee in increments ranging from "very light" (tile #95) to "very dark" (tile #25)¹. Despite the reliability, this methodology faces barriers due to its subjectivity (visual inspection) and high cost (Agtron equipment)². Therefore, the purpose of this study was to combine near-infrared (NIR) spectroscopy with multivariate calibration based on partial least squares (PLS) regression³ to exact prediction of roasting degree in intact and ground specialty coffees according to the Agtron scale.

Results and Discussion

Table 1. Performance of the PLS models.

Parameters of merit		Intact coffee ^a	Ground coffee ^b
Accuracy	RMSEC	4.5631	3.7420
	RMSEP	4.4836	3.6666
	R ² c	0.9484	0.9807
	R ² v	0.9503	0.9775
	RPDcal	3.7961	6.4843
	RPDval	4.3946	6.6502
	Sensitivity ⁻¹	0.6012 ^c	0.4148 ^c
	LOD	1.9839 ^c	1.3690 ^c
	LOQ	6.0119 ^c	4.1483 ^c

^a 9 latent variables; ^b 10 latent variables; ^c #Agtron scale.

Some statements can be made of the analytical performance of the models. The root mean square error of calibration (RMSEC) and prediction (RMSEP) are lower and close. The correlation coefficients values (R²) for calibration and validation samples are close to one; The residual prediction derivation values (RPDs) were higher than 2.4 which classifies the models in high predictive ability. The inverse of analytical sensitivity⁻¹ was around #0.6 for intact, and #0.4 for ground, which corresponds to the minimum value

distinguishable by the models considering Agtron scale.

Both limits of detection and quantification (LOD and LOQ, respectively) obtained are appropriate for determining the degree of roasting in coffee samples. The plots of predicted against reference values presented appropriated correlation (figure not displayed). No systematic trend in the distribution of the residuals was observed (figure not displayed). The prediction models proposed show-promising perspectives for their application in routine, aiming to improve the monitoring of the degree of roasting in intact and ground specialty coffees. This is interesting because the prediction of properties in intact and ground samples is limited in the scientific literature, as well as a full validation of models with various parameters of merit.

Conclusions

The models developed showed robustness since they were built with samples covering the whole range of roasting degree recommended by the Agtron System. The parameters of merit proved that the proposed method is efficient to predict the degree of roasting in both intact and ground specialty coffees, demonstrating its suitability for the purpose. The final models can be extremely functional in the routine of coffee industries.

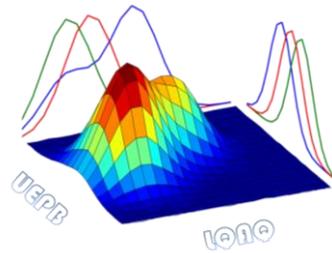
Acknowledgment

CNPq, CAPES and FAPEMIG for their financial support.

¹AGTRON. Specialty Coffee Association. **Roast color classification system**. Long Beach: SCAA, 2010. 9.

²Santos, J.R. et al. *Food Chem.* **2016**, 208, 103-110.

³Ribeiro, J.S.; Ferreira, M.M.C.; Salva, T.J.G.. *Talanta.* **2011**, 83, 1352-1358.



Predição antecipada da curva de maturação de cana-de-açúcar utilizando espectroscopia NIR

Wilson Cardoso¹ (PG)*, Jussara V. Roque¹ (PG), Márcio H. P. Barbosa² (PQ), Reinaldo F. Teófilo¹ (PQ)

¹Multivariate Chemical Data Analysis Laboratory (MCDALab), Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG

²Departamento de Fitotecnia, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG

* wilson.cardoso@ufv.br

Palavras chave: Espectroscopia, Modelos Multivariados, Melhoramento Genético.

INTRODUÇÃO

O teor de açúcares acumulados na cana-de-açúcar varia de acordo com o genótipo, condições climáticas, solo, entre outras. Melhoristas estudam o acúmulo de açúcares para cada genótipo durante o período de safra para determinarem em qual época do ano tais genótipos deveriam ser colhidos visando otimizar a produtividade de açúcar. Para tanto, um dos processos para tal estudo é denominado de curva de maturação onde são realizadas amostragens de colmos durante os meses de abril a novembro¹⁻².

O objetivo desse trabalho foi utilizar a espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) e regressão por quadrados mínimos parciais (PLS) para prever antecipadamente os valores de açúcares totais recuperáveis (ATR) nos meses de abril a novembro utilizando os espectros NIR apenas das amostras de abril.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

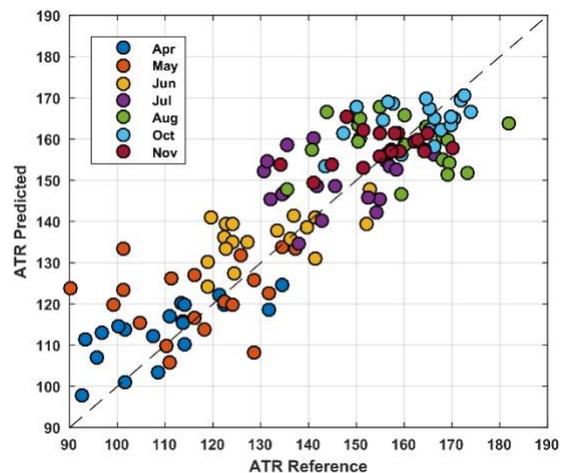
Espectros NIR do caldo de 66 amostras de cana-de-açúcar foram obtidos utilizando um instrumento FT-NIR Antaris II (Thermo Scientific), com faixa de comprimento onda de 1000 a 2500 nm e resolução de 0.48 nm. Os espectros foram obtidos em modo de reflectância difusa e armazenados como absorbância, $\log(1/R)$, onde R é a reflectância. Análises de ATR foram feitas todos os meses, exceto setembro.

Um modelo PLS2 foi construído, onde as variáveis independentes foram os espectros NIR das amostras de abril e as variáveis dependentes foram os valores de ATR de abril a novembro para cada amostra coletada. O algoritmo de Kennard-Stone foi utilizado para separar as amostras em um conjunto de calibração (70%) e validação externa (30%). A performance do modelo foi avaliada utilizando a validação cruzada randômica 10-fold. Foram estudadas de 1 a 10 variáveis latentes. A escolha do melhor pré-tratamento foi feita em relação ao menor valor da raiz quadrada do erro quadrático médio de validação cruzada (RMSECV).

Na Figura 1 podemos observar os valores de ATR preditos antecipadamente para os meses de abril a novembro utilizando o modelo construído apenas com os espectros NIR do mês de abril. O modelo apresentou raiz quadrada do erro quadrático médio de validação externa (RMSEP) de 9,05; 14,77; 10,55; 12,10; 13,57; 8,15 e 8,30 para os meses de abril, maio, junho, julho, agosto, outubro e novembro, respectivamente. Considerando todos os valores, os RMSEP foi de 11,20,

apresentando coeficiente de correlação de validação externa (R_p) de 0,88.

A Figura 2 podemos ver as curvas de maturação preditas e de referência para as amostras do conjunto de validação externa. Os coeficientes de correlação das curvas



preditas e de referência foram altos, acima de 0,90 para a maioria das amostras.

Figura 1. Valores ATR da curva de maturação (abril até novembro) preditos versus os valores de referência para o conjunto de validação externa.

CONCLUSÃO

A espectroscopia NIR foi capaz de prever antecipadamente os valores de ATR para os meses de abril a novembro utilizando apenas os espectros do mês de abril, podendo ser uma ferramenta útil reduzindo o tempo, número de experimentos, e gastos envolvidos no melhoramento genético da cana-de-açúcar.

AGRADECIMENTOS

Agradecemos a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) e a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG).

¹Singels, A., Donaldson, R. A. & Smit, M. A. F. *Crop. Res.* 92, 291–303 (2005).

²Guilleman, E., Le Gal, P.-Y., Meyer, E. & Schmidt, E. *Proc. Annu. Congr. South African Sugar Technol. Assoc.* 77, 566–579 (2003).

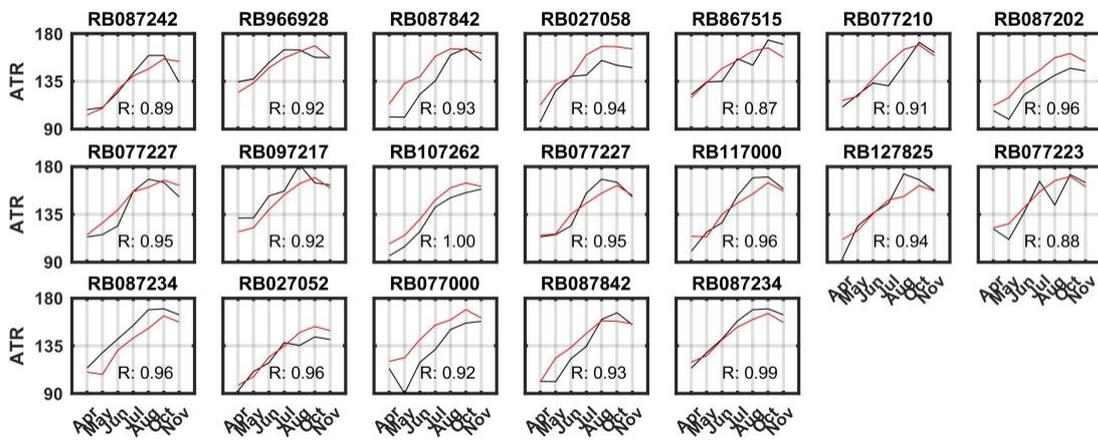
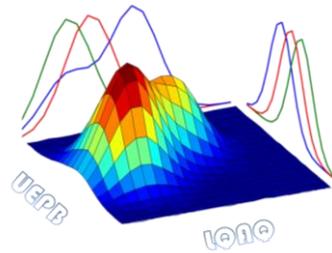
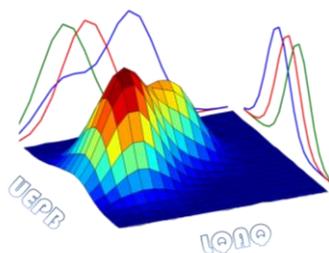


Figura 2. Curvas de maturação previstas pelo modelo utilizando o NIR (vermelha) e a curva de maturação de referência (preto) para as amostras do conjunto de validação externa. Os valores R representam as correlações entre as duas curvas.



Predição de resíduos de Ivermectina em leite empregando Random Forest

Valdirene R. Santana^{1,2} (PR), Lucas A. C. Minho³ (PG), Thielly N. Silva² (IC), Alexandre G. M. de Freitas² (PQ), Sérgio A. de A. Fernandes^{2,*} (PQ)

¹ Instituto Federal do Norte de Minas Gerais, Rodovia MG 404, km 02, s/n, 39560-000, Salinas-MG.

² Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Departamento de Tecnologia Rural e Animal, Rodovia BR 415, km 03, s/n, 45700-000, Itapetinga-BA.

³ Universidade Federal de Minas Gerais, Departamento de Química, Av. Presidente Antônio Carlos, 6627, Pampulha, 31270-901, Belo Horizonte-MG.

*E-mail: sfernandes@uesb.edu.br

Palavras Chave: Ivermectina, FTIR, Random Forest.

Introdução

Ivermectina é uma lactona macrocíclica com atividade contra muitos parasitas e bactérias.¹ Por ser lipofílica, a ivermectina se liga a gordura do leite, sendo relatado resíduos deste medicamento no leite.² Neste estudo foi gerado um modelo de regressão para determinação de resíduos de ivermectina em leite aplicando Random Forest aos dados espectrais de FTIR.

Resultados e Discussão

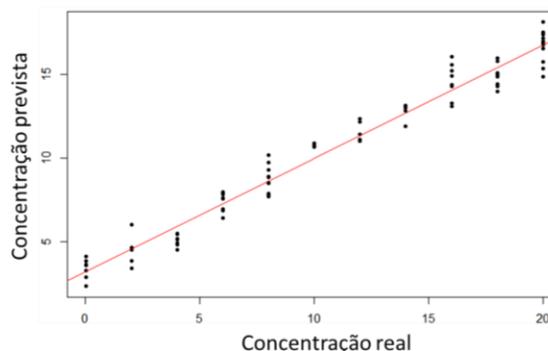
30 amostras de leite cru de vaca foram subdivididas em 11 alíquotas cada, das quais 10 foram fraudadas pela adição do padrão de ivermectina para obter as concentrações de 2 a 20 $\mu\text{g L}^{-1}$. Uma alíquota de cada amostra não recebeu adição de padrão. As amostras de leite puras e fraudadas foram analisadas na região do infravermelho médio (1000-3000 cm^{-1}). Os dados espectrais foram padronizados e analisados com Random Forest.

Foram testados 800 modelos, variando os parâmetros: número de árvores (*ntree*, 20 a 2000 de 10 em 10), número de variáveis selecionadas aleatoriamente para cada árvore (*mtry*, 1 a 16 de 1 em 1), o tamanho das árvores (*node size*, 1 a 10 de 1 em 1) e o tamanho do conjunto de treinamento (55%, 66%, 70%, 75% e 80%).

O melhor modelo foi obtido com 800 árvores, *mtry* = 5, *node size* = 1 e conjunto de treinamento de 75%. Para este modelo foram obtidos $R = 0,9848$; $R^2 = 0,9699$; *mean of squared residuals* = 1,0401; *out-of-bag mean squared error* = 1,015. Esses parâmetros

indicam que o modelo é linear, há alta correlação entre os valores reais e preditos pelo modelo (Figura 1), e o modelo apresenta boa capacidade de predição da concentração de ivermectina (0-20 $\mu\text{g L}^{-1}$) em leite.

Figura 1. Gráfico da concentração predita x concentração real de ivermectina em leite.



Conclusões

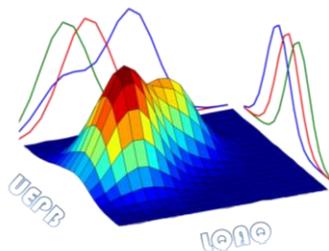
Este estudo mostra que a combinação de FTIR com Random Forest é um método eficiente para a análise de resíduos de ivermectina no leite, com as vantagens de análises rápidas, simples e não destrutivas, e surge como alternativa para tornar o controle de resíduos de medicamentos veterinários em leite mais eficaz.

Agradecimentos

Capes e Fapesb.

¹ Ashraf, S.; et al. *Antimicrob. Resist. Infect. Control* **2018**, *7*, 27.

² Porto Filho, J. M.; et al. *Rev. Bras. Saúde Prod. Anim.* **2019**, *20*, 1.



Quantificação de ivermectina em medicamentos veterinários por espectrofluorimetria associada a quimiometria

Vitor Dantas Alves¹ (PG)*, Mariana Gaião Calixto² (PG), José Germano Vêras Neto³ (PQ), Hilthon Alves Ramos⁴ (IC), Naara Felipe da Fonseca⁵ (IC).

¹ vitor.dantas8@gmail.com*

² marianagaiaoc@gmail.com

³ germano@uepb.edu.br

⁴ hilthonalves.uepb@gmail.com

⁵ naaraffelipe@gmail.com

Palavras Chave: Ivermectina oral, espectrofluorimetria, validação analítica, quimiometria.

Introdução

A ivermectina é um anti-helmintico, do grupo das avermectinas, utilizado mundialmente em animais. Diferentemente dos medicamentos para uso humano, os medicamentos veterinários não dispõem de normas específicas para o controle de qualidade. A falta deste controle pode comprometer a saúde e o tratamento veterinário. Segundo órgãos regulamentadores, como a Farmacopéia Brasileira e a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), recomendam métodos cromatográficos para quantificação de fármacos para uso humano¹. Entretanto, essas metodologias são destrutivas, de custo elevado e exigem experiência no manuseio do equipamento. Tendo em vista que a espectrofluorimetria não degrada as amostras e proporciona análises rápidas, comparada com a cromatografia. O objetivo deste trabalho foi a construção de um modelo de quantificação de IVM em medicamentos veterinários sob a forma de comprimidos mastigáveis, utilizando espectrofluorimetria como técnica analítica em conjunto a quimiometria².

Resultados e Discussão

Utilizando calibração multivariada de primeira ordem como Regressão por Mínimos Quadrados Parciais (PLS) e Regressão pelo método de Componentes Principais (PCR). Além de pré-tratamentos: Variação Normal Padrão (SNV) e 1ª derivação por Savitzky-

Golay (SG) com 5 janelas e polinômio de 2º grau, para redução de ruídos instrumentais e interferentes. A partir do tratamento das respostas espectrais provindos da matriz referente faixas de emissão (310 a 450 nm), excitação (200 a 300 nm) e intensidades de sinal analítico do fármaco submetido a fluorescência. Obteve-se dados para criação de modelos quimiométricos com 15 amostras para calibração e 6 para predição, comparando os pré-tratamentos aplicados. A partir disso, o modelo PCR criado foi apontado como coerente diante as considerações feitas nos valores de RMSEC (0,492815), RMSECV (1,225903) e RMSEP (1,3), comparado ao modelo de Marson (2015)³.

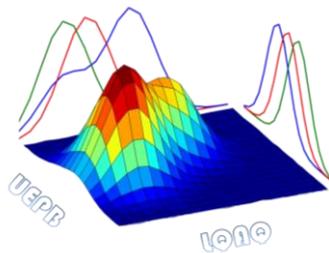
Conclusões

A calibração e predição do método mostraram-se eficazes diante as amostras reais. De forma que o método pode ser utilizado para quantificação de amostras veterinárias mastigáveis de ivermectina.

¹Farmacopéia Brasileira. 5ª ed. Brasília: Agência Nacional de Vigilância Sanitária, 2010. 546 p

²Arantes, J. F. M. **Desenvolvimento e validação de métodos para quantificação de ivermectina em medicamentos veterinários**. Dissertação (Mestrado em Química) - Instituto de Química. Universidade Estadual de Campinas. Campinas. São Paulo. 2011.

³Marson, B. M. **Desenvolvimento e validação de métodos para quantificação de fármacos antimaláricos utilizando IVM-PLS e CLAE-EM/EM**. 2015. 129f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) - Universidade Federal do Paraná, 2015.



Seleção dos preditores ordenados (OPS): um tutorial

Jussara V. Roque¹ (PG)* (jussara.roque@ufv.br), Wilson Cardoso¹ (PG), Reinaldo F. Teófilo¹ (PQ)

¹Multivariate Chemical Data Analysis Laboratory (MCDALab), Departamento de Química, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG.

Palavras-Chave: tutorial, calibração multivariada, quimiometria.

Introdução

A seleção dos preditores ordenados (OPS) é um método de seleção de variáveis desenvolvido originalmente por Teófilo et al¹. Recentemente, Roque et al² desenvolveram atualizações e novas versões desse método para ser utilizado nos mais diversos tipos de conjuntos de dados. No entanto, as atualizações possuem muitas opções para seleção de variáveis, o que exige atenção do usuário para executar uma seleção adequada. Assim, o objetivo deste trabalho é apresentar um breve tutorial de como utilizar o pacote *NewOPS_2019* que está disponível para *download* na página www.deq.ufv.br/chemometrics.

Resultados e Discussão

O OPS foi desenvolvido no MATLAB 2019a (Math Works, Natick, USA) e funciona selecionando variáveis em modelos de regressão por quadrados mínimos parciais (PLS). A principal função a ser executada é: *OPS = newOPS(X,y,hmod,hops,type,vector,options)*.

Ela pode ser executada basicamente de duas maneiras: **1)** inserindo na entrada da função somente as entradas obrigatórias, *i.e.*, a matriz **X** (variáveis independentes) e o vetor **y** com os valores da propriedade de interesse (variável dependente). O restante das entradas é predefinido como *default*; **2)** inserindo as entradas não obrigatórias da função e, neste caso, é necessário ler os textos de ajuda da função. Este tutorial explica como definir/calcular as entradas não obrigatórias.

hmod: Número de variáveis latentes do PLS. Este parâmetro pode ser definido pelo usuário previamente ou calculado separadamente com a própria função disponível no pacote (*nlvOPS*).

hops: Número de variáveis latentes do OPS. Este parâmetro deve ser calculado pelo usuário previamente usando a função *nlvOPS*.

type: O novo método OPS possui 3 estratégias de seleção de variáveis: *autoOPS*, *feedOPS* e *iOPS*. A opção '*autoOPS*' é a *default*. Para que todas as opções sejam executadas, elas podem ser declaradas em uma estrutura do tipo *cell*: *type = {'autoOPS' 'feedOPS' 'iOPS'}*

vector: O OPS é baseado na obtenção de um vetor informativo que contém informação sobre as melhores variáveis para previsão. Existe a opção de escolher um único vetor (por exemplo '*reg*'), todos os vetores de uma

vez ('*main*'), combinações entre esses vetores ('*inter*') e todos os vetores e suas combinações ('*all*'). A opção *default* é a '*main*'. Nesta entrada, qualquer outra opção deve ser declarada como um *string*: *vector = 'reg'*, *vector = 'inter'*, *vector = 'all'*.

options: Nessa entrada existem vários parâmetros que podem ser definidos utilizando a função *createoptions*. As configurações *default* são:

options.window = 10; (Número inicial de variáveis a serem testadas).

options.increment = 5; (Incremento de variáveis a serem adicionadas para continuar a seleção).

options.percentage = 100; (porcentagem de variáveis máxima para a seleção – 10 até 100%).

options.crossvalidation = 'vblinds'; (Validação cruzada (CV). Outras opções: '*full*', '*cblocks*' e '*random*').

options.split = 10; (Número de subconjuntos da CV, exceto para '*full*', que executa a CV *leave-one-out*).

options.preprocessing = {'mean' 'mean'}; (Pré-processamento de **X** e **y**, respectivamente. Podem ser utilizadas também '*auto*' e '*none*').

options.criteria = [0.02 10]; (0.02: Diferença entre 2 RMSECVs consecutivos (2%) e 10: número máximo de loops de seleção).

options.var = 50; (Número de variáveis de cada intervalo do *iOPS*. O número mínimo de variáveis é 50).

options.iOPS_type = 'autoOPS'; (O *iOPS* funciona executando nos intervalos o *autoOPS* e/ou o *feedOPS*).

options.calhops = 'no'; (Calcula o *hops* em cada novo loop ou intervalo da seleção de variáveis).

A saída é um *struct* que contém todos os resultados das variáveis selecionadas. É recomendável que o usuário otimize as opções de entrada de acordo com o seu conjunto de dados para obter melhores resultados.

Além dessas funções já apresentadas, o pacote *NewOPS_2019* apresenta uma função '*helpOPS*' com um resumo do objetivo de cada função. A '*OPSplots*' é uma função desenvolvida apenas para obter os resultados gráficos a partir do *struct* de saída. A função '*selOPS*' gera um gráfico da matriz **X** com as variáveis selecionadas. A rotina '*how2run*' executa o OPS em um conjunto teste como um exemplo para o usuário. A Figura 1 mostra o resultado da execução desta rotina.

Agradecimentos

CAPES, FAPEMIG e CNPq.

¹ Teófilo, R. F.; Martins, J. P. A.; e Ferreira, M. M. C. *J. Chemom.* **2009**, *23*, 32-48.

² Roque, J. V. Cardoso, W., Peternelli, L. A., e Teófilo, R. F. *Anal. Chim. Acta.* **2019**, *1075*, 57-70.

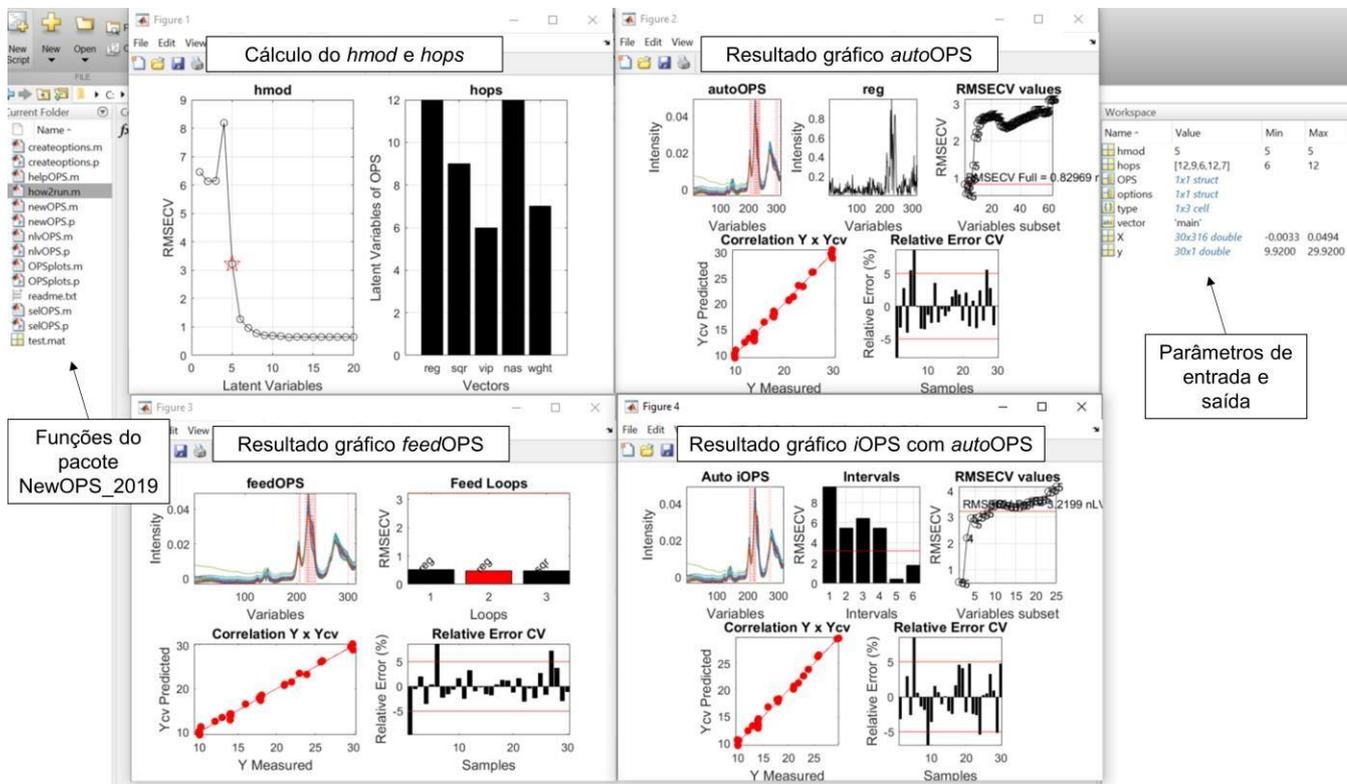
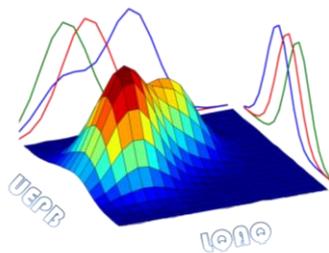
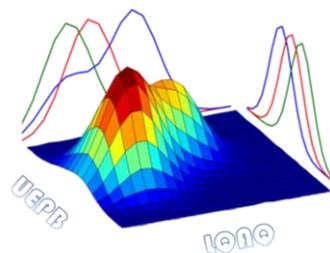


Figura 1. Resultado da execução da rotina 'how2run' com o conjunto *test.mat* disponibilizado no pacote *NewOPS_2019*.



Significância estatística de modelos PLS através de permutações.

Ciro Ângelo S. Lira¹ (IC), Francisco Lucas de O. Cavalcante¹ (IC), Jedaias M. dos Santos Junior¹ (IC), Anna Luiza B. de Brito¹ (PQ), João Paulo A. Martins² (PG), Eduardo B. de Melo³ (PQ), Samuel A. A. de Sousa^{1,*} (PQ).

¹Chemometric Analysis and Computational Chemistry Laboratory - CACheL, Universidade Federal do Piauí, Campus Ministro Petrônio Portela, Ininga, 64049-550, Teresina-PI.

²Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Minas Gerais, 31270-901 Belo Horizonte-MG.

³Laboratório de Química Medicinal e Ambiental Teórica, Universidade Estadual do Oeste do Paraná, 85819-110 Cascavel-PR.

Palavras Chave: quadrados mínimos parciais, probabilidade, permutações.

*samuelsousa@ufpi.edu.br

Introdução

Os métodos de regressão por PLS são os mais importantes em calibração, pois são capazes de extrair variáveis latentes que explicam a variância na matriz de descritores que é correlacionada com o vetor de respostas¹. Devido a esta habilidade, o PLS tende a sobreajustar os dados exigindo assim, validações das figuras de mérito² e a verificação se o modelo foi obtido por acaso (chance). Neste trabalho acessamos as significâncias estatísticas (probabilidades, p) dos parâmetros dos modelos através de permutações baseadas na hipótese nula (H_0) de que as variáveis independentes não explicam a variável dependente, contra a hipótese alternativa (H_A) de que elas de fato explicam. O objetivo é mostrar como calcular os valores de p utilizando a distribuição de H_0 .

Resultados e Discussão

A probabilidade dos parâmetros serem obtidos por acaso é calculada pela equação abaixo:

$$p = \frac{\left[\begin{array}{c} \text{Nº de modelos com melhor desempenho} \\ \text{que o modelo em questão} \end{array} \right]}{\text{Nº total de permutações}}$$

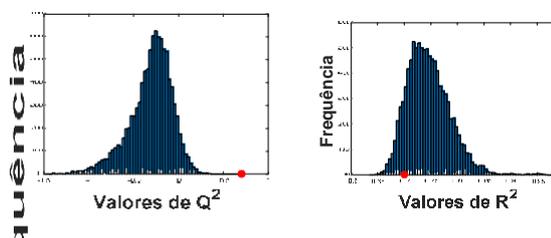
Se o valor de p for menor ou maior do que um valor predeterminado H_0 é aceita ou rejeitada. Neste segundo caso, H_A pode ser aceita, e o parâmetro em questão é significativo. Os modelos estudados foram: (1) modelo 4D-QSAR PLS de 33 derivados da 4,5-dihidroxipirimidina carboxamida com inibição da HIV-1 integrase; (2) modelo PLS de uma matriz aleatória, $X(60,2000)$ com um vetor y

simulando 30 respostas altas e 30 baixas. Como é visto na Tabela 1, o modelo QSAR é significativo a um NC de 95%. Já o modelo simulado, apesar de obter bons parâmetros, não apresenta significância estatística com p , bem maiores que 0,05. Isto indica que o modelo simulado foi obtido por acaso ou sorte. **Tabela 1.** Parâmetros dos modelos. Valores de p são dados entre parênteses e baseados em 10000 permutações.

Modelo	R^2 *	Q^2 **	RMSECV***
4D-QSAR (VL = 1)	0,77 ($p < 0,001$)	0,70 ($p < 0,001$)	0,64 ($p < 0,001$)
Simulado (VL = 1)	0,70 ($p = 0,886$)	0,58 ($p > 0,99$)	3,71 ($p > 0,99$)

*coeficiente de determinação; ** coeficiente de predição; ***raiz quadrada do erro de validação cruzada. VL = variáveis latentes no modelo PLS.

Figura 1. Distribuições de H_0 para Q^2 (modelo QSAR) e H_0 para R^2 (modelo simulado). Ponto vermelho = parâmetro do modelo.

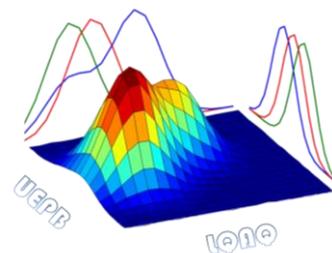


Conclusões

A distribuição de H_0 a partir de permutações permite acessar valores de p dos modelos PLS e assim evidenciar quando estes ocorrem por acaso.

¹Kuligowski, J, *et al.*, *Talanta*, **2013**, 116, 835.

²Westerhuis, J.A., *et al.*, *Metabolomics*, **2008**, 4, 81.



Uso de absorção UV/Vis e reação de fenton para a geração de dados de ordem superior.

Barreto, Matheus C. (PG)*, BRAGA, Raissa G. (IC), FRAGOSO, Wallace D. (PQ)

Universidade Federal da Paraíba, Depto. de Química, João Pessoa, PB, Brasil
 matheusbarreto31@gmail.com

Palavras Chave: PARAFAC, corantes alimentícios.

Introdução

Nesse trabalho é proposto o uso da reação de fenton¹, que reage ions Fe^{2+} com H_2O_2 gerando radicais $\cdot OH$, e espectrometria UV/Vis para gerar dados de ordem superior. Como os analitos são degradados em velocidades diferentes pelos radicais $\cdot OH$, a medição do sinal de absorção das amostras em tempos diferentes pode ser usada para gerar uma matriz de dados de segunda ordem. Caso a cinética seja compatível, as matrizes resultantes podem ser trilineares, possibilitando o uso de algoritmos como o PARAFAC no desenvolvimento de métodos cinéticos de análise.

Resultados e Discussão

Foram preparadas duas curvas de calibração, uma para tartrazina e outra para amarelo crepúsculo, além de uma série de misturas desses dois corantes alimentícios para validação. Foram adicionados na cubeta 25 μL de H_2SO_4 1M, 1 ml da solução dos analitos, 1 ml de água deionizada, 500 μL de Fe^{2+} 0,3 mM, e 500 μL de H_2O_2 4,5 mM. Espectros foram tirados de 12 em 12 segundos até um tempo total de 6 minutos. Os dados obtidos foram deconvolvidos no PARAFAC² em 4 fatores, com restrições de não-negatividade nos três modos. Um foi identificado como o sendo o do amarelo tartrazina (AT) e outro como o amarelo crepúsculo (AC). Um dos fatores também foi identificado como recorrente da reação de fenton, aparecendo mesmo sem a presença de nenhum dos corantes na cubeta. Ao realizar a calibração pseudounivariada com os escores da matriz A do PARAFAC e as concentrações dos padrões, obtivemos os resultados mostrados

na Fig. 1 (C e D). Os REPs obtidos para o AT e o AC foram 10,4% e 4,7% respectivamente.

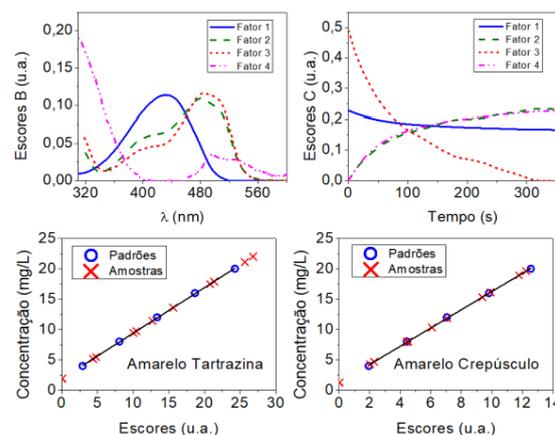


Figura 1. (A e B) Perfis recuperados através da deconvolução em 4 fatores pelo PARAFAC. (C e D) curvas de calibração para o AT e o AC.

Conclusões

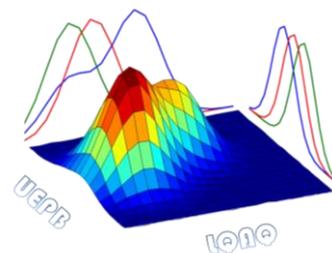
O método utilizado foi eficaz na geração de dados de ordem superior e na recuperação dos perfis espectroscópicos puros do AT e AC. Foi possível construir modelos quantitativos com os escores obtidos, com REPs de 10,4% para o AT e 4,7% para o AC.

Agradecimentos

CNPq, CAPES e Finep.

¹ Wang, Shaobin. Comparative Study of Fenton and Fenton-Like Reaction Kinetics in Decolourisation of Wastewater. *Dyes and Pigments*. **2008**, 76. 714-720.

² C. A. Andersson; R. Bro. The N-way Toolbox for MATLAB. *Chemom.Intell.Lab.Syst.* **2000**, 52 (1):1-4.



Verificação de autenticidade do mel utilizando espectroscopia NIR em equipamento portátil e máquina de vetores de suporte

Layla P. Santos^{1,2} (PG)*, Gabriely S. Folli¹ (PG), Márcia H. C. Nascimento¹ (PG), Francine D. Santos¹ (PG), Ellisson H. de Paulo¹(PG), Wanderson Romão^{1,2,3} (PQ) e Paulo R. Filgueiras¹ (PQ). layla.paixaosantos2@gmail.com

¹Núcleo de Competência em Química do Petróleo - NCQP, Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo, Av. Fernando Ferrari, 514, CEP: 29075-910, Vitória, Espírito Santo, Brasil

²Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia Forense (INCT Forense), Brasil.

³Instituto Federal do Espírito Santo (IFES), Av. Ministro Salgado Filho, Soteco, Vila Velha, 29106-010, Espírito Santo, Brasil.

Palavras Chave: Classificação multiclasse, NIR portátil, Controle de qualidade.

Introdução

O mel de abelha é um adoçante natural, rico em nutrientes e benefícios médicos¹. Devido a estas qualidades é comumente alvo de fraudes e adulterações². Neste contexto, este trabalho propõe o uso da espectroscopia *Near infrared* (NIR) em equipamento portátil combinada aos métodos de classificação supervisionados, *Partial least squares discriminant analysis* (PLS-DA) e *Support vector machines* (SVM), para classificar mel autêntico de adulterado por soluções de açúcares (néctar, glicose e melão).

Resultados e Discussão

Espectros NIR (125 variáveis) para amostras de mel autêntico e adulterado com néctar, glicose e melão apresentam perfis semelhantes. (Figura 1). Os resultados obtidos para PLS-DA e SVM estão sintetizados na Tabela 1.

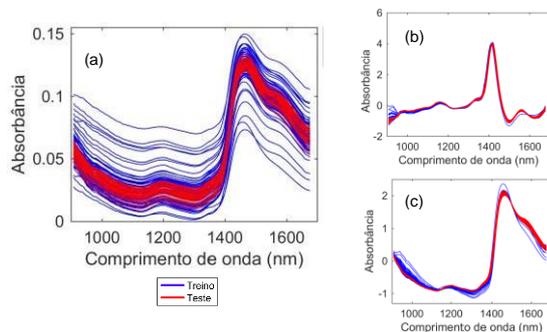


Figura 1. Espectros NIR brutos e tratados por (b) 1º Derivada e SNV e (c) SNV, para amostras de mel (n=23), misturas binárias de mel/néctar (n=27), mel/glicose (n=27) e mel/melaço (n=27). Em azul conjunto treino (n=73) e em vermelho de teste (n=31).

Tabela 1. Resultados de classificação de mel autêntico e adulterado por PLS-DA e SVM.

		PLS-DA							
		Diagnóstico	VP	VN	FP	FN	S.	E.	A.
Treino	Mel/Néctar	17	52	0	4	0,81	1,00	0,95	
	Mel/Glicose	17	48	4	4	0,81	0,92	0,89	
	Mel/Melaço	14	52	0	7	0,67	1,00	0,90	
	Mel	4	63	0	6	0,40	1,00	0,92	
Teste	Mel/Néctar	7	22	0	2	0,78	1,00	0,94	
	Mel/Glicose	8	22	0	1	0,89	1,00	0,97	
	Mel/Melaço	7	22	0	2	0,78	1,00	0,94	
	Mel	1	27	0	3	0,25	1,00	0,90	
		SVM							
		Diagnóstico	VP	VN	FP	FN	S.	E.	A.
Treino	Mel/Néctar	21	52	0	0	1,00	1,00	1,00	
	Mel/Glicose	21	52	0	0	1,00	1,00	1,00	
	Mel/Melaço	21	52	0	0	1,00	1,00	1,00	
	Mel	10	63	0	0	1,00	1,00	1,00	
Teste	Mel/Néctar	9	22	0	0	1,00	1,00	1,00	
	Mel/Glicose	9	21	1	0	1,00	0,95	0,97	
	Mel/Melaço	6	22	0	3	0,67	1,00	0,90	
	Mel	3	24	3	1	0,75	0,89	0,87	

* VP – Verdadeiro positivo; VN – Verdadeiro negativo; FP – Falso Positivo; FN – Falso Negativo; S. – Sensibilidade; E. – Especificidade; A. – Acurácia.

O PLS-DA classificou erroneamente amostras para todas as classes em estudo (treino e teste). Já o SVM apresentou este problema para apenas duas classes do conjunto teste (Mel/Melaço e Mel).

Conclusões

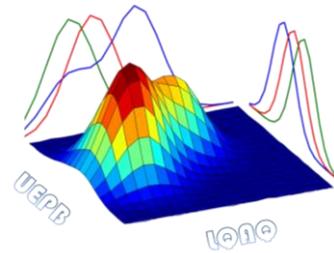
O NIR portátil associado a classificação multiclasse é eficiente para verificar autenticidade do mel. Destacando-se o modelo SVM, por apresentar melhor desempenho.

Agradecimentos

FAPES (EDITAL CNPq/FAPES Nº23/2018-PRONEM (596/2018) e EDITAL Nº 11/2018 (480/2108)-PIBICES 2018), CAPES e LabPetro-UFES.

¹ Zhu, X., Li, S., Shan, Y., Zhang, Z., Li, G., Su, D., & Liu, F. J. *Food Eng.* **2010**, 101, 92–97.

² Guelpa, A., Marini, F., du Plessis, A., Slabbert, R., & Manley, M. *Food Control.* **2017**, 73, 1388–1396.



Verificação do teor de proteína em suplementos alimentares do tipo *Whey protein in natura* com espectrofotômetro NIRFT de bolso.

Yuri G. Dias¹(PG)*, Jarbas, J. R. Rohwedder¹(PQ)

(1) Instituto de Química, Unicamp, Campinas, SP, Brasil.

* diasyuri@hotmail.com

Whey protein, NIR, PLS.

Introdução

O consumo de suplementos alimentares tem crescido de forma destacada nos últimos anos no Brasil, sendo os suplementos proteicos os mais vendidos, com destaque para as versões em pó. Em 2018 houve o marco regulatório para o setor com a publicação de norma pela ANVISA, determinando, por exemplo, que a rotulagem nutricional deve seguir o disposto na Resolução nº 360 de dezembro de 2003. Estes produtos são consumidos por meio de dietas elaboradas considerando-se o teor de proteína informado no rótulo do produto, ou seja, é de extrema importância que a tabela nutricional destes produtos corresponda aos teores presentes nas formulações proteicas. Neste cenário, desenvolveu-se um método para previsão do teor de proteínas em amostras de *whey protein* comercial utilizando-se espectroscopia na região do infravermelho próximo, uma técnica de baixo custo e não destrutiva. Para tanto empregou-se um espectrofotômetro portátil tipo FTNIR e modelos de calibração multivariada PLS, os valores de referência foram determinados pelo Método Dumas. Adicionalmente, optou-se por comparar a performance do espectrofotômetro NIR com um espectrofotômetro MIR (do inglês *Medium Infrared*) de bancada.

Resultados e Discussão

O melhor modelo PLS/NIR foi obtido aplicando-se a 1ª derivada aos espectros e exclusão das regiões 1299 nm a 1640 nm e 2502 nm a 2608 nm. Para o modelo PLS/MIR o melhor resultado foi alcançado aplicando-se a suavização Savitz-Golay de 15 pontos, grau 2 e 1ª derivada, além de seleção de variáveis pelo algoritmo OPS.

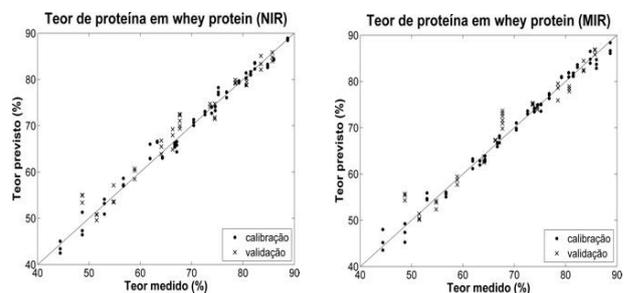


Figura 1. (A) modelo PLS/NIR, (B) modelo PLS/MIR

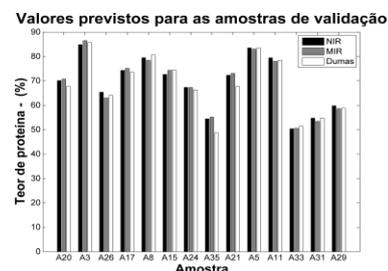


Figura 2. Resultado comparativo entre modelos de previsão e valor de referência.

Conclusões

O equipamento de portátil NEOSpectra Micro se mostrou viável para a previsão do teor de proteína em *whey protein in natura*. Apresentou RMSEV de 2,5%, comparável ao equipamento MIR de bancada, com RMSEV de 2,7%. Trata-se de um instrumento com valor de mercado 10 vezes inferior ao de bancada e ainda oferecendo a portabilidade. Em ambos os casos os erros de previsão estão abaixo do valor estabelecido pela norma brasileira (RDC 360 ANVISA).

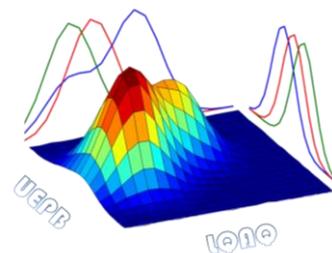
Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESP (Proc. 2014/50951-4), CNPq Proc. 465768/2014-8 e à Universidade de Brasília – UnB.



RESUMOS

**PLANEJAMENTO E OTIMIZAÇÃO DE
EXPERIMENTOS**



Análise de especiação química de Se inorgânico em cervejas após otimização multivariada de um sistema MSFIA-HG-AFS.

Rennan Geovanny O. Araujo (PQ)^{1*}, Sidnei O. Souza (PQ)^{1,2}, Dayara Virgínia L. Ávila (PG)¹, Víctor Cerdà (PQ)³. *rgoa01@terra.com.br

1 Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Departamento de Química Analítica, Salvador, Bahia, Brasil, 40170-115.

2 Universidade Federal de Sergipe, Departamento de Farmácia, Lagarto, Sergipe, Brasil, 49400-000.

3 Grupo de Química Analítica, Automação e Meio Ambiente, Departamento de Química, Universitat de les Illes Balears, Palma de Mallorca, Espanha, E-07122.

Palavras Chave: Otimização multivariada, Especiação química, Cerveja, Selênio.

Introdução

A cerveja tem sido incluída na dieta humana desde 500 A.C., sendo consumida frequentemente em muitos países, com sua composição baseada de 90% de água, etanol, carboidratos, dióxido de carbono, sais inorgânicos, ácidos orgânicos, vitamina B, além de elementos como Al, Ca, Cu, K, Na, Mg, Se, dentre outros^{1,2}. Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi realizar a especiação química de Se inorgânico em cervejas usando a análise por injeção em fluxo multiseringa acoplada à espectrometria de fluorescência atômica com geração de hidretos (MSFIA-HG-AFS), após otimização empregando planejamento Doehlert.

Resultados e Discussão

Para a otimização das condições experimentais foi aplicado um planejamento Doehlert. Foram avaliadas as concentrações de NaBH₄ (0,2 – 0,6%, m v⁻¹) e HCl (2,0 – 5,0 mol L⁻¹), obtendo 0,4% e 3,5 mol L⁻¹, respectivamente, como condição ótima. Foi obtido um valor p=0,31 para falta de ajuste, mostrando não existir diferença significativa para modelo matemático de segunda ordem. Foram obtidos limites de quantificação (LoQ) de 0,07 µg L⁻¹ para Se inorgânico total e 0,08 µg L⁻¹ para Se(IV). A exatidão do método proposto foi avaliada através da análise do material de referência certificado de músculo de peixe (DORM-2), obtendo uma concordância de 108 ± 4%. A precisão foi

expressa através do desvio padrão relativo (RSD%), sendo de 1,7% (n=3). Também foram realizados testes de adição e recuperação com as espécies Se⁴⁺ e Se⁶⁺ em três níveis de concentrações: 20, 50 e 100 µg L⁻¹, para avaliar a exatidão do método, que variou de 84 ± 5% para Se⁴⁺ a 119 ± 3% para Se⁶⁺, com valor de RSD% menor do que 10%, evidenciando que o método proposto foi exato e preciso para as determinações. Neste trabalho, foram analisadas 08 amostras de cervejas comercializadas na Espanha, as concentrações de Se⁴⁺ variaram entre <0,08 e 0,46 ± 0,01 µg L⁻¹, e as de Se⁶⁺ variaram de 0,06 ± 0,01 a 3,0 ± 0,6 µg L⁻¹, estando de acordo com a literatura.

Conclusões

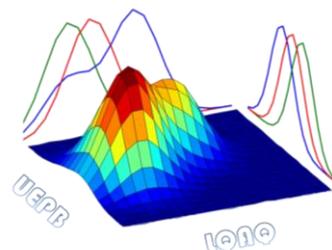
O planejamento Doehlert empregado foi efetivo para obtenção das condições ótimas para a análise de especiação química de Se inorgânico em cervejas. O método proposto foi sensível, exato e preciso para as determinações das espécies químicas de Se por MSFIA-HG-AFS. As cervejas se mostraram uma fonte alternativa de incorporação de Se na dieta espanhola.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPESB e UIB/Espanha

¹ Anderson, H.E.; Santos, I.C.; Hildebrand, Z.L.; Schug, K.A. *Anal. Chim. Acta* 2019, 1085, 1.

² Bertuzzi, T.; Mulazzi, A.; Rastelli, S.; Donadini, G.; Rossi, F.; Spigno, G. *Food Chem.* 2020, 310, 125935.



Análise exploratória da edoxabana por voltametria de pulso diferencial

Manoelly Oliveira Rocha (PG)^{1*}, Nathalie Ribeiro Wingert (PQ)², Jacqueline Arguello (PQ)¹, Vladimir Lavayen (PQ)¹ *rochamanoelly@gmail.com

¹Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). ²Universidade Federal da Bahia (UFBA).

Palavras Chave: edoxabana, eletroquímica, planejamento fatorial

Introdução

Os quadros trombóticos e tromboembólicos podem levar a consequências graves, tais como infarto agudo de miocárdio e acidente vascular cerebral.¹ A terapia farmacológica mais indicada para prevenção da formação de trombos sanguíneos se baseia na administração de anticoagulantes orais e injetáveis. Neste contexto, nos últimos anos foram desenvolvidos novos anticoagulantes orais, entre eles a Edoxabana (EDX), que atua como inibidor seletivo e direto do fator Xa. Por se tratar de um fármaco relativamente novo, ainda há pouca informação sobre o seu comportamento eletroquímico.

A voltametria de pulso diferencial (VPD) é uma das técnicas eletroanalíticas mais sensíveis, sendo frequentemente utilizada na determinação de fármacos. Neste trabalho é apresentada uma análise exploratória de EDX, mediante VPD aplicando-se um planejamento fatorial composto central (2³).

Metodologia

Os voltamogramas foram registrados utilizando um potenciostato/galvanostato Autolab N128, com as seguintes variáveis: tempo de amostragem 2-5 (ms); amplitude de pulso 32-68 (mV); e tempo de pulso 30-60 (ms)^{2,3}.

Para o planejamento fatorial foram realizados 18 experimentos de forma aleatória, e a resposta avaliada foi a área e a intensidade da curva voltamétrica.

Resultados e Discussão

Os resultados obtidos utilizando a área da curva voltamétrica para o planejamento 2³, mostra que a amplitude de pulso é a variável mais significativa. A superfície de resposta (Figura 1), mostra que a região de análise se encontra em uma região máxima. A análise de variância apresentou um valor do fator $F_{0,95(9, 8)} = 7,3$ e no fator de probabilidade $F_{modelo} > F = 0,00491$. Finalmente serão apresentados resultados obtidos utilizando a intensidade de corrente, além do índice de deseabilidade (di).

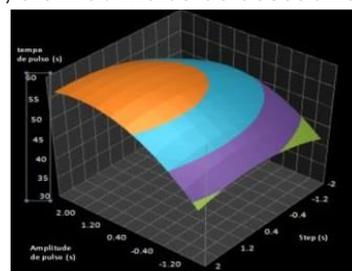


Figura 1: Superfície resposta do planejamento fatorial.

Conclusões

O emprego de desenhos experimentais mostra-se como uma poderosa ferramenta para análise de fármacos, além disso, nos fornece uma melhor compreensão dos fatores que podem influenciar na resposta analítica.

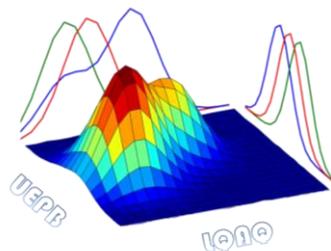
Agradecimentos

A CAPES pela bolsa de doutorado a M.O.R., ao CNPq, INCTBio, Propesq-UFRGS e PPGQ-UFRGS.

¹Brunton, L. L.; Chabner, B. A.; Knollmann, C. B. As bases farmacológicas da terapêutica de Goodman & Gilman. 12 ed. Porto Alegre, AMGH, 2012.

²Teófilo, R.F.; Ferreira, M.M.C. Química Nova, 29 (2) 338-350, 2006.

³Montgomery, D.C. Design and analysis of experiments, 4th ed. New York, John Wiley & Sons, 1997.



Aplicação da matriz Box-Behnken para otimização de parâmetros de geração de vapor frio de Hg e determinação por AFS em amostras de água do mar

Daniel Levi F. da Silva (PG)^{1,2*}, Bernardo da Silva Pita (PG)², Sérgio L. C. Ferreira (PQ)¹, Walter N. L. dos Santos (PQ)². *Email: danlevi_7@hotmail.com*

¹ Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Grupo de Pesquisa em Química e Quimiometria, Campus Ondina, 41.195-001, Salvador, Bahia, Brasil.

² Universidade do Estado da Bahia, Departamento de Ciências Exatas e da Terra, Cabula, 41.150-000, Salvador, BA, Brasil.

Palavras Chave: Mercúrio, água do mar, AFS, otimização multivariada.

Introdução

O mercúrio é um poluente perigoso, devido às suas propriedades bioacumulativas e biomagnificantes, provoca grande impacto na saúde humana e no meio ambiente. A absorção de mercúrio por peixes contaminados é de longe o risco de exposição mais importante, por isso a determinação de níveis traços de mercúrio na água do mar tem grande relevância¹.

Utilizando-se de ferramentas quimiométricas, como o uso do planejamento fatorial, a fim de selecionar as variáveis significativas e da metodologia da superfície de resposta, com a finalidade de obter as condições ótimas para geração de vapor frio, o objetivo geral deste trabalho visa desenvolver uma estratégia para determinação de Hg em amostras de água do mar por espectrometria de fluorescência atômica com geração de vapor frio (CV AFS).

Resultados e Discussão

Inicialmente foi aplicado um planejamento fatorial completo de 2 níveis. Para obter as condições ótimas (tabela 1) um planejamento Box-Behnken (Figura 1) foi aplicado.

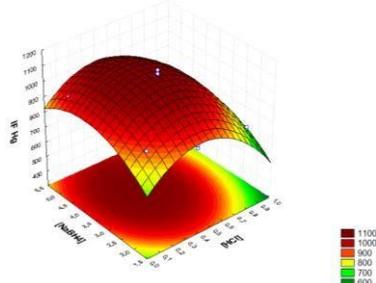


Figura 1. Superfície de resposta.

Tabela 1. Condições ótimas

Analito	[HCl] mol L ⁻¹	[NaBH ₄] ^o m v ⁻¹	VGA mL min ⁻¹
Hg	0,41	3,86	0,19

Para melhorar a sensibilidade do método de geração de vapor, foi utilizado L-cisteína (0,02%) como agente mascarante², e Co (1mg L⁻¹). O método apresentou limite de detecção de 2,7ng L⁻¹. Precisão (RSD) de 3,4%. A exatidão do método foi avaliada utilizando o material de referência certificado de águas residuais (ERM Ca-713) e de sedimento de San Joaquim (SRM 2709a), obtendo valores correspondentes. Foram avaliadas duas amostras de água do mar, os resultados estão apresentados na tabela 2.

Tabela 2. Concentrações obtidas

Amostra	Concentração (µg L ⁻¹)
ERM Ca-713	1,86 ± 0,45 (1,84 ± 0,11)
SRM 2709a	0,9345 ± 0,1134 (0,90 ± 0,20)
SWCA	0,4471 ± 0,0081
SWI	0,0904 ± 0,0035

*Valores certificados.

Conclusões

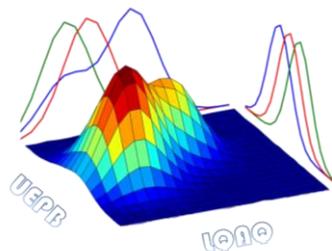
O uso do planejamento fatorial e da matriz Box-Behnken possibilitou otimizar os fatores e determinar Hg em águas do mar por CV AFS.

Agradecimentos

Capes, Cnpq, Fapesb, UFBA e UNEB

¹ Haiying Lin; Dongxing Yuan; Bingyan Lu; Shuyuan Huang; Lumin Sun; Fan Zhang e Yaqin Gao. JAAS, 2015, 30, 353.

² Wipharat Chuachud, Julian F. Tyson. JAAS, 2005, 20, 273.



Aplicação de planejamento Box-Behnken na otimização da extração de compostos fenólicos em pimenta malagueta

Gilvanda L. dos Anjos (PG)^{1*}, Gisele C. Moreira (PG)¹, Candice N. Carneiro (PR)¹, Jamile da C. Caldas (PG)², Isaac M. de J. Silva (IC)², Walter N. L. dos Santos (PQ)², Fabio de S. Dias (PQ)³

¹Universidade Federal do Recôncavo da Bahia. Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas, 44380-000, Cruz das Almas, Bahia, Brasil. ²Universidade do Estado da Bahia, Departamento de Ciências Exatas e da Terra, 41195-001, Salvador, Bahia, Brasil. ³Universidade Federal da Bahia, Instituto de Ciências Tecnologia e Inovação, 42809-000, Camaçari, Bahia, Brasil. *gilvandas218s2@hotmail.com.

Palavras Chave: Bioativos, *C. frutescens*, HPLC.

Introdução

Os compostos fenólicos presentes em alimentos *in natura* vêm sendo largamente estudados devido à comprovação de sua ação antioxidante. A otimização de variáveis operacionais de extração é importante, pois aumenta a concentração de compostos bioativos extraídos e mantém baixos os custos do processo, assim, objetivou-se otimizar um procedimento de extração assistido por ultrassom e identificar os fenólicos presentes em frutos de *Capsicum frutescens*.

Resultados e Discussão

Os frutos foram secos a 45°C e triturados para a extração. Primeiro foi otimizada a composição da solução extratora, usando o Simplex centróide, foram escolhidos os solventes: água, metanol e etanol. Depois foi utilizado um planejamento fatorial de dois níveis (2³) para a avaliação preliminar de três fatores: volume do solvente, tempo de sonicação e temperatura, e por último a utilização do planejamento Box-Behnken. As respostas (fenólicos e flavonoides) foram otimizadas simultaneamente utilizando a função de desejabilidade. A partir da inspeção visual do gráfico foi determinado a melhor composição da solução: 93% de metanol e 7% de água. Todas as variáveis estudadas influenciaram significativamente na resposta analítica. Os resultados obtidos com o planejamento Box-Behnken foram: 16 mL de solução extratora, 19,5 minutos de sonicação

e 53 °C de temperatura, além disso, foram identificados doze compostos por HPLC DAD: ácido *trans*-cinâmico, ácido gálico, quercetina, ácido siríngico, ácido elágico, catequina, ácido ferúlico, ácido *p*-cumárico, ácido clorogênico, ácido cafeico, ácido vanílico e kaempferol.

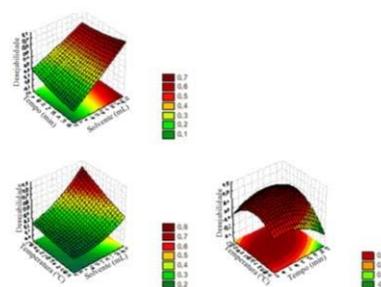


Figura 1. Gráfico de superfície de resposta na otimização das variáveis significativas para extração dos compostos fenólicos de amostra de *C. frutescens*.

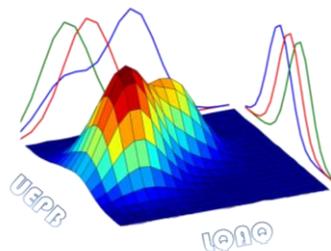
Conclusões

O planejamento Box-Behnken foi uma ferramenta eficiente para otimização do método analítico utilizando a ultrassom para extração de compostos fenólicos em *C. frutescens*.

Agradecimentos

Agradecimentos ao programa de pós em Ciências Agrárias da UFRB e a CNPq.

¹ Dias, A. L. B.; Sergio, C. S. A.; Santos, P.; Barbero, G. F.; Rezende, C. A.; Martínez, J. J. *Food Eng.* **2017**, *198*, 36.
² Moreira, G. C.; Dias, F. S. *Microchem. J.* **2018**, *141*, 24.



Aplicação de planejamento experimental fatorial em análise sensorial de sobremesas lácteas

Ketolly Natanne da Silva Leal¹(PR), Sara Regina R C de Barros^{2*} (PQ), Izabella Carneiro Bastos³ (PQ). Email: regina_pb@hotmail.com

¹ Centro Universitário Maurício de Nassau (UNINASSAU) – Campus Campina Grande, ² Universidade Estadual da Paraíba (UEPB) – Campus Campina Grande, ³ Universidade Federal de Alenas (UNIFAL) – Campus Poços de Caldas.

Palavras Chave: Produtos lácteos, Controle de Qualidade, Planejamento Experimental.

Introdução

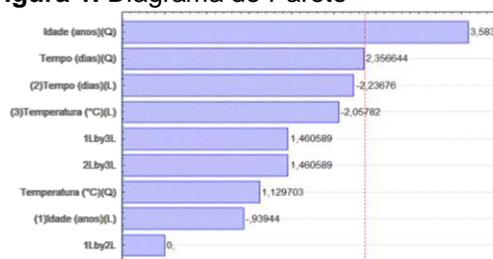
Existem diferentes metodologias de avaliação sensorial que podem ser empregadas tais como: métodos discriminativos, métodos afetivos ou subjetivos, e métodos descritivos. No entanto, essas metodologias apresentam limitações como o alto custo para manter uma equipe sensorial bem treinada. Logo, propostas metodológicas para minimizar essas limitações vem sendo desenvolvidas [1]. Com base nisso, o presente estudo visa aplicar planejamento experimental fatorial como análise de dados para estudo sensorial. O produto investigado é uma sobremesa láctea sabor chocolate branco. A motivação para trabalhar com esse tipo de delineamento, é que possibilita analisar a influência das variáveis estabelecidas em relação a aceitação do consumidor e a redução de ensaios, diminuindo assim o custo de uma análise sensorial. As variáveis escolhidas para o estudo são: idade dos provadores, tempo de estocagem do produto e temperatura. Foi executado um planejamento experimental fatorial (DCCR) ²³ com três pontos centrais e seis axiais, adicionando um ponto central. A pesquisa foi aprovada pelo comitê de ética da Universidade Federal de Alenas.

Resultados e Discussão

O diagrama de Pareto (Figura 1) apresenta os resultados dos efeitos estimados das variáveis idade, tempo de armazenagem e temperatura na aceitação do produto considerando seus termos lineares e quadráticos, além da interação entre as variáveis. Verifica-se que somente o valor quadrático da variável idade foi significativo, considerando expressivos os parâmetros com p-valor menores que 5% ($p < 0,05$), a variável tempo de estocagem apresentou baixa influência e a temperatura não indicou efeito. Portanto, a idade dos participantes mostrou ter influência para o nível de aceitação. O F-calculado (3,65) foi

menor que o F-tabelado (3,68) e o coeficiente de determinação de erro foi de $R^2 = 0,80631$.

Figura 1. Diagrama de Pareto



Fonte: Da autora

Estudo recente ressalta que o gosto está relacionado com a idade e os padrões de consumo são moldados de acordo com o ciclo da vida a qual o consumidor pertence, além disso, o mesmo estudo enquadra a idade como um fator pessoal em uma investigação de aceitação de um produto [2]. Barboza e Cazal (2018) apontam que a diferença de idade pode influenciar na aceitação do produto por diversos motivos como: hábitos alimentares, o paladar, sensibilidade e preferência pelo doce ou salgado [3].

Conclusões

A idade foi a mais influente na aceitação do produto. Essa informação pode auxiliar a empresa a realizar estratégias de marketing direcionadas a um público específico. Além disso, a vantagem de trabalhar com delineamento experimental fatorial favoreceu a diminuição de provadores e quantidade de amostras, tornando este tipo de análise de dados viável.

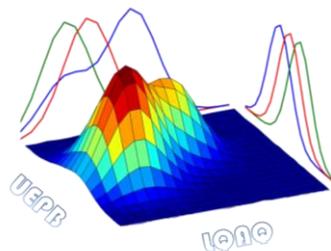
Agradecimentos

À CAPES, UNIFAL e ao Grupo Danone.

¹ Alcantara, M; et al. B. J. J. *Food Technology*. **2018**, 21.

² Kos Skubic, M; et al. J. *Sensory Studies*. **2018**, 33, 5.

³ Barboza, H. C; et al. B. J. J. *Food Technology*. **2018**, 21.



Aplicação de planejamento experimental para investigação da deterioração de produtos lácteos

Ketolly Natanne da Silva Leal^{1*} (PR), Sara Regina R C de Barros² (PQ), Izabella Carneiro Bastos³ (PQ). Email: ketollynatanneq@gmail.com

¹ Centro Universitário Maurício de Nassau (UNINASSAU) – Campus Campina Grande, ² Universidade Estadual da Paraíba (UEPB) – Campus Campina Grande, ³ Universidade Federal de Alenas (UNIFAL) – Campus Poços de Caldas.

Palavras Chave: Produtos lácteos, Controle de Qualidade, Planejamento Experimental.

Introdução

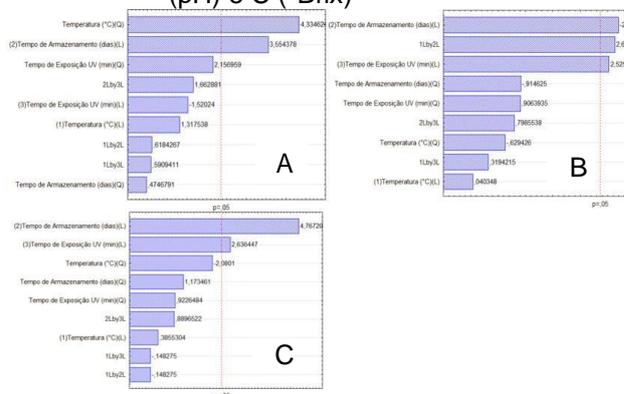
Devido às ações oxidativas de alguns microrganismos, substâncias químicas presentes em produtos lácteos e fatores de deterioração, como o tempo de armazenamento, temperatura e radiação ultravioleta, podem alterar os seus níveis de acidez e pH, contribuindo diretamente na aceitação ou rejeição, bem como nas características gerais do produto [1]. Com base nisso, o presente trabalho teve por objetivo investigar os efeitos dos fatores deteriorantes temperatura, tempo de armazenamento e tempo de exposição à radiação ultravioleta nos índices de acidez, pH e teor de sólidos solúveis (°Brix) do produto lácteo iogurte sabor morango. Foi realizado um planejamento experimental do tipo delineado composto central rotacional (DCCR) 2³, incluindo 6 pontos axiais e 3 repetições no ponto central, totalizando 17 ensaios. As análises estatísticas foram realizadas com o auxílio do software Statistica® versão 7.0 (StatSoft.Inc. 2007, USA).

Resultados e Discussão

Após as análises experimentais, foi realizada a análise estatística com o auxílio do software Statistica® versão 7, adotando-se como nível de significância ($\alpha = 5\%$), e nível de confiança de 95%. Para avaliação do ajuste têm-se o coeficiente de determinação (R^2), o qual nessa análise demonstrou que 85,30 % da variabilidade das respostas e F_{cal} de 320,2. Esse valor pode estar relacionado com as amplas variações microbianas. Os diagramas de pareto A (Acidez), B (pH) e C (°Brix) estão apresentados na Figura 1. Verifica-se que os fatores tempo de armazenamento e exposição UV geraram variações expressivas na variável resposta em questão (Gráfico B e C) apenas no Gráfico A que a temperatura influenciou. De acordo com a literatura, a formação de gel é influenciada pela temperatura de

armazenamento e ocorre mais rapidamente a temperatura ambiente [1]. A radiação UV age destruindo de forma parcial ou total os microrganismos, alterando a qualidade interna do produto iogurte. O fator tempo causa decomposição do produto devido o crescimento bacteriano assim, tornando o produto ácido além do desejado [2].

Figura 1. Diagramas de pareto A (Acidez), B (pH) e C (°Brix)



Fonte: Do autor.

A medida que esses fatores atuam no produto consequentemente, há alterações no pH, acidez e no teor de sólidos solúveis [3].

Conclusões

Por meio do Planejamento Experimental verificou-se que os fatores tempo de armazenamento e exposição UV apresentaram maior influência nos parâmetros pH, Acidez e Sólidos solúveis,

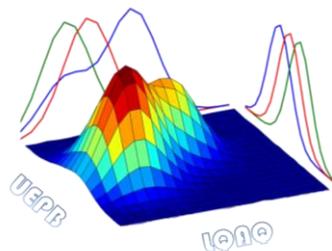
Agradecimentos

À CAPES, UNIFAL e ao Grupo Danone.

¹ Spagnol, W. A.; et al. B. J. *Food Technology*. **2018**, 21.

² Peixoto, A. L.; et al. R. B. *Produtos Agroindustriais*. **2016**, 18, 4.

³ Oliveira, F. M.; et al. R. B. H. *Sanidade Animal*. **2017**, 11.



Aplicação de planejamento fatorial 2^2 para avaliar a disponibilidade de Cu, Fe e Mn em chás preparados a partir de sachês

Priscila C. da Rocha^{1,*} (IC), Franciele C. Novais (PG)², Rosivan dos S. de Assis (PG)², Ícaro A. Costa (IC)¹, Rebeca M. Menezes (PQ)¹, Cleber G. Novaes (PQ)¹

*pricaroso29@gmail.com

1-Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Laboratório de Química Analítica III, Campus Jequié, Jequié-BA.

Palavras Chave: Planejamento fatorial, disponibilidade, chás.

Introdução

O chá é uma das bebidas mais consumidas no mundo por apresentar propriedades benéficas à saúde. Neste tipo de matriz, algumas ferramentas quimiométricas tais como planejamento fatorial e metodologia de superfície de resposta podem ser aplicadas para estimar condições ideais de extração¹. Neste trabalho, foi otimizado um procedimento para avaliar a disponibilidade de Cu, Fe e Mn durante o processo de preparação de chás.

Resultados e Discussão

Um planejamento fatorial completo 2^2 com três pontos centrais (PC) foi realizado para otimizar as melhores condições de temperatura e tempo utilizadas no processo de extração de Cu, Fe e Mn em amostras de chás. O domínio experimental aplicado foi de 10-30 °C para a temperatura e 50-90 min para o tempo. As absorvâncias dos três metais foram utilizadas como resposta, avaliadas separadamente.

Na avaliação do Gráfico de Pareto, apenas a variável temperatura foi significativa na extração do Mn. Para os demais metais, as variáveis e suas interações não apresentaram significância no processo. Portanto, condições intermediárias de temperatura (70 °C) e de tempo (20 min) foram utilizadas para a extração de Cu, Fe e Mn simultaneamente em três amostras de camomila (*Matricaria recutita* L.) e três de capim-cidreira (*Cymbopogon citratus*), coletadas em mercados da cidade de Jequié-Bahia. As análises foram realizadas por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS). O elemento Mn apresentou-se como sendo o mais disponível quando submetido ao processo de infusão, enquanto

que o ferro foi o elemento menos disponível (Tabela 1). Uma amostra de cada chá foi submetida ao processo de digestão total usando ácido nítrico diluído e peróxido de hidrogênio para estimar o teor total dos elementos presentes na matriz. O Fe encontra-se presente em maior quantidade na matriz, no entanto pouca quantidade fica disponível para a solução final do chá, enquanto que os elementos Mn e Cu estão mais disponíveis para a solução final do chá.

Tabela 1. Resultados obtidos na extração e digestão das amostras de chás (n=3). Ci: Cidreira; Ca: Camomila.

Amostras	Concentração (µg/g)					
	Cu		Mn		Fe	
	Digestão	Extração	Digestão	Extração	Digestão	Extração
Ci1	19,48	2,30	49,31	41,18	110,68	0,74
Ci2	9,63	2,21	34,84	26,54	127,64	0,76
Ci3	6,81	2,62	41,35	28,94	88,98	1,17
Ca1	3,91	3,15	43,67	7,52	123,69	1,62
Ca2	9,78	4,26	46,25	10,49	120,18	0,90
Ca3	14,21	3,12	53,60	8,78	137,49	0,93

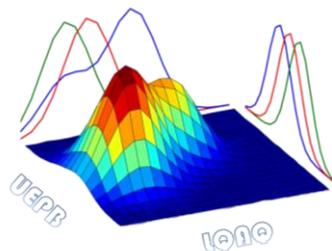
Conclusões

O planejamento fatorial aplicado mostrou-se bastante adequado para otimizar um procedimento de extração simples e eficiente. Além disso, o método permitiu identificar o conteúdo mineral de Cu, Fe e Mn que fica disponível para a bebida após a preparação dos chás, sendo o Mn o elemento mais disponível neste processo.

Agradecimentos

CAPES / LQA / UESB / CNPq

¹Ferreira, S. L. C. *Introdução às técnicas de planejamento de experimentos*. Editora Vento Leste, 2014.



Aplicação de processamento paralelo na seleção de variáveis espectrais utilizando dispositivos móveis

Gilson A. Helfer^{1,*} (PG), Jorge L.V. Barbosa¹ (PQ), Eduardo Hermes² (IC), Bruno Fagundes³ (PG), Roberta O. dos Santos³ (PQ), Adilson Ben da Costa³ (PQ)

ghelfer@gmail.com

1-PPG Computação Aplicada, UNISINOS, São Leopoldo, RS – Brasil

2-PPG Sistema e Processos Industriais, UNISC, Santa Cruz do Sul, RS – Brasil

3-Departamento de Computação, UNISC, Santa Cruz do Sul, RS – Brasil

Palavras Chave: Seleção de variáveis espectrais, Métodos de Distribuição Paralela, Sockets.

Introdução

Algoritmos eficientes tornaram-se um foco importante no problema de seleção de variáveis devido à grandes e complexos conjuntos de dados. Geralmente é necessário adaptá-los ao contexto do problema. Assim, o presente trabalho propõe o desenvolvimento de uma aplicação que visa obter um maior desempenho na seleção de variáveis espectrais a partir da computação distribuída. O sistema foi composto por até 4 dispositivos Raspberry Pi Model 3¹ ligados em rede rodando um serviço de PLS. Um computador central recebe todos os dados espectrais e realiza a distribuição de conjuntos de variáveis entre os dispositivos que os analisa em tempo real. Entre os equipamentos foi instalado um roteador com o objetivo de endereçá-los via IP.

Resultados e Discussão

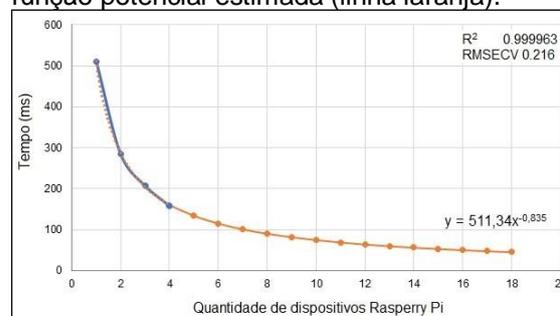
Para realizar o experimento foram utilizados a base de dados espectrais (NIR) de cervejas disponíveis online². Os dados foram divididos em 26 grupos de 25 regiões e combinados entre si visando um melhor R² e RMSECV, figuras de mérito utilizadas como indicadores de desempenho. No experimento foi configurado um máximo de 10 iterações entre grupos, gerando assim 10.970.271 combinações com intuito de obter um menor tempo viável para obtenção de resultados se comparado ao uso de apenas 1 computador, conforme Tabela 1. É importante ressaltar que o objetivo não foi obter a melhor resposta pela força-bruta, ou seja, computando todas as combinações possíveis. Já a Figura 1

demonstra o desempenho e a função potencial encontrada.

Tabela 1. Comparação do modelo computacional desenvolvido pelo número de dispositivos empregados.

Duração	1 PC	1 Pi	2 Pi	3 Pi	4 Pi
Minutos	367	511	285	208	160

Figura 1. Processamento real (linha azul) e função potencial estimada (linha laranja).



Conclusões

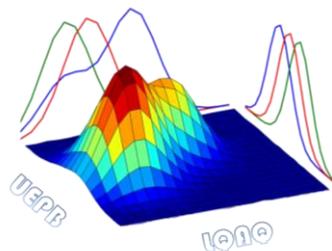
Com 4 dispositivos Raspberry Pi atuando de forma paralela foi possível obter um tempo de processamento de 160 minutos, aproximadamente 200 minutos menor em relação ao uso de um computador apenas. Solução semelhante pode ser adotada com virtualização na nuvem.

Agradecimentos

Agradecimentos à Capes, CNPQ e FAPERGS.

¹ Disponível em www.raspberrypi.org

² C.M. Andersen, R. Bro, Variable selection in regression-a tutorial, J. Chemom. **2010**, 728–737. doi:10.1002/cem.1360



Aplicação do planejamento Box-Behnken na otimização da D- μ SPE para determinação multielementar em amostras de tomates por EDXRF

Marcos Levi C. M. dos Reis¹(IC)*, Lucília A. Meira (PG), Lucas F. M. dos Santos (IC), Leonardo B. Guimarães¹ (PG), Leonardo S. G. Texeira¹(PQ), Fábio de S. Dias¹(PQ)*.

fabiosdias@yahoo.com.br

¹ Universidade Federal da Bahia – Instituto de Química, Rua Barão de Jeremoabo, 147- Ondina, Salvador-Ba, 40170-115.

Palavras Chave: Pré-concentração, EDXRF, Box-Behnken

Introdução

A contaminação de áreas com espécies químicas, que apresentam potencial tóxico, oriundas dos resíduos de processamentos industriais, causam impactos ambientais. Esses poluentes podem acumular em partes específicas (frutos) das plantas, logo, há a necessidade de monitorar essas espécies químicas.

Dentre as técnicas possíveis para análise existe a espectrometria de fluorescência de raios-x de energia dispersiva (EDXRF), que apresenta como desvantagem uma baixa sensibilidade¹. Entretanto, essa limitação pode ser contornada com uso de métodos de pré-concentração.

Esse trabalho teve como objetivo aplicação da metodologia de superfície de resposta Box-Behnken para determinação multielementar por EDXRF em tomates explorando microextração dispersiva em fase sólida (D- μ SPE).

Resultados e Discussão

Sintetizou-se um sólido contendo uma mistura de carvão vegetal e nanoferritas de cobalto e o impregnou com reagente orgânico. O carvão impregnado foi usado como fase sólida na extração dos analitos na D- μ SPE após a caracterização por FTIR.

Os fatores que influenciam a extração e seus níveis (mínimo e máximo) foram pH (5 e 8), massa do adsorvente (20 e 100 mg) e tempo de agitação (3 e 15 min). A avaliação dos efeitos e interações foi realizada por meio do gráfico de Pareto resultante do planejamento fatorial completo 2^3 aplicando a resposta múltipla para composição da resposta analítica multielementar. O pH e agitação foram os fatores que apresentaram maiores efeitos na resposta analítica. Após o estudo dos efeitos e

das interações dos fatores foi aplicado à metodologia de superfície de resposta Box-Behnken para os mesmos fatores com alteração na região experimental. Os novos níveis estudados foram 2 - 8 para pH, 20 - 60 mg para massa do adsorvente e 2 - 10 min para o tempo de agitação.

A superfície de resposta (fig. 1) obtida apontou a existência de um ponto de sela, indicando que há várias regiões de máximo para a região experimental estudada, impossibilitando assim a determinação dos pontos críticos. Portanto, utilizou-se a inspeção visual das superfícies de resposta para encontrar as melhores condições experimentais, que foram pH igual a 8,0, 50,0 mg de massa de sólido 11 min de tempo de agitação.

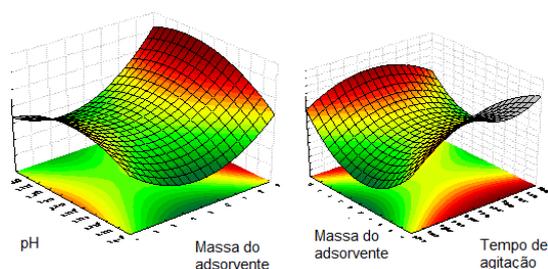


Figura 1. Superfície de resposta

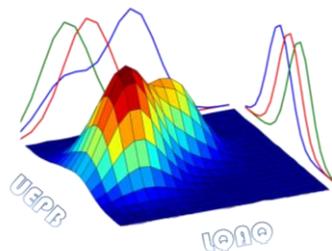
Conclusões

Aplicação da metodologia da superfície de resposta foi eficiente para otimização do método de extração para amostra de tomate.

Agradecimentos

À FAPESB, ao CNPq, à CAPES e à UFBA.

¹ Marguí, E.; Zawisza, B.; Sitko, R., *Trac – Trends Anal. Chem.* . 2014,53,73-83.



Aplicação do planejamento de misturas para otimização de procedimentos de digestão de amêndoas de cacau (*Theobroma cacao* L.) com ácido diluído

Julia C. Romero¹ (PG)*, Leonardo B. Guimarães² (PG), Geovana B. Guimarães¹ (PG), Sheylla M. da S. Queiroz¹ (IC), Rosânia K. G. S. Nascimento¹ (IC), Fábio A. C. Amorim¹ (PQ), Luana N. Santos¹ (PQ). ju.romero@outlook.com.br

¹ Departamento de Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC).

² Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia (UFBA).

Palavras Chave: cacau, preparo de amostras, ácido diluído.

Introdução

A monocultura do cacau (*Theobroma cacao* L.) na região do Sul da Bahia tem grande importância no desenvolvimento socio-econômico, este fruto é considerado uma matéria prima nobre, uma vez que dele se origina o chocolate¹. No preparo de amostras, a utilização de métodos mais verdes é prioridade, com isso a utilização de ácido diluído se torna uma alternativa eficaz². Este trabalho teve como objetivo aplicar o planejamento de misturas com restrição para otimização de digestões de amêndoas de cacau utilizando ácido diluído comparando a digestão em sistema aberto em bloco digestor com sistema em refluxo com tubos *dedo frio* (DF) e a digestão assistida por radiação micro-ondas (MW) para quantificação de Cu, Fe, K, Mg, Mn, P and Zn por Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Induzido por Micro-ondas (MIP OES).

Resultados e Discussão

Foi utilizado um planejamento de mistura Simplex-Centróide com restrição para otimizar o melhor volume de HNO₃ 65% (m m⁻¹), H₂O₂ 30% (v v⁻¹) e água ultrapura. Foram estudadas proporções entre 1 mL a 4 mL dos pseudocomponentes da mistura, totalizando em um volume final de 6 mL, e massa da amostra de 0,10 g. Na otimização considerou-se melhor recuperação dos analitos (entre 85 a 115%), menor acidez residual (mol L⁻¹) e menor concentração de carbono residual (%_{am} m). O modelo matemático que não apresentou falta de ajuste significativa foi o modelo linear. As condições ótimas foram 1,0 mL de H₂O, 1,4 mL de HNO₃ 65% (m m⁻¹) e

3,6 mL de H₂O₂ 30% (v v⁻¹), e 4,0 mL de H₂O, 1,0 mL de HNO₃ 65% (m m⁻¹) e 1,0 mL de H₂O₂ 30% (v v⁻¹) equivalente a 2,4 mL de HNO₃ a uma concentração de 8,2 mol L⁻¹ e 5,0 mL de HNO₃ a 2,8 mol L⁻¹ para DF e MW, respectivamente. O método proposto foi validado considerando os seguintes parâmetros analíticos: limite de detecção (LD), limite de quantificação (LQ), faixa linear de trabalho, efeito de matriz e precisão. Os valores de LD e LQ variaram de 0,46 a 7,3 mg kg⁻¹ e 1,5 a 24 mg kg⁻¹, e de 0,22 a 7,4 mg kg⁻¹ e 0,7 a 24 mg kg⁻¹, para DF e MW, respectivamente. A repetibilidade do método variou de 1,2 a 8,0 % e 1,0 a 7,2 % para DF e MW, respectivamente. Não foi identificado efeito de matriz uma vez que não houve diferença significativa entre as variâncias e entre os coeficientes angulares das curvas de calibração externa e adição padrão na matriz. A exatidão foi comprovada a partir de testes de adição e recuperação que variaram de 82 a 120%.

Conclusões

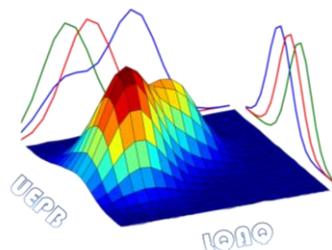
Foi possível otimizar os procedimentos de digestão utilizando apenas 1,4 e 1,0 mL de ácido nítrico para o sistema semi-aberto e sistema fechado, respectivamente, obtendo baixíssima acidez residual e atendendo os princípios da Química Verde.

Agradecimentos

LQAA, PPGQuim, CEPLAC e FAPESB.

¹ Araújo, Q.; Baligar, V.; Loureiro, G. J. *Soil Scie. Plant Nut.* **2017**, *17*, 410.

² Bizzi, C. A.; Flores, E. M. M.; Picoloto, R. S.; Barin, J. S.; Nobrega, J. A. *Anal. Meth.* **2010**, *2*, 734.



Aplicação do Planejamento Experimental Composto Central na Avaliação da Atividade Antifúngica da *Schinopsis brasiliensis*

Nathália Garcia Nunes de Farias (IC)^{1*}, Janine Layse Gonçalves dos Santos Silva (IC)¹, Franciely da Costa Alves (IC)¹, Wesley Candido Santos (IC)¹, Jocimar da Silva Santos (PG)²

*083garcianathalia@gmail.com

¹Departamento de Farmácia, Faculdade Rebouças de Campina Grande (FRCG), CEP: 58407-368, Campina Grande, PB, Brasil

²Programa de Pós-graduação em Inovação Terapêutica, Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), CEP 50740-521, Recife, PE, Brasil.

Palavras-Chave: Matéria Prima Vegetal, Composto central, *Candida tropicalis*.

Introdução

Nativamente brasileira, as folhas da *Schinopsis brasiliensis* são utilizadas para fins anti-inflamatórios, analgésicos e antimicrobianos. No entanto, a atividade farmacológica da planta pode ser influenciada pelo tamanho de partícula (TP) e pelo processo de extração¹. Portanto, o objetivo deste trabalho foi aplicar o planejamento experimental composto central para obtenção de um perfil relacionado com a granulometria e concentração de infusão (CI) desta planta frente a cepas fúngicas de *Candida tropicalis*.

Resultados e Discussão

O TP e a CI constituem as variáveis independentes, e a concentração inibitória mínima (CIM), frente à cepa fúngica, a variável dependente. Após realização de 10 ensaios, de forma aleatória, com 4 pontos fatoriais (2²), 4 pontos axiais e duas repetições no ponto central, foram observados os seguintes resultados.

A CI quadrática foi significativa em relação a atividade antifúngica, como apresentado na tabela 1.

Tabela 1. Análise de variância para *C. tropicalis* (ATCC 750).

Fatores	Soma dos quadrados	Df	Média quadrática	F-valor	p-valor
TP (L)	77120,3	1	77120,3	4,92271	0,090742
TP (Q)	411,9	1	411,9	0,02629	0,879056
CI (L)	20336,3	1	20336,3	1,29810	0,318158
CI (Q)	233911,1	1	233911,1	14,9309	0,018085
				0	*
TP/CI	8281,0	1	8281,0	0,52859	0,507469
Erro	62665,0	4	15666,2		
Total	461136,9	9			
SS					

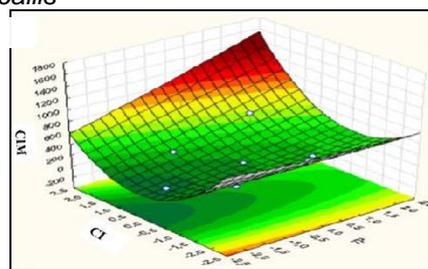
R² = 0,8441. * Estatisticamente significativo para p < 0,05.

Os valores preditos podem ser alcançados utilizando a equação quadrática:

$$CIM = 194,64 + 118,73CI^2.$$

A superfície de resposta evidencia que o TP não influencia na CIM e que a CI na proporção que tende ao ponto central apresenta melhor ação biológica.

Figura 1. Efeito da CI sobre a CIM da *C. tropicalis*



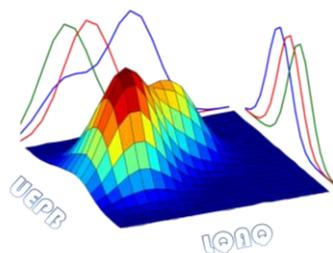
Conclusões

A utilização do planejamento experimental composto central é adotada para a obtenção de um perfil relacionado às variâncias da *S. brasiliensis* frente a sua atividade antifúngica. A superfície de resposta demonstra que a CI influencia de forma significativa na CIM. Logo, a concentração da infusão pode ser utilizada para a otimização da planta por demonstrar as condições ideais para que seja produzido o extrato. A melhor concentração de infusão foi definida como 5 g.100mL⁻¹.

Agradecimentos

Núcleo de Inovação Terapêutica (NIT).¹

Medeiros, A. C.; Alencar L. C. B.; Felismino, D. C. *Schinopsis brasiliensis* Engl. Medicinal and Aromatic Plants of South America. **2018**, 5, 421-29.



Aplicação do planejamento multivariado na otimização da EIEB para análise multielementar em amostras de chocolate por técnicas espectroanalíticas.

Sheylla M. da S. Queiroz¹ * (IC), Geovana B. Guimarães¹ (PG), Leonardo B. Guimarães² (PG), Júlia C. Romero¹ (PR), Rosania K. G. S. Nascimento¹ (IC), Fábio A. C. Amorim¹ (PQ) sheyllanyrelle@gmail.com

1-Universidade Estadual de Santa Cruz, Departamento de Ciências Exatas e Tecnológicas, Ilhéus, BA.

2-Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Salvador, BA

Palavras Chave: EIEB, Box-Behnken, chocolate.

Introdução

O chocolate tem como matéria prima o *Theobroma cacao L.* (cacau), neste caso observa-se uma grande quantidade de matéria orgânica e insolubilidade em água, para suprir a complexidade da matriz utilizou-se o método de extração induzida por quebra de emulsão (EIEB), onde se baseia na formação de emulsão a partir da utilização do surfactante, em seguida o rompimento do sistema ocorrendo à separação e coleta da fase não lipídica. A geração de hidreto, processo no qual ocorre à separação da matriz, tem como finalidade a melhora da sensibilidade e limite de detecção, através da formação de vapor químico, contido na amostra líquida que quando misturado com reagentes é convertido em uma espécie química gasosa^{1,2}.

Esse trabalho teve como objetivo aplicação do planejamento composto central para análise de Ca, Cu, Mg, Mn, Fe e Zn por espectrometria de absorção atômica em chama (FAAS) para otimização do surfactante e posteriormente As, Pb e Cd por espectrometria de emissão atômica com plasma induzido por microondas (MIP-AES).

Resultados e Discussão

Pesou-se 0,5 gramas de amostra, adicionou-se 3 mL da solução extratora composta por ácido nítrico e surfactante, agitando-se por 4 minutos no vórtex. A quebra de emulsão foi induzida por aquecimento em temperatura entre 80-90 °C, removendo-se a fase aquosa (inferior) para posterior análise.

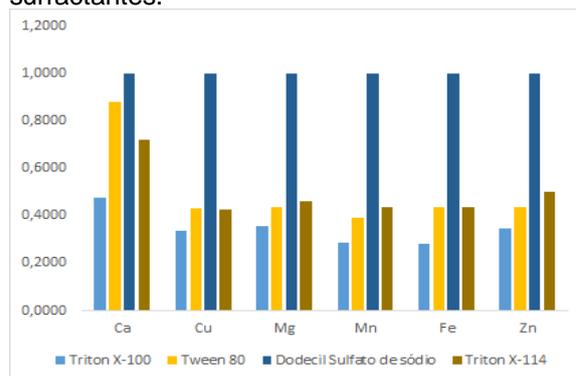
Os surfactantes testados foram: Triton® X-100, Triton® X-114, Dodecilsulfato de sódio e Tween 80 onde a resposta obtida foi em função do sinal analítico dividido pelo tempo e pela massa, seguida da normalização (Eq. 1.)

$$R_n = \left[\frac{\text{Sinal}}{\text{tempo} \times \text{massa}} \right] \times (\text{maior sinal})^{-1}$$

Equação 1

O Dodecilsulfato de sódio apresentou maior resposta para todos os analitos, pois em solução dissocia liberando sódio na forma iônica, Na⁺. A espécie catiônica aumenta a força iônica do sistema emulsionado desestabilizando e separando em duas fases, reduzindo o tempo necessário para a quebra da emulsão. Entretanto, o uso deste surfactante quando analisado por MIP-AES pode aumentar a alcalinidade e fundir a tocha, portanto o mesmo foi descartado. Desta forma será utilizado para a geração de hidreto o Triton X-114, o segundo surfactante com melhor resposta.

Figura 1. Respostas analíticas em função dos surfactantes.



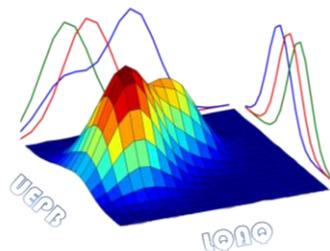
Conclusões

A otimização univariada mostrou que o Triton X-114 é o surfactante mais adequado para a extração induzida por quebra de emulsão na análise multielementar em amostras de chocolate.

Agradecimentos

À FAPESB, ao CNPq, à CAPES e à UESC.

¹ Curtis, M. D.; Shiu, K.; Butler, W. M. e Huffmann, J. C. *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 3335.



Avaliação da atividade antifúngica de nanocarreadores lipídicos contendo óleo essencial de *Cymbopogon martinii*

Denise Tiemi Uchida^{1(PG)*}, Marcos Luciano Bruschi^{2(PQ)}, Miguel Machinski Junior^{1(PQ)}, Mônica Villa Nova^{2(PQ)}.

^{1*} Departamento de Ciências Básicas da Saúde, Universidade Estadual de Maringá, Av. Colombo, 5790, CEP 87020-900, Maringá - PR – Brasil. denisetiemi13@gmail.com

² Departamento de Farmácia, Universidade Estadual de Maringá, Av. Colombo, 5790, CEP 87020-900, Maringá - PR – Brasil.

Palavras Chave: Nanopartículas lipídicas, *Cymbopogon martinii*, *Aspergillus nomius*.

Introdução

Uma das atividades mais conhecidas dos óleos essenciais (OE) são as propriedades antimicrobianas. No entanto, a incorporação direta dos OE em produtos ou matrizes complexas é dificultada devido à natureza hidrofóbica e volátil das suas moléculas bioativas. Estudos apontam que uma alternativa para solucionar este problema é a encapsulação dos OE em carreadores lipídicos nanoestruturados (CLN)^{1,2}. A facilidade de produção em larga escala, a ausência de utilização de solventes orgânicos, além da elevada disponibilidade de lipídeos, tornam os (CLN) muito interessantes para a produção industrial^{3,4}. Assim, neste estudo preliminar foi utilizado um planejamento fatorial 2² com repetição no ponto central com o objetivo de avaliar o efeito de duas variáveis independentes (i.e. tipo de tensoativo (X₁) e proporção de óleo essencial:óleo de gergelim (OE:OG) (X₂)), relacionadas ao processo de preparação de CLN contendo o OE de *Cymbopogon martinii*, na atividade antifúngica frente ao fungo *Aspergillus nomius*, o qual é importante agente de contaminação em alimentos.

Resultados e Discussão

O planejamento fatorial 2² com ponto central resultou em 7 experimentos, cujos resultados de diâmetro do halo de inibição do crescimento dos fungos (método dos discos) se encontram na Tabela 1.

Tabela 1. Diâmetro do halo de inibição do crescimento dos fungos pelos CLN contendo OE de *C. martinii*

Experimentos	X ₁	X ₂	Diâmetro do halo (cm)
T1	1	-1	2
T2	1	1	1,5
T3	-1	-1	1
T4	-1	1	0,95
T5 (C)	0	0	1,5
T6 (C)	0	0	1,3
T7 (C)	0	0	1,8

Nota: X₁: Tween 80 2,5% (nível +1); Poloxamer 188 2,5% (nível -1); Tween 80 1,25% + Poloxamer 188 1,25% (nível 0)

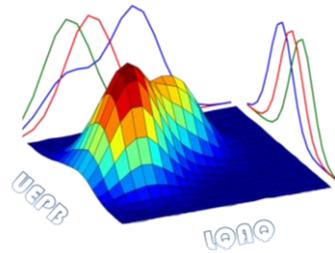
X₂: Proporção OE:OG 1:1 (nível +1); OE:OG 1:3 (nível -1); OE:OG 1:2 (nível 0).

Tabela 2. ANOVA do planejamento fatorial 2² com ponto central

Fonte de variação	SQ	g.l.	MQ	F	p-valor
X ₁	0,601	1	0,601	10,20	0,049
X ₂	0,076	1	0,076	1,28	0,340
X ₁ *X ₂	0,051	1	0,051	0,86	0,422
Erro	0,177	3	0,051		
SQ total	0,904	6			

Nota: SQ = soma quadrática; g.l. = grau de liberdade; MQ = média quadrática.

Por meio da ANOVA (Tabela 2) foi possível verificar que somente a variável pura X₁ (tipo



de tensoativo) apresentou efeito significativo na atividade antifúngica ($p < 0,05$).

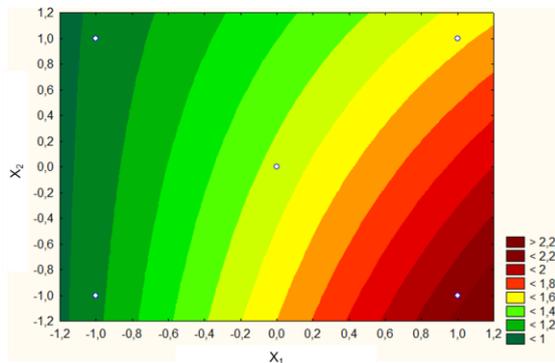


Figura 1. Gráfico de superfície de resposta bidimensional mostrando os efeitos das variáveis independentes do planejamento fatorial 2^2 na atividade antifúngica (diâmetro (cm) do halo de inibição do crescimento).

Com um coeficiente de determinação (R^2) de 0,804, a equação de regressão foi a seguinte: $Y = 1,44 + 0,388X_1$.

O efeito de X_1 foi positivo, indicando que a utilização de Tween 80, em vez do Poloxamer 188, pode ser melhor para a resposta avaliada (ver Figura 1). Dessa forma, foi observado que o tensoativo é importante para a atividade antifúngica, sugerindo que, o tensoativo possa influenciar na eficiência de encapsulação e/ou liberação do OE das formulações. Em estudos futuros, essa hipótese será avaliada por meio da quantificação do OE encapsulado nos nanocarreadores e dos testes de liberação *in vitro*.

Conclusões

O estudo preliminar apresentado, utilizando um planejamento fatorial, permitiu verificar que o tipo de tensoativo pode interferir na atividade antifúngica das formulações lipídicas contendo o óleo essencial de *C. martinii*. Assim, na próxima etapa do estudo, será utilizado um planejamento de mistura para melhor avaliação e otimização dos sistemas lipídicos propostos.

Agradecimentos

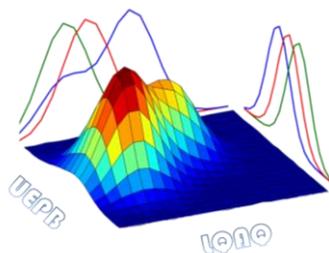
Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior- Brasil (CAPES) pelo apoio financeiro na forma de bolsa de pós-graduação.

¹ EL Asbahani, A.; Miladi, K.; Badri, W.; Sala, M.; Ait Addi, E. H.; Casabianca, H.; et al. Essential oils: From extraction to encapsulation. *Int. J. Pharm.*, **2015**, 483, 220-43.

² Mohammadi, A.; Hashemi, M.; Hosseini, S. M. Postharvest treatment of nanochitosan-based coating loaded with Zataria multiflora essential oil improves antioxidant activity and extends shelf-life of cucumber. *Innov Food Sci Emerg Technol*, **2015**, 33, 580-88.

³ Rafiee, Z.; Jafari, S. M. Application of Lipid Nanocarriers for the Food Industry. In: (Ed.). *Bioactive Molecules in Food*, **2018**. 93-1, 1-43.

⁴ Oprea, A. E.; Grumezescu, A. M. Nanotechnology Applications in Food: Flavor, Stability, Nutrition and Safety. **2017**, 1ª edição, 3-5.



Comparação do Desempenho dos Aplicativos PhotoMetrix UVC e Photometrix PRO Empregando Câmera do Smartphone ou Externa através da porta USB

Alexandra Paola Ritzel¹(IC), Fernanda Carla Böck¹(PG)*, Marco Flôres Ferrão¹(PQ)
fernanda.c.bock@gmail.com

^aUniversidade Federal do Rio Grande do Sul, Instituto de Química, Av. Bento Gonçalves, 9500, Porto Alegre-RS, Brazil.

Palavras Chave: Tartrazina, PhotoMetrix, Calibração univariada

Introdução

O uso de dispositivos móveis em análises químicas está sendo cada vez mais explorado, uma vez que pode fornecer resultados similares a técnicas consolidadas, além de ter um custo de implementação e manutenção muito baixo. O objetivo deste trabalho foi avaliar o desempenho de diferentes celulares na construção de curvas de calibração univariada utilizando o aplicativo PhotoMetrix¹, com duas formas de aquisição de imagens, uma pela câmera do celular e outra por uma câmera externa acoplada ao celular.

Resultados e Discussão

Para a construção da curva de calibração foi utilizado o corante Tartrazina nas concentrações 0, 2,51, 5,02, 6,27, 12,54 e 25,08 $\mu\text{mol.L}^{-1}$. Foram utilizados dois celulares para aquisição das imagens (Motorola e Asus) e um espectrofotômetro UV-Vis (Perkin Elmer Lambda 25), 425 nm. O experimento foi conduzido em um ambiente de iluminação controlada, sendo primeiramente realizada aquisição das imagens utilizando uma câmera externa acoplada ao celular (câmera endoscópio), através do aplicativo PhotoMetrix UVC[®], e em seguida foram capturadas imagens com a câmera dos próprios dispositivos, processadas através do aplicativo PhotoMetrix Pro[®].

Através dos resultados apresentados na Tabela 1, é possível verificar que, ao utilizar uma câmera externa, os resultados adquiridos entre os dispositivos são muito semelhantes, o mesmo não acontece ao utilizar as câmeras

dos próprios dispositivos, isso pode ser explicado pelas diferentes configurações de cada câmera.

Tabela 1. Resultados dos coeficientes de determinação e equações da reta.

		R ²	Equação da reta
	UV-VIS	0,9997	Y=0,022x + 0,0048
Motorola	CE	0,997	Y=3,355x + 2,552
	CC	0,997	Y=2,946x + 2,406
ASUS	CE	0,996	Y=3,331x + 2,999
	CC	0,977	Y=5,958x - 7,388

*CE: Câmera Externa, CC: Câmera do Celular

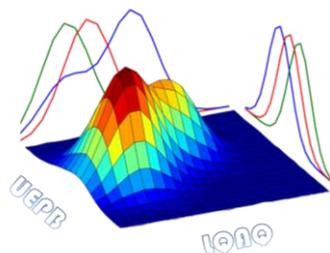
Conclusões

A utilização de câmera externa para aquisição das imagens permitiu resultados equivalentes independentes do smartphone empregado. Com isso a versão PhotoMetrix UVC[®] é mais recomendada para a comparação de resultados entre usuários que utilizem diferentes marcas e/ou modelos de Smartphones com sistema Android

Agradecimentos

CNPQ, INCT-Bioanalítica e CAPES

¹ Helfer GA, Magnus VS, Böck FC, Teichmann A, Ferrão MF, Da Costa AB. PhotoMetrix: An application for univariate calibration and principal components analysis using colorimetry on mobile devices. J Braz Chem Soc. 2017;28(2). doi:10.5935/0103-5053.20160182.



Decomposição ácida de amostras de resina de PET usando planejamento com abordagem de coordenadas polares para determinação de P e Mg

Abinoan S. Rodrigues (PG)*, Licarion Pinto (PQ), Ana Paula S. Paim (PQ)
*abinoan.rodrigues1@gmail.com

Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Química Fundamental, Cidade Universitária, Recife-PE.
Palavras Chave: PET, digestão ácida, quimiometria, coordenadas polares, ICP OES.

Introdução

O PET é um poliéster termoplástico de ampla aplicação no mercado de embalagens (como filmes, garrafas para bebidas carbonatadas) e artefatos de montagem.¹ Desta forma, torna-se relevante o monitoramento de elementos adicionados ao polímero que melhorem suas propriedades durante o processamento, como a presença compostos de P para redução de reações de degradação e compostos de Mg para aumento da condutividade elétrica do produto final. O presente trabalho propõe uma metodologia de digestão ácida assistida por radiação micro-ondas, para quantificação de Mg e P por ICP OES em 11 amostras distintas de PET em formato de *chip*, comercializadas no estado de Pernambuco. A condição de digestão foi definida por um planejamento composto central utilizando coordenadas polares, onde buscou-se a otimização da mistura digestora juntamente com variáveis de processo.²

Resultados e Discussão

Foram realizados testes preliminares de digestão dos chips de PET, utilizando diferentes massas, misturas de ácidos e tempos de aquecimento, a fim de se obter a degradação visual dos *chips* (digerido transparentes). Os melhores resultados foram observados para a utilização da mistura dos ácidos HNO₃ e H₂SO₄. Todas as digestões foram realizadas utilizando um digestor por radiação micro-ondas modelo Start D (Milestone, Sorisole, Itália). Para estudo da utilização da mistura concentrada e diluída dos ácidos mencionados utilizou-se a estratégia de coordenadas polares para transformação dos componentes da mistura (HNO₃/H₂SO₄/água)

em parâmetros r e θ . Com essa estratégia foi possível avaliar a mistura juntamente com a massa de PET e tempo de rampa, em um mesmo planejamento composto central, usando 28 ensaios. A eficiência da metodologia foi avaliada pelos menores teores de carbono (11,3 mg) e acidez (2,6 mol L⁻¹) obtidos. A condição de digestão definida como sendo a mais eficiente foi usando 100 mg de PET, 40 min de rampa, $r=60\%$ e $\theta=1,25$, que corresponde a uma mistura de 40% de água, 54% de HNO₃ e 6% de H₂SO₄ concentrados. A digestão de 11 amostras de resinas de PET ($n=3$) e as análises foram feitas em um ICP OES (Perkin Elmer, Optima 7000 DV) para determinação dos analitos. Na **Tabela 1** são apresentados os resultados.

Tabela 1. Limite de detecção (LD) e faixa ($\mu\text{g g}^{-1}$) dos analitos determinados nas resinas analisadas.

Analito (nm)	LD ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Faixa
Mg 285,213	0,39	<LD – 16,4
P 213,617	1,1	<LD – 34,1

Conclusões

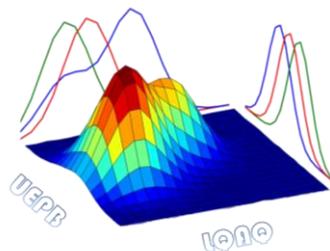
A metodologia de otimização proposta mostrou-se satisfatória para definir a condição de digestão ácida, que possibilitou analisar estas resinas de PET dispensando o pré-tratamento de redução da granulometria.

Agradecimentos

CNPq, FACEPE (APQ-05571.06/15), CENAPESQ

¹ MANO, E. B.; MENDES, L. C. Introdução a polímeros. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher LTDA, 2004, 3335.

² MORRIS, V.; HUGHES, J.; MARRIOTT, P. Journal of Chromatography A, v. 1008, n. 1, p. 43–56, 2003.



Delimitação *simplex-centroid* na otimização de microextração sólido-líquido para determinação de compostos orgânicos sulfurados em sedimentos marinhos

Pedro Victor Bomfim Bahia^{1,2} (PG)*, Madson Moreira Nascimento^{1,2} (PG), Ricardo da Silva Duarte^{1,2} (IC), Maria Elisabete Machado^{1,2} (PQ) *pedrovictorbahia@hotmail.com

¹ Departamento de Química Analítica, Programa de Pós-Graduação em Química, UFBA. ² Centro Interdisciplinar de Energia e Ambiente - CIEnAm, UFBA.

Palavras Chave: compostos sulfurados, otimização, sedimento

Introdução

Compostos orgânicos sulfurados denominados heterociclos sulfurados aromáticos policíclicos (PASH) consistem em benzotiofenos (BT) e dibenzotiofenos (DBT) alquilados. Os PASH podem ser acumulados no sedimento em locais sob influência antrópica^{1,2}, representando risco de contaminação para a biota^{3,4}. A determinação desses compostos é uma tarefa desafiadora devido à baixa concentração e complexidade da matriz. Logo, há a necessidade da aplicação de etapas de preparo de amostras a fim de isolar os PASH da matriz e então realizar a análise por GC-MS. Santos et al.⁵ desenvolveram um método de microextração sólido-líquido (MSL) para HPA, oxi- e nitro-HPA e excelentes resultados foram obtidos. Entretanto, os PASH não foram avaliados. O objetivo deste estudo foi otimizar a MSL utilizando planejamento de misturas *simplex-centroid* para determinação de PASH em sedimentos. O método otimizado foi aplicado em 8 amostras coletadas em pontos sob influência antrópica na Baía de Todos os Santos (BTS): Complexo Industrial de Aratu (CIA) e Refinaria Landulpho Alves (RLAM). Análise de Componentes Principais (PCA) foi aplicada para interpretar os dados obtidos.

Resultados e Discussão

Planejamento *Simplex-centroid*:

Padrões BT, 3-metilbenzotiofeno (3-MBT), 4-metildibenzotiofeno (4-MDBT), 4,6-dimetildibenzotiofeno (4,6-DMDBT) e benzo[b]nafto[2,1-d]tiofeno (BNT[2,1-d]) foram usados para o planejamento de misturas a fim de otimizar o solvente de extração. As demais condições da MSL foram mantidas⁵. Os solventes mais usados na literatura para

extração de PASH foram testados: diclorometano (DCM), acetonitrila (ACN) e metanol (MeOH). No total, foram realizados 13 experimentos, variando a composição de cada um no sistema, conforme Tabela 1.

Tabela 1. Condições do planejamento *Simplex-Centroid* para seleção do solvente de extração.

Exp.	ACN	MeOH	DCM	RM
1	1	0	0	11.7268
2	0	1	0	9.7746
3	0	0	1	16.8591
4	0	0.5	0.5	21.4788
5	0.5	0	0.5	19.5841
6	0.5	0.5	0	12.4737
7	0.66	0.17	0.17	16.9709
8	0.17	0.66	0.17	14.6877
9	0.17	0.17	0.66	18.4202
10	0.333	0.333	0.333	19.6056
11	0.333	0.333	0.333	20.5977
12	0.333	0.333	0.333	18.9330
13	0.333	0.333	0.333	17.8713

Pelo do gráfico de contorno (Fig. 1a), é possível observar que a resposta máxima obtida foi para DCM:MeOH. Já a melhor proporção, conforme gráfico de estimativas de resposta (Fig. 1b), foi DCM:MeOH 65:35 (v:v).

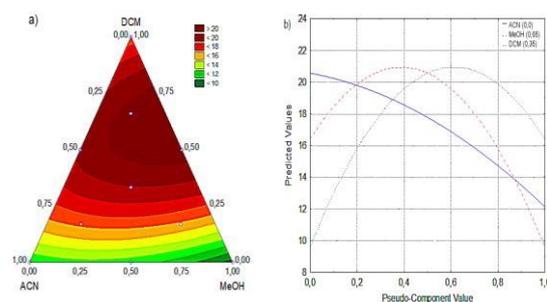
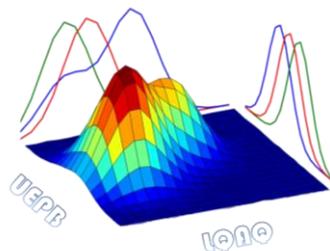


Figura 1. Gráfico de contorno para a otimização das proporções de solventes (a). Gráfico das estimativas de resposta (b).



Aplicação do método otimizado

A partir da otimização do método com os padrões, ele foi utilizado nas 8 amostras de diferentes profundidades: CIA (CI4.01: 0,5cm; CI4.03: 2,5cm; CI4.19: 21,75 cm; CI4.55: 93cm) e RLAM (CI5.01: 0,5cm; CI5.03: 2,5cm; CI5.22: 22,25cm; CI5.64: 104cm). Os extratos foram quantificados por GC-MS-SIM. A partir da quantificação dos PASH de interesse, empregou-se a PCA. Os resultados podem ser visualizados na Figura 2.

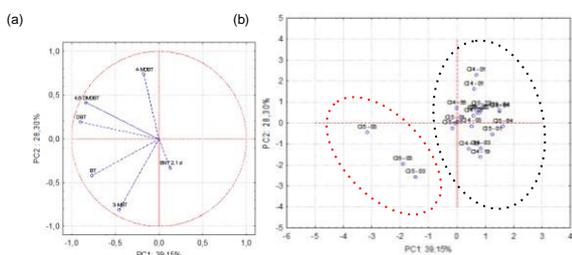


Figura 2. Gráficos PCA: gráfico de pesos (a) e gráfico de scores (b).

Nos gráficos da PCA (Fig. 2a) pode-se visualizar que as duas primeiras componentes principais acumularam 67,45% da variância total dos dados. Em comparação com o gráfico de pesos, Fig. 2b, observa-se que há uma discriminação das triplicatas da amostra

CI5.03, que corresponde a sedimentos mais superficiais da RLAM, em função da concentração de BT e 3-MBT em cada uma delas, diferente do segundo grupo, que é formado pela maioria das amostras.

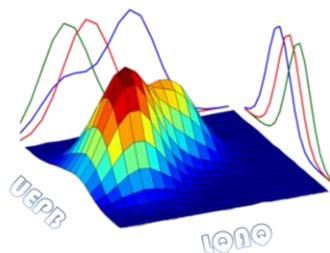
Conclusões

O planejamento *Simplex-Centroid* permitiu a seleção de solventes adequados para a extração dos PASH, minimizando o número de experimentos. A análise multivariada possibilitou interpretar o comportamento dos compostos, sendo a CI5.03, referente a sedimentos mais superficiais da RLAM, influenciada pelas altas concentrações de BT e 3-MBT.

Agradecimentos

CNPq, Chamada Pública MCTIC/CNPq nº 21/2017. CIEnAm. Instituto Kirmurê.

- ¹ G.P. Yang, X.L. Liu, J.W. Zhang. Environ. Pollut. (1998).
- ² J.M. Neff, et al. Environ. Assess. Manag. (2005).
- ³ G.P. Yang, Z. Bin Zhang, J. Colloid Interface Sci. (1997).
- ⁴ C. González-Piñuela, et al. J. Chromatogr. A. (2006).
- ⁵ A.G. Santos, et al. J. Chromatogr. A. (2016).



Desenvolvimento de estratégias analíticas para a determinação de macro, micronutrientes, cafeína e epicatequina em bebidas à base de guaraná

Vinnicius H. C. da Silva*¹(PG), André Luiz S. S. Junior (PG)¹, Ivon P. Lôbo (PQ)¹, Erick G. P. da Silva (PQ), Marcos A. Bezerra (PQ)², Allison Gonçalves (PQ)³, Raildo M. de Jesus (PQ)¹

¹Universidade Estadual de Santa Cruz, Departamento de Ciências Exatas e Tecnológicas, Programa de Pós-Graduação em Química, 45.662-900, Ilhéus-BA. ²Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB), Departamento de Ciências Tecnológicas (DCT), 45205-490, Jéquié-BA. ³Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia, 45810-000, Porto Seguro-BA. *vinnishenrique@gmail.com

Palavras Chave: Planejamento de Misturas, PCA, Macro e Micronutrientes, Cafeína e Epicatequina.

Introdução

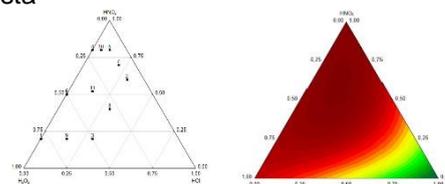
Cerca de 70% da produção de guaraná no Brasil é destinada a indústria de bebidas, sendo as bebidas gaseificadas à base de guaraná uma das mais populares do Brasil¹. Esse trabalho teve como objetivo desenvolver um procedimento de digestão ácida de bebidas industrializadas a base de guaraná, empregando um planejamento experimental para avaliação da melhor proporção de componentes presentes na etapa de digestão visando a determinação de macro e micronutrientes. Cafeína e epicatequina também foram analisadas nas bebidas por HPLC – DAD. Foi realizada uma análise exploratória com as concentrações de macro e micronutrientes, cafeína e epicatequina presente nessas bebidas.

Resultados e Discussão

Neste trabalho foi aplicado um planejamento de misturas com restrições, onde as variáveis foram o volume (mL) de HNO₃, H₂O₂ e HCl, restrições mínimas de 0,50 mL, 0,00 mL e 1,00 mL e máximas de 4,00 mL, 1,50 mL e 4,00 mL foram definidas para H₂O₂, HCl e HNO₃ respectivamente. Os modelos matemáticos obtidos foram avaliados através da análise de variância ANOVA ($p < 0,05$), sendo o modelo cúbico especial o que melhor descreve o comportamento dos resultados. Para definição do ponto ótimo foi utilizado a desejabilidade global. As melhores condições foram, 2,6; 1,8; 0,6 mL de HNO₃, H₂O₂ e HCl, respectivamente, ficando dentro da região delimitada experimentalmente, como é evidenciado na Figura 1. A metodologia desenvolvida permitiu um digerido final com 0,8 mol L⁻¹ de acidez residual e RCC% <10. O procedimento analítico foi validado empregando as seguintes figuras de mérito: linearidade, LD e LQ, repetibilidade, precisão. A exatidão foi avaliada através da análise do Material de Referência Certificado de Água (1643f da NIST) e ensaios de adição e recuperação. O método desenvolvido

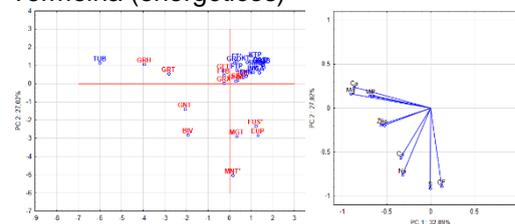
apresentou precisão (RSD%) inferior a 6% para todos os analitos determinados.

Figura 1. Região experimental do planejamento de misturas e superfície de resposta



O procedimento otimizado foi empregado na análise de 28 amostras de bebidas (refrigerantes e energéticos) para a determinação macro e micronutrientes. Conforme é ilustrado na Figura 2, nos gráficos de pesos e escores há uma tendência de separação das amostras de energéticos e refrigerantes, em função de maiores concentrações de macro e micronutrientes e cafeína estarem presentes nos energéticos enquanto nos refrigerantes há maior presença de epicatequina.

Figura 2. Gráfico de pesos e escores, amostras na cor azul (refrigerantes); cor vermelha (energéticos)



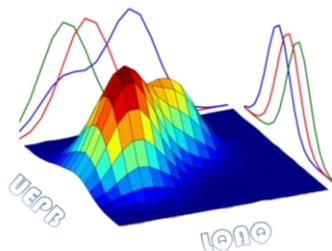
Conclusões

As técnicas de otimização multivariada foram aplicadas com sucesso no desenvolvimento do método, gerando condições satisfatórias para a digestão ácida das amostras e permitindo uma discriminação entre as mesmas através da análise exploratória.

Agradecimentos

FAPESB, CAPES, CNPq, IFBA e UESC.

¹Marques, L.L.M. et al. Brazilian Journal of Pharmacognosy. 2019, 29, p. 77-110.



Desenvolvimento de método colorimétrico por imagem digital para determinação de fenólicos totais em goiaba rosa (*Psidium guajava* L.).

Rafael C. Costa¹ (PG), Jéssica C. Leite¹ (IC), Geovani C. Brandão¹ (PQ), Walter N. L. dos Santos¹ (PQ)* *wlopes@uneb.br*

1 Universidade do Estado da Bahia, Departamento de Ciências Exatas e da Terra, Grupo de Pesquisa e Desenvolvimento em Química Analítica, 41150-000, Salvador, BA, Brasil.

Palavras Chave: *Otimização multivariada, imagens digitais, fenólicos totais.*

Introdução

O consumo de alimentos vegetais, como as frutas, promove diversos benefícios à saúde humana, em virtude da presença de substâncias bioativas, como por exemplo, os compostos fenólicos, os quais possuem ação antioxidante.¹ Recentemente, o uso de imagem digital tem proporcionado simplicidade, baixo custo e rapidez aos métodos analíticos convencionais.² Nesse contexto, o presente trabalho propõe o desenvolvimento de um método colorimétrico por imagem digital para determinação de compostos fenólicos totais em goiaba rosa (*Psidium guajava* L.), usando o reagente de Folin-Denis. A otimização do sistema digital para aquisição de imagens foi realizada aplicando metodologia multivariada.

Resultados e Discussão

O sistema digital foi constituído por uma caixa de madeira, um porta-cubeta e uma câmera digital HD. As imagens digitais obtidas durante os experimentos foram armazenadas no formato JPEG e estudadas utilizando o modelo de cores RGB. Planejamento fatorial 2^3 foi aplicado para avaliar os fatores envolvidos na aquisição das imagens: distância entre a câmera e a cubeta (5,0 a 15 cm), presença de lâmpada LED azul e o volume da caixa (9200 a 15180 cm³). Os dados obtidos no canal vermelho foram utilizados como resposta quimiométrica. A partir do gráfico de Pareto (Figura 1), foi observado que a presença da lâmpada LED azul apresentou um efeito significativo negativo. Dessa forma, um planejamento Doehlert foi aplicado para obter as condições ótimas: 8,0 cm de distância entre

a câmera e a cubeta e volume da caixa de 11165 cm (Figura 2).

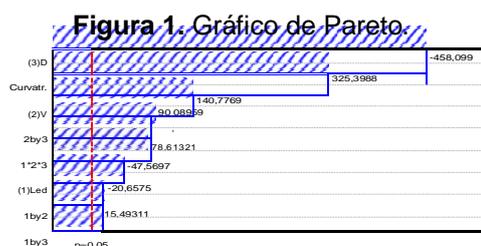
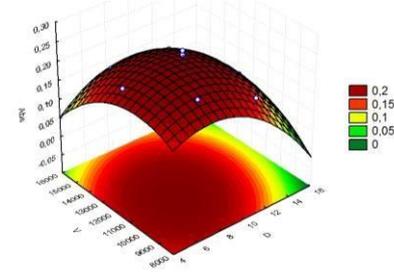


Figura 2. Superfície de resposta.



Conclusões

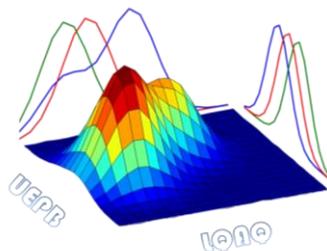
O uso de metodologia multivariada foi eficiente para estabelecer as condições ótimas do método colorimétrico por imagem digital para determinação de fenólicos totais em goiaba rosa, usando o reagente de Folin-Denis.

Agradecimentos

CAPES, Fapesb e CNPq.

¹ dos Santos, W. N. L.; Sauthier, M. C. S.; dos Santos, A. M. P.; Santana, D. A.; Azevedo, R. S. A. e Caldas, J. C. *Microchem. J.* **2017**, *133*, 583.

² Porto, I. S. A.; Neto, J. H. S.; dos Santo, L. O.; Gomes, A. A. e Ferreira, S. L. C. *Microchem. J.* **2019**, *149*, 104031.



Desenvolvimento de métodos para análise de bioativos fenólicos em amostras de hibisco

Miguel Oliveira Silva Santos (IC)^{1*}, Débora de Andrade Santana (PQ)¹.
oliveira.miguel1995@gmail.com

1- Universidade do Estado da Bahia (UNEB), Departamento de Ciências Exatas e da Terra – Colegiado de Química, Rua Silveira Martins, 2555, Salvador, BA).

Palavras Chave: *Hibisco*, *bioativos*, *extração*.

Introdução

O consumo do Hibisco (*Hibiscus sabdariffa* L.) é regulamentado pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa)¹, e considera que as flores do hibisco podem ser consumidas como chá, preparadas por meio de infusão ou decocção. Muitos estudos relatam a presença dos compostos bioativos, porém eles são realizados, em sua maioria, através de preparo de extratos alcoólicos, não considerando a forma de consumo². Dessa forma, este trabalho objetivou desenvolver métodos de extração de bioativos fenólicos (fenólicos e flavonoides totais) usando solvente verde (água) em amostras de hibisco.

Resultados e Discussão

Para a investigação das variáveis do processo de extração, empregou-se um planejamento fatorial completo 2⁴, descrito abaixo:

Tabela 1: Níveis estudados no planejamento 2⁴

Variável	-1	0	+1
Tempo (min)	10	25	40
Temperatura (°C)	50	75	100
Agitação	sem		com
Relação massa/volume (g mL ⁻¹)	0,1	0,3	0,5

Para tal, foi realizado 22 experimentos, sendo estes 6 do ponto central para verificar os erros experimentais. A determinação dos fenólicos e flavonoides totais foram feitas pelos métodos espectrofotométricos utilizando o reagente de Folin Ciocautau, e complexação com cloreto de alumínio (AlCl₃)³, respectivamente. Nas figuras 1 e 2 pode-se perceber que para os dois ensaios a relação massa/volume influenciou a extração e que a variável qualitativa agitação foi significativa apenas para fenólicos totais.

Além disso, realizou-se ensaios de validação empregando 0,5 g mL⁻¹ e aquecimento a 100 °C por 10 min sem agitação, tendo como

padrões quercetina e ácido gálico para os flavonoides e fenólicos, respectivamente, no qual teve seus valores representados na tabela 2.

Figura 1: Gráfico de Pareto para os fenólicos totais.

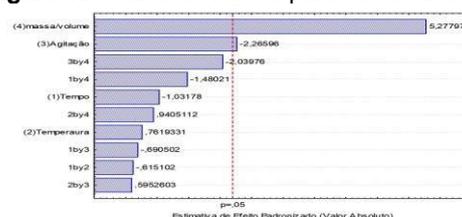


Figura 2: Gráfico de Pareto para os flavonoides totais

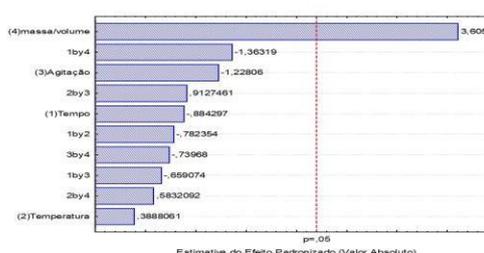


Tabela 2: Parâmetros de validação dos métodos

Métodos	r	LD (mg L ⁻¹)	LQ (mg L ⁻¹)
Fenólicos	0,9942	18,17	26,99
Flavonoides	0,9976	11,70	17,30

Conclusões

O planejamento fatorial foi uma ferramenta útil no desenvolvimento dos métodos propostos necessitando de complementação com técnica para identificação dos compostos bioativos.

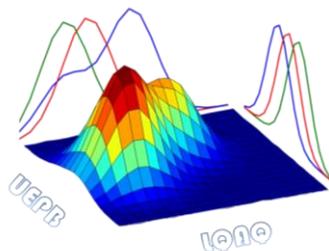
Agradecimentos

CNPq e FAPESB

¹Brasil. Ministério da Saúde. Portaria nº 519, de 26 de junho de 1998.

²BRAIBANTE, M. E. F. et al. A. Quim. Nova, v. 36, n. 3, p. 168–175, 2014.

³DOWD L. E. Spectrophotometric determination of quercetin, Analytical Chemistry, v. 31, n. 7, p.1184-1187. 1959.



Determinação de sacarina em chás *diet* utilizando polímero molecularmente impresso (MIP): otimização da extração em fase sólida (SPE).

Camila Santos Dourado (PQ)^{1*}, Izabella Fernanda F. Domingues (PG)¹, Fabiana Casarin (PQ)¹, Jez Willian B. Braga (PQ)¹, Ana Cristi Basile Dias (PQ)¹. camila.dourado1@gmail.com

¹Universidade de Brasília, Instituto de Química, Brasília, DF, Brasil, CEP: 70910-900

Palavras Chave: Sacarina, Polímero Molecularmente Impresso, Extração em Fase Sólida, Planejamento Fatorial

Introdução

Estudos recentes têm demonstrado efeitos nocivos à saúde advindos do consumo prolongado de adoçantes sintéticos (AS). Dentre os AS, a sacarina (SAC) é um dos mais usados. Assim, a ANVISA tem estabelecido limites mais rígidos para adição da SAC em bebidas, a qual preconiza limite máximo de 0,15 g/L de SAC em bebidas *diet*, o que torna necessária uma extração eficiente e seletiva. Neste sentido, este trabalho tem como objetivo otimizar um método de MISPE para extração de SAC em chás *diet*, por meio da aplicação de planejamento fatorial 2³, de modo a aumentar a seletividade e sensibilidade de detecção.

Resultados e Discussão

Estabeleceu-se os seguintes fatores nos níveis (-1 e +1) para a otimização da MISPE: **(1)** ordem de percolação da solução condicionante (1mL): metanol (MeOH)/HCl 3,0 mol/L e HCl 3,0 mol/L/MeOH; **(2)** 100 e 200 mg de MIP e **(3)** solvente de eluição (3 mL): tampão hidrogenocarbonato pH 9 e MeOH pH 9. A resposta do planejamento foi dada em concentração da SAC recuperada após o procedimento de MISPE. Os experimentos (n=3) foram aleatorizados e com a [SAC] média recuperada foram calculados os efeitos de primeira (1, 2 e 3), de segunda (12, 13 e 23) e terceira ordem (123) e a significância estatística foi determinada para um nível de confiança (t, 95%). Observou-se que o fator **(2)** no nível superior (200 mg de MIP) e sua combinação fator **(3)** no nível superior (metanol pH 9) foram significativos de modo a obter maiores recuperações da SAC (80 – 109

%). O efeito **(1)** se mostrou inerte para o nível de confiança adotado e por condições químicas do material estabeleceu-se o nível inferior no método. Aplicou-se o método para determinação da SAC em três amostras de chá *diet* comercial: (A) chá verde e (B) chá branco líquidos e (C) chá vermelho em pó solúvel e as concentrações obtidas estão listadas na Tabela 1.

Tabela 1. Recuperação da SAC em amostras de chá *diet* por MISPE-HPLC-UV

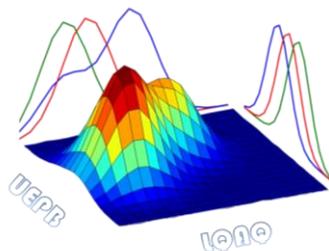
Amostra	[SAC] mg/L	Recuperação (%)
(A)	40	85,46 ± 4,26
(B)	35	80,22 ± 4,96
(C)	31	86,27 ± 1,97

Conclusões

O método final possibilitou recuperações satisfatórias para a SAC e redução do efeito matriz, com fator de pré-concentração de 3 x. Houve redução de 240 x da faixa linear de trabalho considerando o método convencional¹ e LOD de 10 µg/L que corrobora o sucesso do planejamento fatorial para otimização das etapas da MISPE na obtenção de um método mais sensível e seletivo para a detecção da SAC em bebidas.

Agradecimentos

UnB-IQ; CAPES, FAP-DF.
¹MAPA. Quantificação de edulcorantes (sacarina, ciclamato, aspartame e acesulfame) em bebidas por CLAE. Disponível: <www.agricultura.gov.br>.



Efeito do Tamanho de Partícula e Concentração de Infusão na Ação Antifúngica *in vitro* da *Schinopsis brasiliensis* Usando Planejamento Composto Central

Jocimar da S. Santos (PG)^{1*}, Paloma Nascimento Lima (IC)², Ana Claudia Dantas de Medeiros²

*jocimarsantos08@gmail.com

¹ Departamento de Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), CEP 50740-521, Recife, PE, Brasil.

² Departamento de Farmácia, Universidade Estadual da Paraíba (UEPB), CEP 58051-900, Campina Grande, PB, Brasil.

Palavras-chave: Composto Central, *Schinopsis brasiliensis*, Granulometria.

Introdução

As folhas de *Schinopsis brasiliensis* possuem atividade antifúngica frente microrganismos que causam infecção urinária, no entanto o processo de extração de substâncias ativas possuem variações quanto o tamanho de partícula do material vegetal e a concentração de extração, podendo ser otimizados para tornar a atividade biológica mais potente.¹ Portanto, o objetivo deste trabalho foi aplicar o planejamento experimental composto central e obter o perfil de tamanho de partícula e concentração do extrato de *S. brasiliensis* mais eficaz frente cepas de *C. albicans*.

Resultados e Discussão

As variáveis independentes foram tamanho de partícula (TP) e concentração da infusão (CI). A variável dependente foi a concentração inibitória mínima (CIM). Desta forma, foram realizados 10 ensaios, de forma aleatória, com 4 pontos fatoriais (2²), 4 pontos axiais e 2 repetições no ponto central.

Análise de variância: para a cepa *C. albicans* (ATCC 11006) o TP linear foi significativo (p-valor = 0,0215), já para cepa *C. albicans* (ATCC 90028) o TP linear (p-valor = 0,0153) e quadrático (p-valor = 0,0366) foram significativos. A variável CI não foi significativa.

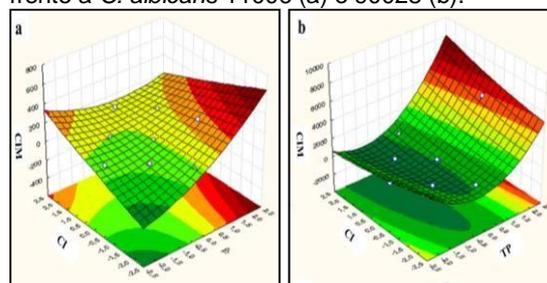
Análise de Regressão: Foram obtidas as equações 1 e 2 para as cepas ATCC 11006 e ATCC 90028, respectivamente.

(1) $CIM = 104,78 + 71,5TP$

(2) $CIM = -9,42 + 940,75TP + 607,8TP^2$

Análise dos Efeitos: as superfícies de respostas mostram a relação do TP com a CIM, além de mostrar a não significância da concentração de infusão, na faixa estudada, para CIM frente cepas de *C. albicans*.

Figura 1: Superfície de resposta da *S. brasiliensis* frente a *C. albicans* 11006 (a) e 90028 (b).



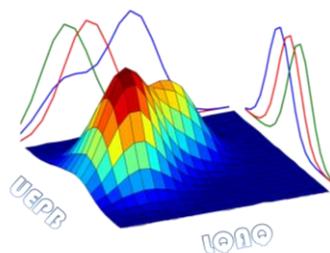
Conclusões

A diminuição do TP favorece menores CIM, indicando que as menores partículas otimizam o extrato da *S. brasiliensis* frente cepas de *C. albicans*. Em relação a CI, não foi significativa, sendo observada também na superfície de resposta. Portanto, o grau de trituração da matéria prima vegetal é uma variável a ser intimamente controlada no processo de fabricação de medicamentos a partir desta espécie vegetal.

Agradecimentos

Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

¹ Ma, M. M. e Mu, T. H. Effects of extraction methods and particle size distribution on the structural, physicochemical, and functional properties of dietary fiber from deoiled cumin. *Food Chemistry*. 2016, 194, 237-246.



Emprego de matriz Doehlert na otimização de método para decomposição ácida aplicado a amostras de farinha de semente de abóbora

Ravena Souza de Almeida Azevedo^a (PG), João Honorato Santos Neto^a (PG), Liz Oliveira dos Santos^{ab} (PQ), Ana Maria Pinto dos Santos^{a*} (PQ). amps@ufba.br

^aUniversidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Campus Ondina, 41170-115, Salvador, Bahia, Brasil.

^bUniversidade Federal do Recôncavo da Bahia, Centro de Ciência e Tecnologia em Energia e Sustentabilidade, 44042-280, Feira de Santana, Bahia, Brasil.

Palavras Chave: Doehlert, quimiometria, digestão

Introdução

A análise química de matrizes complexas e oleaginosas comumente implica na utilização de métodos de decomposição orgânica que empregam altas quantidades de reagentes oxidantes. Neste sentido, cresce o interesse por estudos com reduzida produção de resíduos, e que assegurem a eficiência da otimização da decomposição da matriz. Desta forma, este trabalho propõe uma otimização multivariada utilizando a matriz Doehlert para avaliar os fatores volumes de HNO_3 e H_2O_2 , sobre a decomposição ácida de farinha de semente de abóbora.

Resultados e Discussão

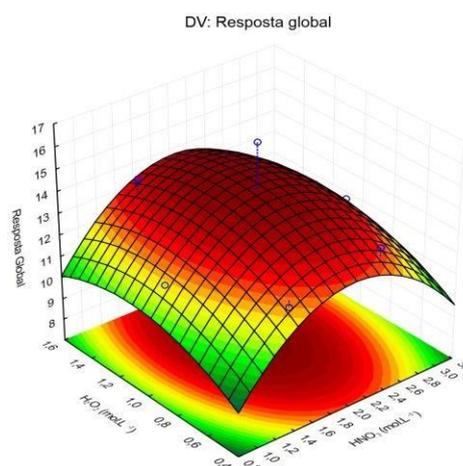
A escolha dos níveis estudados volumes de HNO_3 e H_2O_2 foi embasada por um trabalho anterior do grupo de pesquisa, no qual foi realizado um planejamento fatorial completo. A tabela 1 apresenta a matriz Doehlert e suas respostas, após aplicado o cálculo de Resposta global¹, para representar o conjunto de dados formado pela quantificação de 14 elementos, empregando a técnica de ICP-MS.

Tabela 1. Matriz Doehlert com valores codificados.

Exp.	HNO_3	H_2O_2	RG*
1	0	0	16,586
2	1	0	12,431
3	0,5	0,866	13,034
4	-1	0	11,841
5	-0,5	-0,866	12,098
6	0,5	-0,866	13,025
7	-0,5	0,866	13,830
8	0	0	14,184
9	0	0	12,860
10	0	0	14,293

*RG – Resposta Múltipla Geral

Figura 1. Superfície de resposta obtida a partir da matriz Doehlert, e resposta global.



O modelo obtido não apresentou falta de ajuste para o domínio experimental estudado. A partir da superfície de resposta, a maior disponibilidade dos analitos ocorre na região do ponto central.

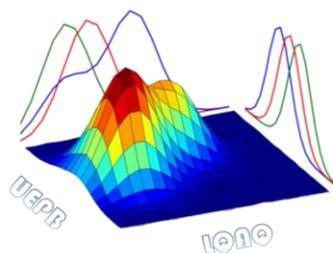
Conclusões

A avaliação da efetividade da digestão ácida a partir da Matriz Doehlert se mostrou eficiente com o emprego da Resposta Múltipla Geral.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, PRONEX/FAPESB e GRPQQ.

¹ L.A. Portugal, H.S. Ferreira, W.N.L. dos Santos, S.L.C. Ferreira, Simultaneous pre-concentration procedure for the determination of cadmium and lead in drinking water employing sequential multi-element flame atomic absorption spectrometry, *Microchemical Journal*, 87 2007 77-80.



Estudo da extração de sacarina em fase sólida molecularmente impressa por planejamento fatorial

Camila Santos Dourado (PQ)^a, Fabiana Casarin (PQ)^{*a}, Luisa Barreiros (PQ)^b, Marcela Alves Segundo (PQ)^b, Ana Cristi Basile Dias (PQ)^a.

^aUniversidade de Brasília, Instituto de Química, Brasília, DF, Brasil, 70910-900.

^bREQUIMTE, LAQV, Univ. Porto, Fac. Farmácia, R Jorge Viterbo Ferreira, 228, Porto, Portugal, 4050-313

*e-mail: fabianacasarin2@gmail.com.br

Palavras Chave: Sacarina, MIP, planejamento fatorial.

Introdução

A extração em fase sólida (SPE) é um procedimento de separação comumente empregado no preparo de amostras ambientais complexas, como as de águas superficiais¹. Quando do uso de um polímero molecularmente impresso (MIP) na SPE, o aumento da seletividade e da recuperação é expressiva. Todavia, o método MISPE deve ser otimizado com foco na matriz de estudo e nas propriedades do analito. Diante dos fatores intervenientes no processo e das etapas inerentes, o planejamento fatorial possibilita a análise multivariada dos principais fatores para identificação dos efeitos interdependentes. Neste contexto, o presente trabalho consistiu na utilização do planejamento fatorial completo²⁴ para determinar as melhores condições da MISPE para extração e determinação de sacarina (SAC) presente em águas superficiais oriunda de contaminação emergente. O planejamento foi constituído dos seguintes fatores em dois níveis (-1; +1): (1) pH da amostra: 2 e 6 (2) solução de lavagem: H₂O e H₂O/MeOH (9:1) (3) solvente de eluição: MeOH e MeOH 1% NH₄OH e (4) volume do solvente de eluição: 2 e 6 mL. A resposta do planejamento foi dada em concentração de SAC recuperada após o procedimento de MISPE.

Resultados e Discussão

Na etapa de triagem foi observado que o pH da amostra e sua interação binária com o volume de eluente apresentaram-se significativos (Fig. 1) Fixando a água como solvente de lavagem e o MeOH como solvente de eluição, realizou-se o planejamento do tipo 2² com triplicata no ponto central. Observou-se um maior fator de pré-concentração de SAC em pH a níveis inferiores (-1) e que o volume

de eluente se apresenta significativo em toda a região da superfície (Fig. 2). Análise de variância apresentou um F_{cal} superior ao F_{tab} , indicando que a regressão é significativa e que pode ser utilizada para fins de predição das melhores condições estudada.

Figura 1. Gráfico de Pareto para os efeitos (t,95%).

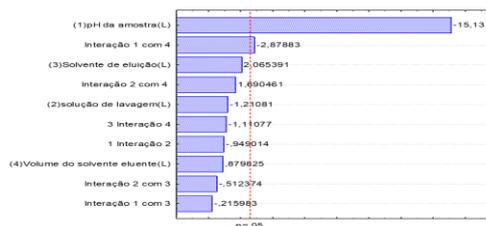
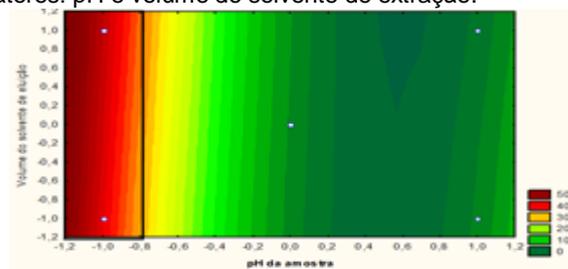


Figura 2. Gráfico de curvas de contorno para os fatores: pH e volume do solvente de extração.



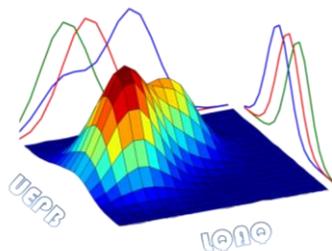
Conclusões

O valor do coeficiente de determinação R^2 foi estimado em 99,96%, indicando que um modelo quadrático representa bem a relação entre os efeitos e a resposta. O valor de F_{cal} foi cerca de 90 vezes superior ao F_{tab} . A falta de ajuste não teve significância, ao nível de 95%, no modelo proposto. Sendo assim as condições para a aplicação da MISPE foram definidas utilizando pH 2 e um volume de 2 mL de MeOH como eluente.

Agradecimentos

FAP-DF, IQ-UnB, projeto UIDB/50006/2020 (PT)

¹ Ordóñez EY, Quintana JB, Rodil R, Cela R.. J Chromatogr A. 2012;1256:197–205.



Estudo do processo Fenton na degradação de corante através de um Delineamento Composto Central (DCC).

José M. A. da Silva¹ (IC), Francisco F. Batista² (IC), Hiago A. da Silva³ (IC), Clarice O. Rocha⁴ (PQ), Antonio J. F. Gadelha^{5*} (PQ).

*antonio.gadelha@ifpb.edu.br

1,2,3 - Discente do Curso Superior de Licenciatura em Química do IFPB – Campus Sousa

4 - Docente do Curso Técnico Integrado em Petróleo e Gás do IFPB – Campus Campina Grande

5 - Docente do Curso Superior de Licenciatura em Química do IFPB – Campus Sousa

Palavras Chave: Planejamento fatorial, processo Fenton, corantes.

Introdução

As maiores preocupações relacionadas ao descarte inadequado de efluentes coloridos são a elevada carga de matéria orgânica, a toxicidade desses produtos, além de conferir cor aos corpos hídricos, o que pode gerar um forte desequilíbrio da fauna aquática em função da redução da fotossíntese, ocasionada pela obstrução da passagem da luz solar. Neste sentido, o desenvolvimento e estudo de Processos Oxidativos Avançados (POA's) tem se apresentado como uma forma de tratamento promissor desses efluentes. Entre os POA's está o processo fenton, que consiste em mineralizar os contaminantes orgânicos através da ação do radical hidroxila, que é gerado no seio da solução pela reação entre o peróxido de hidrogênio (H₂O₂) e os íons Fe²⁺:



Para a obtenção dos resultados utilizou-se os reagentes peróxido de hidrogênio PA (Marca Neon) e sulfato de ferro heptahidratado (Marca Dinamica) como fonte íons Fe²⁺. Foi preparado um efluente sintético utilizando uma solução de azul de metileno (Marca Dinamica) a 75 mg/L. Em seguida estudou-se o processo fenton através de um planejamento fatorial completo 2³ com 3 repetições no ponto central, conforme descrito por Rodrigues e lemma (2014), em que foram avaliadas as variáveis [H₂O₂], [Fe²⁺] e pH, conforme apresentado na Tabela 1. Os experimentos foram conduzidos em ordem aleatória, sob agitação constante

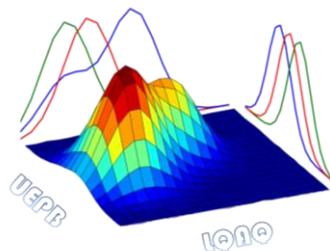
por 5 minutos à 25°C, utilizando 150 mL do efluente sintético. O pH foi ajustado utilizando ácido sulfúrico e hidróxido de sódio diluídos. A variável resposta utilizada para avaliar a eficiência do processo de degradação do corante foi o percentual de Remoção (%Rem) calculado pela Equação 1. A concentração de azul de metileno residual foi determinada através de espectrofotometria no visível à 665 nm. A análise de variância, o diagrama de Pareto e a superfície de resposta foram obtidos no *software Statistica 10.0*.

$$\% \text{Remoção} = (C_0 - C_t) / C_0 \times 100 \quad (1)$$

Em que C₀ e C_t (mg.L⁻¹) são as concentrações iniciais do corante (t = 0) e no tempo t, respectivamente.

Tabela 1. Fatores e níveis utilizados no planejamento experimental.

Fatores	Níveis		
	-1	0	+1
[H ₂ O ₂] mg/L	250	500	750
[Fe ²⁺] mg/L	5	10	15
pH	3,0	5,0	7,0



Resultados e Discussão

Tabela 2. Resultados obtidos nos ensaios do planejamento experimental.

Ensaio	[H ₂ O ₂]	[Fe ²⁺]	pH	%Remoção
1	-1	-1	-1	98,75
2	+1	-1	-1	98,84
3	-1	+1	-1	99,24
4	-1	-1	+1	97,25
5	+1	+1	-1	99,52
6	-1	+1	+1	97,77
7	+1	-1	+1	96,84
8	+1	+1	+1	97,88
PC	0	0	0	98,48
PC	0	0	0	98,67
PC	0	0	0	98,40

Figura 1. Diagrama de Pareto para o processo estudado.

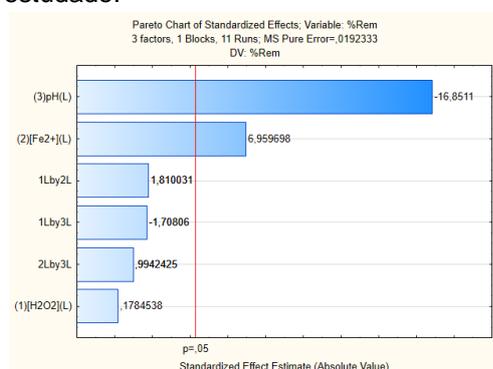
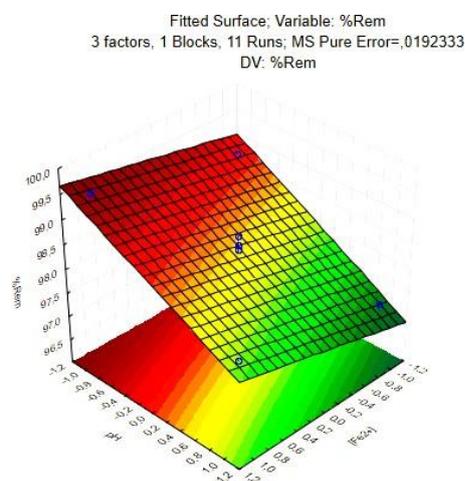


Figura 2. Superfície de Resposta para o processo estudado.



O diagrama de Pareto apresentado na Figura 1 mostra que entre as variáveis estudadas apenas o pH e a concentração de peróxido de hidrogênio apresentaram efeitos significativos na remoção do azul de metileno, o que é corroborado pela ANOVA apresentada na Tabela 3 ($p \leq 0,05$), conforme descrito por Montgomery e Runger (2016). A partir desses dados, foi gerada a superfície de resposta, apresentada na Figura 2, em que se pode verificar que os maiores valores de remoção do corante são obtidos para os níveis máximos de [Fe²⁺] e níveis mínimos par o pH. O modelo matemático que descreve o processo é:

$$\%Rem = 98,33 + 0,34*[Fe^{2+}] - 0,83*pH$$

Tabela 3. ANOVA para %Rem. $R^2 = 0,9711$.

Fator	SS	df	MS	F	p
[H ₂ O ₂]	0,0006	1	0,0006	0,0318	0,8748
[Fe ²⁺]	0,9316	1	0,9316	48,4374	0,0200
pH	5,4615	1	5,4615	283,961	0,0035
1 by 2	0,0630	1	0,0630	3,2762	0,2120
1 by 3	0,0561	1	0,0561	2,9175	0,2297
2 by 3	0,0190	1	0,0190	0,9885	0,4249
Lack Fit	0,1559	2	0,0779	4,0541	0,1979
Pure Err	0,0385	2	0,0192		
Total SS	6,7263	10			

Conclusões

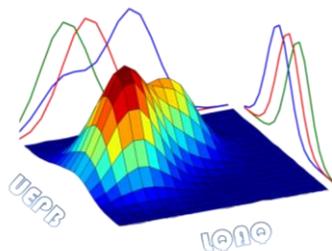
Verificou-se que a eficiência da degradação de um corante através do processo fenton é fortemente afetada pelo pH da solução e pela concentração de íons Fe²⁺, conforme foi mostrado pela análise de variância. Já a concentração de peróxido de hidrogênio não influencia de forma significativa o rendimento do processo na faixa de valores estudada, bem como as interações entre os fatores.

Agradecimentos

À Coordenação de Licenciatura em Química do IFPB – Campus Sousa.

Rodrigues, M. I.; Iemma, A. F. Planejamento de Experimentos e Otimização de Processos. Casa do Pão Editora (3ª. Edição), 2014.

Montgomery, D. C; Runger, G. C. Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros. Rio de Janeiro: LTC Editora, (6ª Edição), 2016.



Estudo Quantitativo das Condições Experimentais Sobre a Energia de Ativação de Reações E2 Modeladas Computacionalmente

Jhony R. Alves^{1*} (IC), Kaio H. O. Romão¹ (IC), Higo de Lima B. Cavalcanti (PQ)¹, Adamastor R. Tôres (PQ)¹

¹Departamento de Educação Superior, Instituto Federal da Paraíba, Sousa, PB, Brasil.

*e-mail: jhonyribeiro-17@hotmail.com

Palavras Chave: Planejamento Fatorial, Energia de Ativação, Reação E2.

Introdução

Estudos em química teórica abordando reações E2 são interessantes devido a fatores como possibilidade de ocorrer em fase gasosa e apresentar mecanismo de uma única etapa^[1]. No presente estudo, um planejamento fatorial^[2] é empregado com o objetivo de investigar os fatores que afetam a energia de ativação em reações do tipo E2 envolvendo como substrato (R) os haletos orgânicos primário e secundário ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{Y}$ e $\text{CH}_3\text{CH}(\text{Y})\text{CH}_3$), os grupos de saída Y (Cl e Br), e as espécies X (OH^- e OCH_3^-) atuando como bases de Lewis.

Resultados e Discussão

As reações do tipo, $\text{X}^- + \text{RY}$, foram modeladas utilizando-se o pacote computacional Gaussian09 com o método MP2/aug-cc-pVTZ para as otimizações de geometria. A matriz de planejamento foi construída de acordo com os níveis descritos na tabela 1. O planejamento fatorial 2^3 foi empregado para estimar quantitativamente os efeitos principais dos fatores e as possíveis interações entre eles.

Tabela 1. Níveis do planejamento fatorial 2^3

Fatores:	(-)	(+)
(1) Substrato	primário	secundário
(2) Base de Lewis	OH^-	OCH_3^-
(3) Grupo de Saída	Cl	Br

A tabela 2 apresenta os valores calculados para todos os efeitos e suas interações. Os resultados mostram que os fatores principais 1 e 3 são significativos. Considerando o Fator 1, observou-se um aumento médio na ordem de 5,9 kJ/mol na energia de ativação quando o nível do substrato foi de -1 para +1, indicando que o impedimento estérico torna o substrato

secundário menos reativo quando comparado ao substrato primário. A análise do Fator 3 revela uma redução na energia de ativação (aproximadamente 4 kJ/mol) quando o grupo de saída é alterado de Cl para o Br, uma vez que a ligação C-Br é mais longa e mais fraca dado o volume do átomo de Br.

Tabela 2. Efeitos calculados do planejamento fatorial 2^3 para reações E2.

Efeitos Principais:	
1 (Substrato)	5,925
2 (Base de Lewis)	-0,5
3 (Grupo de Saída)	-4,155
Interações de dois fatores	
12	-0,05
13	-0,015
23	0,2
Interação de três fatores	
123	0,63

Conclusões

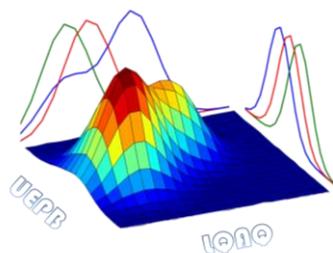
De acordo com a análise do planejamento fatorial, apenas os efeitos principais 1 e 3 foram significativos considerando a natureza dos substituintes estudados. A energia de ativação das reações estudadas através do mecanismo E2 mostraram-se, no presente nível de teoria, menos sensíveis a força da base de Lewis.

Agradecimentos

Agradecemos ao IFPB, UFPB ao CENAPAD-SP.

¹ Bachrach, S.M. Computational organic chemistry, 2^a ed, John Wiley & sons, 2014: New Jersey.

² Neto, B. B.; Scarmínio, I. S.; Bruns, R. E., Como fazer experimentos, 3^a ed., Editora da Unicamp, 2007: Campina.



Éter de petróleo - um solvente não-clorado na extração de fitocanabinoides para o teste colorimétrico com fast blue b

Fabiana Casarin (PQ)^a, Luciano C. Arantes^b (PQ), Ícaro N. Caixêta (IC)^a, Laiz de O. Magalhães (PQ)^a, Jez W. B. Braga (PQ)^a

^aUniversidade de Brasília, Instituto de Química, Brasília, Distrito Federal, Brasil, CEP 70910-900

^bSeção de Perícias e Análises Laboratoriais, Instituto de Criminalística, Polícia Civil do Distrito Federal, Brasília, Distrito Federal, Brasil, CEP 70610-907

*e-mail: fabianacasarin2@gmail.com

Palavras-Chave: fitocanabinóides, otimização, teste colorimétrico.

Introdução

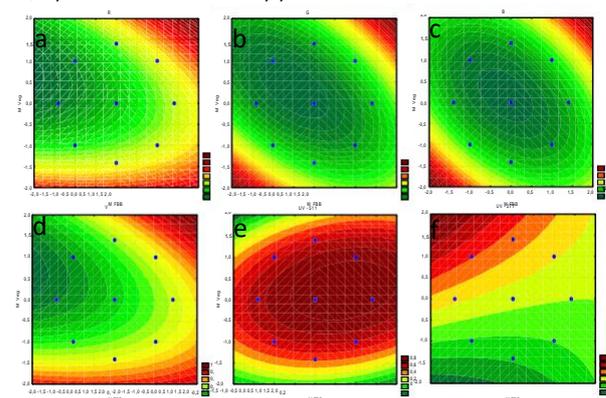
Os trabalhos de Maunder¹ estabeleceram a análise preliminar de vegetais apreendidos suspeitos de conter fitocanabinoides. Desde então, métodos baseados na complexação de fitocanabinoides com sais diazo vem sendo empregados em laboratórios forenses do mundo todo. Entretanto, questionamentos quanto à especificidade da reação, atribuída ao grupo fenólico da estrutura química dos fitocanabinoides presentes na maconha (*Cannabis sativa* L.), muitas vezes colocam em dúvida os resultados obtidos. Entre os vegetais descritos como responsáveis por falsos positivos, o mais recorrente é a noz moscada. Um dos métodos baseado no proposto por Maunder¹ é realizado pela adição de *Fast Blue B* (cloreto de di-*o*-anisidina tetrazolio), um solvente orgânico em pH básico à amostra, sendo observado desenvolvimento de cor na fase orgânica. O presente trabalho teve como objetivo otimizar as quantidades dos reagentes da reação colorimétrica para diminuir a ocorrência de erros tipo I (falso positivo) ou tipo II (falso negativo), e maximizar a detectabilidade e robustez por meio de planejamento experimental e análise de superfície de resposta.

Resultados e Discussão

A triagem inicial avaliou a influência de três fatores sobre valores das respostas: componentes RGB, HSV de fotos dos extratos vegetais e absorção UV-VIS em 277 e 511 nm em amostras de maconha e noz moscada. Os fatores avaliados e níveis iniciais foram: (1) solventes (clorofórmio e éter de petróleo), (2) massa de *Fast Blue B* (2 e 10 mg) e (3) massa do vegetal (5 e 20 mg). A triagem por planejamento fatorial 2³ permitiu observar que o solvente éter de petróleo (faixa de destilação 30-60°C) apresentou maior seletividade quando comparado com o clorofórmio, sendo

escolhido para continuidade do estudo com as variáveis 2 e 3. Em um segundo planejamento (2² com ponto central) se observou melhor a dependência das variáveis para a formação da cor, sendo realizada uma operação evolucionária na direção de maximização do sinal. Na sequência, foi realizado um planejamento composto central com ajuste de uma superfície de resposta para os máximos de absorbância em 277 e 511 nm ($R^2 = 0,9781$ e $0,9763$, respectivamente) e para as componentes R, G, B, H, S e V (com R^2 entre 0,81 à 0,99), indicando que um modelo quadrático representa bem o sistema.

Fig 1. Gráficos de contorno obtido para otimização das variáveis massa de Fast Blue B e de vegetal (maconha) para as respostas de: a) R, b) G, c) B, d) V, e) UV-VIS 511nm e f) UV-VIS 277nm.

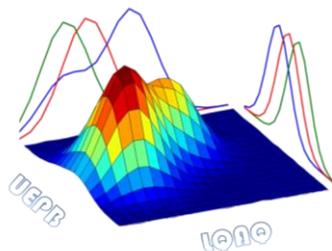


Conclusões

Os modelos ajustados permitiram obter uma condição otimizada para a reação colorimétrica. Análises na condição otimizada para amostras não apresentaram erros tipo I e II utilizando como respostas as componentes RGB, V e a absorção em 511 nm.

Agradecimentos

À Agilent pela colaboração e empréstimo de equipamentos.



Identificação de marcadores voláteis em cafés tradicionais e gourmet utilizando SPME-GC-MS/MS e análise de componentes principais.

wellingtonoliveira1408@gmail.com

Wellington da Silva Oliveira¹(PQ)*, Larissa Celeste Ormenese²(IC), Eduardo Vicente¹(PQ), Aline de Oliveira Garcia¹(PQ).

¹ Instituto de Tecnologia de Alimentos, Centro de Ciência e Qualidade de Alimentos, Avenida Brasil, 2880, Campinas-SP

² Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Rua Josué de Castro, s/n, Campinas-SP

Palavras Chave: PCA, marcadores, otimização.

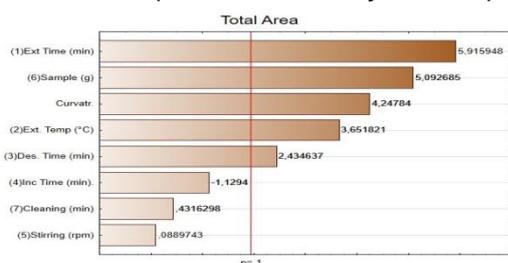
Introdução

A busca por parâmetros químicos que sejam correlacionáveis com a classificação da bebida do café quanto à qualidade sensorial faz-se imprescindível para atender a demanda de análises e fiscalização de cafés comerciais. Em virtude disso, planejamentos experimentais sequenciais (Plackett–Burman e Delineamento Composto Central Rotacional) foram utilizados para otimizar um protocolo de extração e identificação de compostos voláteis de café por SPME-GC-MS/MS. Por fim, a análise de componentes principais (PCA) foi utilizada para identificação de marcadores voláteis de 21 amostras de cafés comerciais classificados como tradicional (n=6), superior (n=6), gourmet (n=6) e não recomendado (n=3)

Resultados e Discussão

· 230 compostos foram tentativamente identificados usando as bibliotecas NIST17, Wiley15 e índice de retenção linear.

· Tempo de extração, quantidade de amostra, temperatura de extração e tempo de



dessorção impactaram na extração dos voláteis do café (figura 1) e foram otimizados.

Figure 1:Parâmetros com impacto significativo ($p < 0.1$) na extração dos voláteis do café.

· Quatro candidatos a marcadores foram identificados nos perfis cromatográficos utilizando PCA

· Furfural e 5-metilfurfural são indicados como marcadores de qualidade do café gourmet (Figura 2).

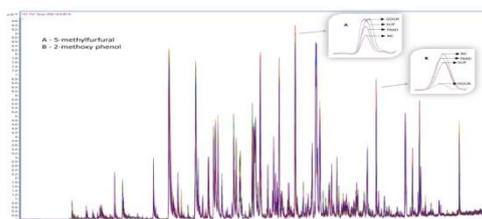


Figure 2:Perfil cromatográfico de cafés (n=63) comerciais.

· 2-Metoxifenol e Furaneol são marcadores de defeito nos cafés tradicionais e não recomendados

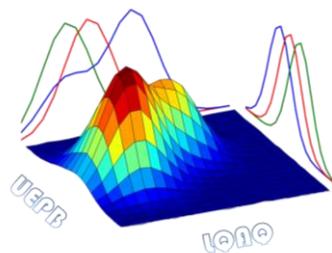
· Não foram identificados marcadores no café superior

Conclusões

O uso de ferramentas de otimização multivariada associado ao PCA pode ser uma alternativa para melhorar a extração de compostos voláteis, bem como a identificação de marcadores de qualidade e defeitos de cafés comerciais. Cafés gourmet e tradicionais podem ser facilmente identificados por essa abordagem.

Agradecimentos

FAPESP (Processo 2020/02728-5) e ITAL



Metodologia da superfície de resposta aplicada para melhoria da síntese de éster de aroma de casca de maçã e citrus (butirato de hexila)

Marta M. O. dos Santos¹ (PG)*, Luiz H. S. de Menezes² (PG), Marise S. de Carvalho² (PG), Márcia S. Gonçalves¹ (PG), Iasnaia M. de C. Tavares¹ (PG), Eduardo V. de B. V. Boas⁵ (PQ), Julieta R. de Oliveira² (PQ), Adriano A. Mendes⁴ (PQ) Marcelo Franco² (PQ). marta.quimica1@gmail.com

¹Departamento de Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB), Itapetinga, Brasil.

²Departamento de Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC), Ilhéus, Brasil.

³Departamento de Química Analítica, Universidade Federal da Bahia (UFBA), Salvador, Brasil.

⁴Instituto de Química, Universidade Federal de Alfenas (UFA), Alfenas, Brasil.

⁵Departamento de Ciência de Alimentos, Universidade Federal de Lavras (UFLA), Lavras, Brasil.

Palavras Chave: *Box-Behnken*, esterificação, biocatalise.

Introdução

O butirato de hexila é um éster de cadeia curta e pertence ao grupo dos compostos aromatizantes chamados de notas verdes, sendo utilizados como sabor e fragrância, aplicados em indústrias alimentares, bebidas e produtos farmacêuticos.

Possui um odor frutado de casca de maçã e citrus^[1]. A obtenção do butirato de hexila pode ocorrer através de esterificação envolvendo álcool e ácido carboxílico catalisada por enzimas.

No presente trabalho, foi utilizado o planejamento Box-Behnken para otimizar a aplicação de um biocatalisador na síntese do butirato de hexila utilizando superfície de resposta.

Resultados e Discussão

A primeira etapa do trabalho consistiu na obtenção do biocatalisador, o qual foi obtido por meio da imobilização da enzima em suporte hidrofóbico e sua caracterização. A enzima utilizada foi a lipase de *Candida rugosa* e o suporte foi o Diaion HP 20. Na etapa de otimização, as variáveis independentes (fatores) analisadas foram temperatura, porcentagem de biocatalisador e razão molar álcool-ácido. A variável dependente (resposta) avaliada foi a porcentagem de conversão do

éster butirato de hexila. Os experimentos foram conduzidos em agitação fixa de 200 rpm e o experimento foi repetido para três tempos diferentes, sendo 60, 180 e 480 minutos.

Os dados obtidos foram analisados com o auxílio do software STATISTICA v.12. A análise do gráfico de Pareto permitiu a seleção de termos estatisticamente significativos a 95% de confiança e os termos não significativos ($p > 0,05$) foram removidos. A análise de variância aprovou o modelo e a superfície de resposta e curva de contorno foram obtidas. Analisando a equação dos modelos e as superfícies de resposta, foram obtidos os pontos de máxima conversão para os três tempos investigados, os quais foram aplicados para confirmação.

A síntese do éster também foi confirmada através do CG-FID, onde foi possível observar a presença de um pico intenso no tempo 5,7 min, característico do éster padrão e confirmando o éster sintetizado.

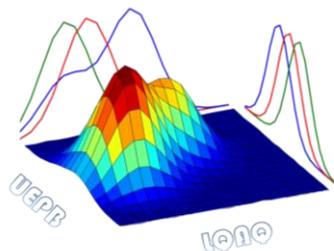
Conclusões

A utilização do planejamento Box-Behnken possibilitou encontrar valores dos três variáveis significativas que levaram a maior taxa de conversão do butirato de hexila para os três tempos investigados. A confirmação da síntese do éster foi comprovada pelo uso do CG-FID.

Agradecimentos

A UESC, CAPES e LaBioCat

¹Chang, S., Shaw, J., & Shieh, C. (2003). Optimization of Enzymatically Prepared Hexyl Butyrate by Lipozyme IM-77, 41(3), 237–24



Metodologia de extração assistida por ultrassom para determinação de macro e micronutrientes em guaraná

Ariaidny Silva Farias¹ (PG), André Luiz S. S. Junior¹ (PG), Vinnícius Henrique C. da Silva¹ (PG), Janclei P. Coutinho¹ (PQ), Ivon P. Lôbo¹ (PQ), Raildo M. de Jesus*¹ (PQ). *rmota@uesc.br

¹Universidade Estadual de Santa Cruz, Departamento de Ciências Exatas e Tecnológicas, Programa de Pós-Graduação em Química, 45.662-900, Ilhéus-BA.

Palavras Chave: Planejamento Experimental, Preparo de amostra, ICP OES

Introdução

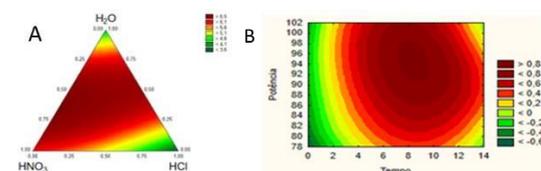
O guaraná (*Paullinia cupana*) é nativo da Amazônia brasileira e tradicionalmente consumido devido suas propriedades estimulantes e energéticas, atribuídas as metilxantinas. No entanto, estudos sobre a presença de minerais são bastante escassos, apesar desses compostos serem de grande importância para a saúde humana¹. Assim, neste trabalho, foi desenvolvida uma metodologia de extração assistida por energia ultrassônica, visando a determinação de Ca, Mg, K, P, S, Fe, Cu e Mn em amostras de guaraná empregando espectrometria de emissão ótica com plasma acoplado indutivamente (ICP OES).

Resultados e Discussão

A otimização desse procedimento foi realizada utilizando um planejamento de mistura e uma matriz de Doehlert, sendo que os modelos matemáticos gerados foram avaliados através de Análise de Variância (ANOVA) ($p < 0,05$), onde não demonstraram falta de ajuste. Para a previsão da melhor condição experimental, fez-se uso do recurso multiresposta de Deringer e Suich, em que os critérios e as respostas avaliadas foram a maximização do sinal analítico dos elementos de interesse. O valor da desejabilidade global para o planejamento de mistura foi de 0,80174 e da matriz de Doehlert foi de 0,82029, mostrando que as condições estabelecidas como desejáveis foram atendidas, as regiões de ótimo para cada otimização são ilustradas na Figura 1. A solução extratora apresentou sua composição ótima, para a extração em 0,300 g de amostra, quando foi utilizada uma mistura constituída por 3,10 mL de HNO₃ (4,5 mol L⁻¹) e 6,90 mL de H₂O. As condições de extração adequadas para a obtenção da máxima resposta foram de: temperatura de 60 °C, tempo de 10 minutos e potência de 100 %. O método otimizado foi

validado considerando as figuras de mérito analítico. A exatidão do método foi verificada por meio de comparação com digestão ácida, ensaios de adição e recuperação e análise de material de referência certificado, NIST 1568b, 1515, 1575a e 3234. A precisão foi avaliada através do RSD %, obtidos na faixa 3 – 9, estando assim, dentro das recomendações das agências reguladoras. Os limites de quantificação (em mg kg⁻¹) foram de 3,75; 0,33; 0,22; 2,71; 1,62; 0,14; 0,83 e 0,01 para Ca, Mg, K, P, S, Fe, Cu e Mn respectivamente.

Figura 1. Gráfico de contorno do planejamento de misturas (A) e Matriz Doehlert (B)



A metodologia desenvolvida foi aplicada em amostras de guaraná do sul da Bahia, para a determinação de macro e micronutrientes. As amostras de guaraná avaliadas apresentaram as seguintes faixas de concentração (em mg kg⁻¹), para os microelementos: Cu (5,1 – 15,8), Mn (6,5 – 26,0) e Fe (13 – 91,3) e para os macroelementos: Mg (515 - 1352), Ca (496 - 1987), K (4225 - 8432), P (804 - 1780) e S (703 - 1474).

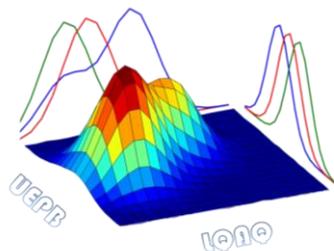
Conclusões

O método proposto atende a um dos princípios da Química verde por reduzir o consumo de reagentes, além de apresentar a eficiência do processo, baixo custo e minimização de tempo.

Agradecimentos

FAPESB, CAPES, CNPq e UESC

¹Bhat, R. et al. Food Analytical Methods. 2010, 3, 181 – 187.



Otimização da extração de flavonoides das folhas de *Punica granatum* utilizando planejamento fatorial.

Ewelyn Cintya Felipe dos Santos^{1,2} (PG)*, Janaína Carla Barbosa Machado^{1,2} (PG), Magda Rhayanny Assunção Ferreira^{1,2} (PQ) e Luiz Alberto Lira Soares^{1,2} (PQ). ewelyn.cintya@ufpe.br

¹ NUDATEF, Laboratório de Farmacognosia, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE. ² Programa de Pós Graduação em Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE.

Palavras Chave: Romã, otimização, flavonoides.

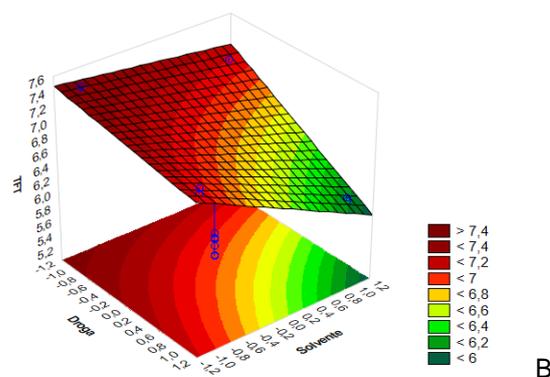
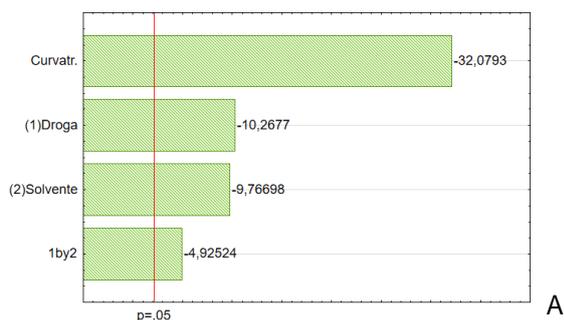
Introdução

Punica granatum, pertencente à família Lythraceae é uma árvore conhecida popularmente como romãzeira que é amplamente utilizada na medicina tradicional. O seu potencial biológico é relacionado, principalmente, a presença de compostos bioativos do grupo dos taninos e flavonoides.¹ Dessa forma, é importante otimizar as condições de extração para maximizar a obtenção destes compostos, para isso, os experimentos fatoriais podem ser empregados, pois permitem a avaliação de dois ou mais fatores sob uma determinada resposta.² Assim, o objetivo deste trabalho foi determinar as melhores condições de extração dos flavonoides das folhas de *P. granatum*, utilizando planejamento fatorial.

Resultados e Discussão

Através do emprego de um fatorial do tipo 2², com ponto central, foi possível avaliar os efeitos da quantidade de droga (0,5, 1,0 e 1,5%, p/v) e o solvente (etanol 40, 60 e 80%), na otimização do teor de flavonoides totais (TFT).

Figura 1. Gráfico de Paretos (A) e Superfície de resposta (B) do TFT.



Fonte: Autoria própria.

O gráfico de Paretos demonstrou que os fatores droga e solvente, bem como sua interação, foram significativamente negativos na resposta, o mesmo foi observado na superfície de resposta, em que a região de maior intensidade de cor ocorreu nos menores níveis dos fatores, revelando maior eficiência de extração nestas condições. Dessa forma, definiu-se 0,5 g de droga e etanol 40% como as melhores condições de extração nesse campo experimental.

Conclusões

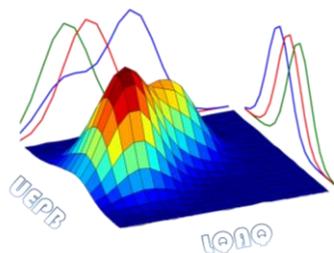
O emprego do planejamento fatorial, permitiu a determinação das condições ótimas de extração de flavonoides das folhas de *P. granatum*.

Agradecimentos

CNPq, CAPES e FACEPE.

¹ Mestry, S. N.; Dhodi, J. B.; Kumbhar, S. B e Juvekar, A. R. *J. Trad. Comp. Med.* **2017**, *7*, 273-280.

² Ferreira, M. R. A.; Sousa, P. A.; Machado, J. C. B e Soares, L. A. L. *Quim. Nova.* **2020**, *43*, 6, 738-743



Otimização da extração de flavonoides totais da folha de *Croton Blanchetianus* Baill. assistida por ultrassom

Hilthon Alves Ramos(IC)*, Naara Felipe da Fonseca(IC), Mariana Gaião Calixto(PG), Vitor Dantas Alves(PG) e Germano Vêras(PQ). *Hilthonalves.uepb@gmail.com.

Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande, PB.

Palavras Chave: *Croton Blanchetianus* Baill., flavonoides e planejamento de experimentos.

Introdução

Croton Blanchetianus Baill. é uma planta encontrada em abundância no Nordeste brasileiro, sendo conhecida popularmente como marmeleiro. Dentre os metabolitos mais relevantes nesta planta estão os flavonoides, por sua atividade anti-inflamatória e antioxidante. O ultrassom possibilita a produção de cavitação, formação de microfluxos em líquidos, aquecimento e ruptura de sólidos, neste caso, potencializando a extração de metabólitos. Assim, o uso do ultrassom pode ser uma alternativa para extração de flavonoides em relação aos métodos tradicionais, como a maceração, que é mais demorado e que consome uma elevada quantidade de solvente. Dessa forma, o objetivo desse trabalho foi otimizar a extração por ultrassom de flavonoides totais nas folhas de *C. Blanchetianus* utilizando por dois planejamentos experimentais e compará-los.

Resultados e Discussão

As variáveis etanol (%), temperatura (°C) e tempo (min) foram otimizadas por meio do planejamento experimental Box-Behnken (BBD) e Composto Central (DCC), sendo flavonoides (%) definida como fator

resposta, Tabela 1. A quantificação foi feita segundo a metodologia descrita por Meda (2005). De acordo com a ANOVA, os modelos calculados mostraram-se capazes de explicar os dados. Os gráficos de pareto estão apresentados na Figura 1. Os fatores etanol, temperatura e interação etanol-temperatura apresentaram efeitos significativos sobre o sistema DCC e apenas o fator etanol mostrou-se significativo sobre o sistema BBD. Ao aplicar o planejamento DCC notou-se que o acréscimo dos dados -1,68 e 1,68 melhoraram significativamente o modelo. Entretanto, o mesmo ainda precisa ser melhorado, pois o sistema ainda não está otimizado. As variáveis otimizadas não foram significativas.

Conclusões

Os resultados evidenciaram que o planejamento DCC apresentou melhor resultado em comparação com o BBD. Dessa forma, faz-se necessário mais experimentos para obtenção de resultados mais significativos.

¹Oraizeiro, Campina Grande: EDUEP, 2007. 1. ed. p. 107-109.

²MEDA, A.; LAMIEN, C.E.; ROMITO, M.; MILLOGO J.; NACOLMA, O.G. Food Chemistry, v. 91, p. 571-577, 2005.

Figura 1. Gráficos de Pareto obtidos a partir da otimização da extração de flavonoides. **A:** BBD. **B:** DCC.

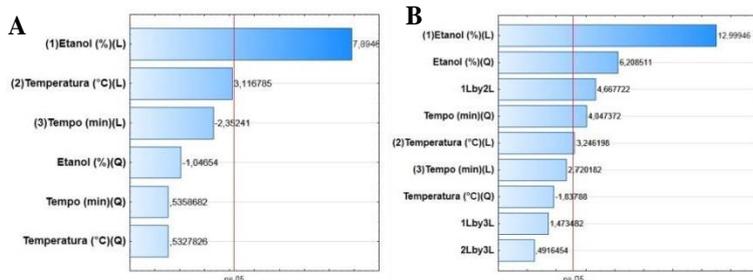
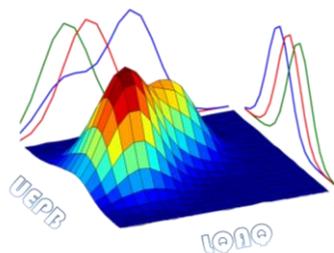


Tabela 1. Fatores e domínio experimental para os planejamentos BBD e DCC.

Fatores	- α	-1	0	+1	+ α
Etanol (%)	30	45	60	75	90
Temperatura (°C)	30	40	50	60	70
Tempo (min)	40	50	60	70	80



Otimização da microextração em fase sólida dispersiva assistida por Ar (AA-D- μ -SPE) para determinação multielementar em amostras água por EDXRF.

Lucas F. M. dos Santos¹ (IC), Marcos L. C. M. dos Reis¹ (IC), Laís de N. Pires¹ (PG)*, Alailson F. Dantas¹ (PQ), Leonardo S. G. Teixeira¹ (PQ), Fábio de S. Dias¹ (PQ). *lai.npires@gmail.com*

¹Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Departamento de Química Analítica, Campus Universitário de Ondina, 40170-115, Salvador, Bahia, Brasil.

Palavras Chave: planejamento Box-Behnken, microextração em fase sólida, fluorescência de raios x.

Introdução

A presença de espécies inorgânicas em águas residuais e no meio ambiente é um dos principais fatores de toxicidade para as espécies vivas. No organismo humano, a presença de alguns metais, em níveis traços, são essenciais¹. No entanto, em concentrações mais altas podem ser prejudiciais à saúde. Assim, torna-se importante monitorar essas espécies¹.

Devido aos baixos níveis de concentração, a determinação direta é dificultada, tornando necessário um pré-tratamento inicial para extração e pré-concentração dos analitos. A AA-D- μ -SPE é baseado na metodologia da SPE, mas utilizando uma pequena quantidade de sólido (> 500 mg) que é disperso em uma solução contendo os analitos com auxílio de bombas para injeção de ar².

No presente trabalho foi utilizado um planejamento Box-Behnken para otimização das condições experimentais da AA-D- μ -SPE utilizando sílica impregnada com 2-(5-Bromo-2-piridylazo)-5-(dietilamino)fenol (Br-PADP) para a determinação de Cd, Co, Cr, Ni e Pb em amostras de água para consumo humano por Espectrometria de Fluorescência de Raios X com Energia Dispersiva (EDXRF).

Resultados e Discussão

No procedimento, 25,0 mL de amostra 100 mg de sílica impregnada com Br-PADAP foram adicionados em tubos de vidro contendo 25,0 mL da amostra e o meio tamponado com tampão amoniacal. O sólido adsorvente foi disperso por injeção de ar e separado do sobrenadante após uma etapa de

centrifugação. Em seguida, o sólido foi analisado diretamente por EDXRF.

O procedimento de otimização foi realizado em duas etapas. Na primeira etapa um planejamento fatorial completo 2³ foi utilizado a fim de realizar uma triagem das variáveis (pH, massa de adsorvente, tempo de dispersão). Após análise do gráfico de Pareto, verificou-se que todas as três variáveis afetam de maneira significativa o sinal analítico. Dessa forma, uma segunda etapa da otimização foi realizada empregando o planejamento Box-Behnken para obter as condições ideais ao procedimento de microextração.

A superfície de resposta apresentou um ponto de sela, tornando-se necessário o uso de inspeção visual para definir as melhores condições experimentais. Assim, as condições experimentais recomendadas foram: pH = 10,0; massa de adsorvente = 100 mg e tempo de agitação com ar = 20 min.

Conclusões

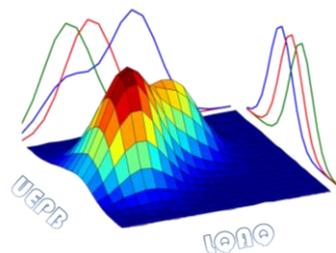
O procedimento é simples, rápido e possibilitou a determinação de Cd, Co, Cr, Ni e Pb em amostras de água para consumo humano por Espectrometria de Fluorescência de Raios X com Energia Dispersiva (EDXRF).

Agradecimentos

UFBA, CAPES, FAPESB e CNPq.

¹Rohanifar, A.; Rodriguez, L. B.; Devasurendra, A. M.; Alipourasiabi, N.; Anderson, J. L. e Kirchhoff, J. R. *Talanta* **2018**, *188*, 570.

²Ghorbani, M.; Aghamohammadhassan, M.; Chamsaz, M.; Akhlaghi, H. e Pedramrad, T. *Trend Anal. Chem.* **2019**, *118*, 793.



Otimização da solubilização alcalina assistida por ultrassom de rações úmidas para animais de estimação e análise por ICP OES

Humberto Alexandre da Silva Neto (PG)^{1*}, Nicole Evelyn de Jesus Santos (IC)¹, Sarah Adriana R. Soares (PQ)², Tarcísio Silva de Almeida (PQ)¹, Rennan Geovanny Oliveira Araujo (PQ)^{1**}
**humberto.qi@hotmail.com.br ou **rgoa01@terra.com.br*

¹Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Departamento de Química Analítica, 40170-115 Salvador, BA, Brasil.

²Universidade Federal da Bahia, Instituto de Geociências, Departamento de Oceanografia, 40170-115 Salvador, BA, Brasil.

Palavras Chave: Ração úmida; hidróxido de tetrametilamônio; matriz Doehlert; ICP OES

Introdução

O volume da produção brasileira de alimentos para animais de estimação é crescente. A ração seca e úmida é a principal fonte de nutrientes para o desenvolvimento e manutenção da saúde animal, porém a estocagem e o processamento industrial podem promover a perda dos nutrientes destes alimentos. Portanto, é fundamental o desenvolvimento de métodos analíticos para avaliar o conteúdo desses produtos. O preparo da amostra é uma etapa crítica dentro da cadeia analítica, comumente são aplicados em matriz de alimentos os procedimentos de digestão ácida. Contudo, o uso da solubilização alcalina com hidróxido de tetrametilamônio (TMAH) é uma alternativa atrativa, pois requer menores quantidades de reagente, como também é menos suscetível a contaminação ou perdas de analito, uma vez que, reduz as etapas de manipulação da amostra. Por outro lado, os planejamentos experimentais simultâneos proporcionam uma redução do número de experimentos, triagem de variáveis e avaliação das interações entre os fatores, etc. Neste contexto, o presente trabalho aplicou a matriz de *Doehlert* para três variáveis na otimização de um procedimento de tratamento alcalino de rações úmidas para cães e gatos assistido por ultrassom, com a finalidade de desenvolver um preparo de amostra rápido e simples empregando a espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES).

Resultados e Discussão

Inicialmente foi aplicado um planejamento fatorial 2³ com a triplicata do ponto central onde foram escolhidas as seguintes variáveis independentes: volume de TMAH (25% v/v) (V_{TMAH}: 300 – 700 µL), tempo de sonicação (TS: 30 – 60 min) e temperatura do banho ultrassônico (Temperatura: 30 – 80 °C). Uma massa de 250 mg de ração úmida para cães, previamente triturada e homogeneizada, foi utilizada em cada experimento. A resposta múltipla (RM) de cada experimento foi obtida através da normalização das concentrações de Ba, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S, Sr, Zn em uma ração úmida por ICP OES. Após a análise dos dados, as três variáveis foram obtidas como fatores significativos para o processo de solubilização alcalina. Além das variáveis independentes a curvatura também foi significativa e houve falta de ajuste no modelo de primeira ordem. Sendo assim, a metodologia de superfície de resposta juntamente com a matriz de *Doehlert* foram aplicadas como etapa subsequente, sendo os experimentos

também foram avaliados pela RM. A Tabela 1 mostra a matriz de *Doehlert* proposta.

Tabela 1. Planejamento *Doehlert* para três variáveis para a solubilização da amostra de ração úmida canina.

Exp	Temperatura (°C)	V _{TMAH} (µL)	T.S. (min)	RM*
1	(0)/55,0	(0)/500	(0)/45,0	9,76
2	(1)/80,0	(0)/500	(0)/45,0	9,36
3	(0,5)/67,5	(0,866)/700	(0)/45,0	9,87
4	(0,5)/67,5	(0,289)/587	(0,817)/60,0	9,44
5	(-1)/30,0	(0)/500	(0)/45,0	8,67
6	(-0,5)/42,5	(-0,866)/300	(0)/45,0	7,23
7	(-0,5)/42,5	(-0,289)/413	(-0,817)/30,0	8,23
8	(0,5)/67,5	(-0,866)/300	(0)/45,0	9,57
9	(0,5)/67,5	(-0,289)/413	(0,817)/60,0	10,1
10	(-0,5)/42,5	(0,866)/700	(0)/45,0	10,1
11	(0)/55,0	(0,577)/673	(-0,817)/30,0	11,7
12	(-0,5)/42,5	(0,289)/587	(0,817)/60,0	9,58
13	(0)/55,0	(-0,577)/327	(0,817)/60,0	8,80
14	(0)/55,0	(0)/500	(0)/45,0	9,86
15	(0)/55,0	(0)/500	(0)/45,0	9,89
16	(0)/55,0	(0)/500	(0)/45,0	10,0
17	(0)/55,0	(0)/500	(0)/45,0	10,1

*RM = $\sum C \text{ Analito } i / \text{Concentração máxima do Analito } i \text{ no planejamento proposto.}$

Os valores ótimos das variáveis no procedimento de solubilização alcalina são: volume de 425 µL de TMAH, temperatura do banho ultrassônico de 70 °C e um tempo de sonicação de 54 minutos. Esses valores foram definidos pela determinação do ponto crítico do modelo quadrático. A análise de regressão linear foi usada para avaliar o ajuste do modelo quadrático, em que os dados experimentais e os dados preditos mostraram uma boa correlação ($r=0,96$), uma vez que, os coeficientes angular e linear contemplaram o valor unitário e o zero no seu intervalo de confiança para o nível de 95%, respectivamente.

Conclusões

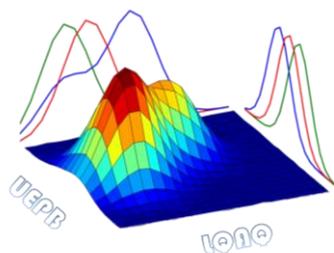
Os planejamentos de experimentos de dois e três níveis foram eficientes para propor a condição de preparo da amostra de ração úmida destinada a animais de estimacões empregando solubilização alcalina com TMAH e análise por ICP OES, proporcionado um procedimento simples, com mínima manipulação, redução de reagentes e de resíduos.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPESB e PIBIC/UFBA

¹Nunes, A.M.; Sousa, R.A.; Silva, C.S.; Peixoto, R.R.A.; Vieira, M.A.; Ribeiro, A.S.; Cadore, S.; J. F. C. A. 2013, 32.

²Batista, B. L.; Gruta, D.; Rodrigues, J. L.; Souza, V.C.O.; Barbosa Jr, F. A. Chem. Act. 2009, 646.



Otimização das condições de extração dos dois compostos majoritários da *Piper corcovadensis* e redução de coextrativos usando fluido super crítico

Marília Pessoa^{1*} (IC), Julieth G. Herrera (PG), Bheatriz N.L. Albuquerque (PG), Júlio C.R.O.F. Aguiar (PG), Daniela M.A.F. Navarro (PQ), Licarion Pinto (PQ).

* marilliapessoa@gmail.com

Departamento de Química Fundamental, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE, 50670-901, Brasil
Palavras Chave: Extração, supercrítico, GC-MS, quimiometria, *Aedes Aegypti*, *Piper corcovadensis*.

Introdução

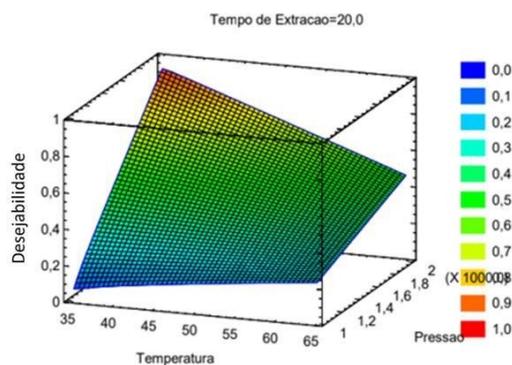
O *Aedes aegypti* é responsável por transmitir diversas arboviroses sendo considerado pela Organização Mundial de Saúde como um dos principais problemas de saúde pública no mundo. Assim o óleo essencial e extratos da planta *Piper corcovadensis* possuem dois compostos majoritários com ação deterrente de oviposição diante das fêmeas do *A. aegypti*, apresentando-se como uma alternativa para combater esse vetor. O objetivo do trabalho, portanto, foi maximizar a extração por fluido supercrítico desses dois compostos majoritários e a redução de coextrativos do óleo a partir de ajustes das condições dos seguintes fatores: pressão, temperatura e tempo. Os fatores foram estudados com um planejamento de composto central (CCD¹) com 4 pontos centrais.

Resultados e Discussão

Os experimentos foram analisados em função de maximizar o majoritário 1 e 2, minimizando os outros componentes (co extrativos) simultaneamente. Para isso um modelo de otimização de experimentos foi desenvolvido para cada condição: (1) maximizar o majoritário 1 e 2 (2) e simultaneamente minimizar a quantidade de co extrativos. A partir da análise de variância identificou-se que para os modelos desenvolvidos a temperatura, a pressão e suas interações foram os parâmetros significativos. Foi possível encontrar uma condição em que é possível maximizar a extração do composto majoritário 1 e minimizar os co extrativos. Essas condições foram obtidas a 1685 psi de pressão e 35,0 °C de temperatura levando a uma desejabilidade de 0,5416. Porém a eficiência de extração foi baixa quando buscou

as três respostas desejadas simultaneamente. É do interesse maximizar a extração dos dois compostos majoritários, mesmo que com a presença de co extrativos. Essa condição foi alcançada a 2000 psi de pressão e 35°C de temperatura levando a uma desejabilidade de 0,869752. A figura 1 mostra a desejabilidade para essa condição.

Figura 1: Superfície de resposta para a desejabilidade ao maximizar a extração dos dois compostos majoritários.



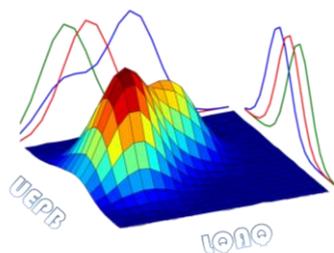
Conclusões

Foi possível encontrar uma condição onde a extração do composto majoritário 1 é maximizada e a dos co extrativos minimizada. Também foi encontrada outra condição onde o composto majoritário 1 e 2 são maximizados. Ambos os compostos são de interesse devido a sua eficiência no impedimento da oviposição do *Aedes aegypti* e por serem provenientes de uma planta típica da região.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FACEPE, UFPE, DQF.

¹ LEARDI, Ricardo. *Experimental design in chemistry: A tutorial*. *Analytica chimica acta* 652 (1-2), 161-172, 2009



Otimização de Parâmetros para Degradação de Atrazina por Persulfato Ativado com Ferrihidrita.

Letícia Teixeira Bertagi^{1*} (PG), Sheila Oliveira² (PG), Thales Martins³ (IC), Vander de Freitas Melo⁴ (PQ), Patricio Peralta-Zamora⁵ (PQ).

leticiabertagi@gmail.com

Av. Cel. Francisco Heráclito dos Santos s/n, Bairro Jardim das Américas,
Centro Politécnico – Departamento de Química

Palavras Chave: *Planejamento fatorial, ativação, solos.*

Introdução

O ânion persulfato é um agente oxidante enérgico. Entretanto, o seu poder oxidante pode ser melhorado na presença de ativadores, sistemas estes que permitem a geração de espécies radicalares capazes de degradar diferentes substâncias orgânicas que contaminam o solo e a água.¹ No solo, os óxidos de ferro, como a ferrihidrita, são capazes de ativar o persulfato, promovendo a geração de radicais sulfato e hidroxila e, conseqüentemente, a degradação de poluentes orgânicos, como pesticidas e metabólitos.² O objetivo deste trabalho foi otimizar parâmetros de relevância no processo de ativação de persulfato e de degradação de atrazina (pH, massa de ferrihidrita e concentração de persulfato), utilizando-se um sistema de planejamento fatorial completo.

Resultados e Discussão

Utilizando-se a degradação de atrazina como resposta, o planejamento indicou efeitos positivos da massa de ferrihidrita e da concentração de persulfato, o que é coerente com a formação de radicais a partir do persulfato e de reações catalisadas pelo óxido. O pH mostrou um efeito negativo, o que contraria a ideia da formação de radicais por processos homogêneos que se beneficiam da lixiviação de ferro em meio ácido. Neste caso, é possível supor que meio ácido se favorece a geração de radical sulfato, que deve ser o principal agente oxidante do processo.

O estudo também indicou a existência de um efeito de segunda ordem entre pH e a concentração de persulfato, o que indica que a

concentração de deste oxidante só apresenta um efeito relevante em meio ácido.

O estudo permitiu a elaboração de uma superfície de resposta (**Figura 1**), o que implica uma proporcionalidade entre a degradação de atrazina e os valores das variáveis estudadas e sugere que o processo de degradação possa ser melhorado explorando-se outros níveis.

Conclusões

O modelo obtido para avaliar o potencial de degradação de atrazina foi satisfatório, tal como indicado pela avaliação por ANOVA.

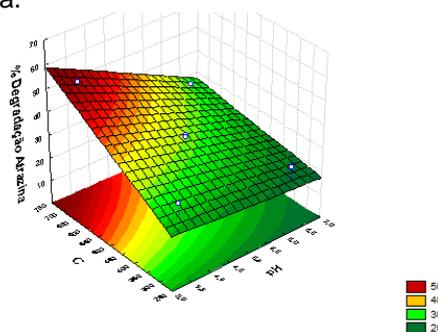
Agradecimentos

Agradecimentos à UFPR, CAPES e CNPq.

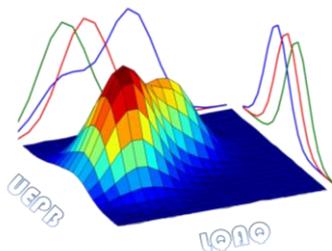
¹ Ranc, B.; Faure, P.; Croze, V.; Simonnot, M. O, J. Haz. Mat., **2016**, 312, 280.

² Wu, Y.; Prulho, R.; Brigante, M.; et al, J. Haz. Mat., **2017**, 322, 380

Figura 1. Superfície de resposta sobre a taxa de degradação em função das variáveis pH, C e massa.



$$Y=31,77-6,974*pH + 9,046*C + 1,032*m - 3,785*pH*m + 1,784*pH*C*m.$$



Otimização de procedimento de pré-concentração por coprecipitação para determinação de Mn, Ni, Cr e Cd em amostras de cervejas por EDXRF.

Laís de N. Pires¹ (PG)*, Lesli dos S. Araújo¹ (IC), Alailson F. Dantas¹ (PQ), Fábio de S. Dias¹ (PQ), Leonardo S. G. Teixeira¹ (PQ). *lai.npires@gmail.com*

¹Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Departamento de Química Analítica, Campus Universitário de Ondina, 40170-115, Salvador, Bahia, Brasil.

Palavras Chave: pré-concentração por coprecipitação, determinação multielementar, cerveja.

Introdução

A cerveja é uma bebida alcoólica resultante da combinação de água, malte e lúpulo. Espécies inorgânicas podem estar presentes na bebida devido às matérias-primas empregadas na sua produção ou por contaminação nas etapas de fabricação, impactando na qualidade do produto final ^{1,2}. Dessa forma, é necessário monitorar essas espécies.

Neste trabalho, é proposta a otimização multivariada das condições de um procedimento de coprecipitação, usando Bi como elemento arrastador e NaBH₄ como agente redutor, para a determinação de Mn, Ni, Cr e Cd em amostras de cervejas por espectrometria de fluorescência de raios X por energia dispersiva (EDXRF).

Resultados e Discussão

A precipitação foi conduzida com a adição de uma solução Bi e NaBH₄ em tubos de centrífuga contendo 30,0 mL de cerveja em meio amoniacal. Após centrifugação, o sobrenadante foi removido e o precipitado foi solubilizado com 60 µL de HNO₃ concentrado. O volume final foi ajustado para 3,0 mL com água deionizada. As amostras foram colocadas em suportes de polietileno e analisadas por EDXRF.

Um planejamento fatorial completo 2³ foi utilizado para avaliar as variáveis que afetam de forma significativa o sinal analítico. As variáveis estudadas foram: pH, concentração de Bi e de NaBH₄. O gráfico de Pareto foi gerado utilizando Resposta Múltipla (RM). A RM foi obtida a partir da normalização após o somatório dos sinais analíticos. As variáveis que apresentaram efeitos significativos foram pH e concentração de Bi.

Um planejamento Doehlert foi realizado para obter as condições ótimas do procedimento. A superfície de resposta (Figura 1) apresentou um ponto de máximo, de modo que foi possível localizar a coordenada do ponto crítico correspondente às condições experimentais ótimas.

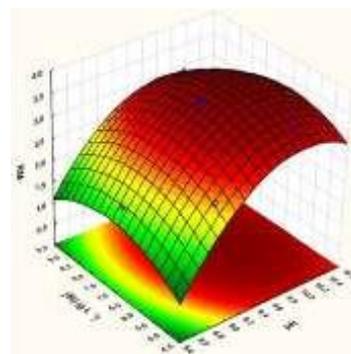


Figura 1. Superfície de resposta gerada a partir da matriz Doehlert.

Assim, as condições experimentais recomendadas foram: pH de 9,5 e concentração de Bi de 7,0 g L⁻¹.

Conclusões

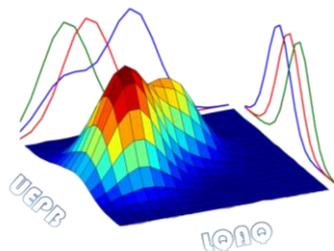
Utilizando a estratégia de otimização multivariada foi possível determinar as condições ótimas para o procedimento de coprecipitação visando a pré-concentração e determinação multielementar em amostras de cervejas por EDXRF.

Agradecimentos

UFBA, CAPES, FAPESB e CNPq.

¹Anderson, H. E.; Santos, I. C.; Hildenbrand, Z. L. e Schug, K. *A. Anal. Quim. Acta* **2019**, 1085, 1.

² Pires, L. N.; Dias, F. S. e Teixeira, L. S. G. *Anal. Quim. Acta* **2019**, 1090, 31.



Otimização de variáveis para aproveitamento dos fenólicos das fibras de coco (*Cocos nucifera* L.) para inibição da corrosão em aço carbono AISI 1020

Douglas Guedes¹ (PR), Gabriel R. Martins^{2*} (PR), Celuta S. Alviano² (PQ), Marcia T.S. Lutterbach³ (PQ), Leila Y. Reznik¹ (PQ), Eliana F.C. Sérvulo¹ (PQ), Daniela S. Alviano² (PQ).

gabrielmartins@gmail.com

¹Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Av. Athos da Silveira Ramos, 149, Cidade Universitária, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. CEP: 21941-909.

²Centro de Ciências da Saúde, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Avenida Carlos Chagas Filho, 696, Cidade Universitária, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. CEP: 21941-902.

³Instituto Nacional de Tecnologia, Av Venezuela, 82, Centro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. CEP: 20081-312.

Palavras Chave: planejamento fatorial, inibidor, resíduo.

Introdução

O coqueiro (*Cocos nucifera* L., Arecaceae) é uma palmeira distribuída através dos trópicos. As fibras são o principal resíduo agroindustrial da produção do coco, cujo aproveitamento para extração de metabólitos bioativos pode reduzir seu impacto ambiental¹. Pensando em uma aplicação industrial como inibidor de corrosão, procura-se eficiência na proteção do material metálico e pouco ou nenhum efeito ecotóxico². Assim, esse trabalho visa usar planejamento experimental para medir o efeito da temperatura, pH e concentração do extrato bruto das fibras do coco e otimizar sua ação anticorrosiva em aço carbono AISI 1020.

Resultados e Discussão

Um planejamento fatorial 2³ empregando CCD foi usado para avaliar o efeito das três variáveis: pH, temperatura e concentração. Os resultados (Tabela 1) mostram que a concentração de inibidor é um fator que aumenta a proteção ao material metálico, inclusive nas concentrações com mais de 0,5 gL⁻¹ de extrato bruto o percentual de inibição variou de 70 a 99,7%. Em contrapartida, a temperatura reduz a proteção, provavelmente por aumentar a energia do sistema e desestabilizar a interação entre as moléculas e a superfície metálica³. A variação do pH não demonstrou efeito na inibição da corrosão. O comportamento do extrato nas condições experimentais desse estudo é importante para uma possível

aplicação em sistemas de refrigeração, nos quais há variação de temperatura e pH e os antioxidantes precisam manter a sua eficiência mesmo com as mudanças das condições ambientais⁴.

Tabela 1 – Eficiência de inibição do extrato bruto das fibras de coco.

pH	Temperatura (°C)	[Inibidor] (g/L)	¹ Eficiência de Inibição (%)
6	30	0,1	89,7
8	30	0,1	58,7
6	80	0,1	44,1
8	80	0,1	64,2
6	30	1	71,6
8	30	1	99,7
6	80	1	88,2
8	80	1	72,4
7	55	0,5	89,2

¹Desvio padrão = 2,7

Conclusões

Foi possível determinar os fatores na proteção do aço carbono AISI 1020 pelo extrato bruto da fibra do coco, otimizando o potencial desse resíduo como fonte de metabólitos para exploração industrial como inibidor de corrosão.

Agradecimentos

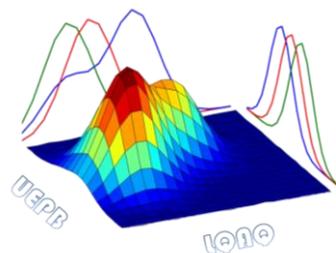
FAPERJ, CAPES e CNPq

¹Roopan, S. M.; Elango, G. *Ind. Crop. Prod.* **2015**, *67*, 130.

²Sastri, V.S. (2011). John Wiley & Sons. 1stEd. 328pp.

³Tan, K.W., Kassim, M.J. *Corros. Sci.* **2011**, *53*, 56.

⁴Deyab, M.A., Guibal, E. *Sci. Rep.* **2020**, *10*, 4812.



Otimização do procedimento de microextração assistida por ultrassom para determinação de cádmio em manjericão cultivado em hidroponia

Vânia L. G. Teles (PG)*¹, Giselle V. Sousa (PG)¹, Rodinei Augusti (PQ)², Letícia M. Costa (PQ)¹

¹LEAQUAA, ²LEMS, Universidade Federal de Minas Gerais *^{vaninhateles@ufmg.br}

Palavras Chave: *preparo de amostra, metal tóxico.*

Introdução

Cádmio é um metal tóxico e uma vez absorvido pelas plantas, pode ser translocado para suas partes comestíveis e causar sérios riscos à saúde.¹ Contudo, o desafio da análise de Cd em manjericão está diretamente relacionado à quantidade de amostra disponível. A utilização do ultrassom (US) representa uma boa alternativa para procedimentos miniaturizados, pois permite o preparo da amostra com utilização de pequenas quantidades de massa e baixo consumo de reagentes.² O objetivo do trabalho foi a otimização de um procedimento miniaturizado de extração de Cd por US em tecidos de manjericão contaminados.

Resultados e Discussão

Amostras de manjericão foram obtidas após 15 dias de cultivo em solução de Hoagland 5% v v⁻¹ contaminadas com 0, 1 e 10 µM de Cd²⁺ (em triplicata e renovada a cada 3 dias). As amostras de folha (F), caule (C) e raiz (R) foram liofilizadas e maceradas e um pool de cada matriz (5 mg de F e 2 mg de C e R) foi empregado na otimização da microextração assistida por ultrassom (MUS) em reator *cup horn*. O Cd foi determinado por espectrometria de absorção atômica por chama, considerando a resposta múltipla³. A partir de um planejamento 2_{IV}⁴⁻¹, verificou-se que a % HNO₃ e volume de H₂O₂ foram significativos na extração de Cd. O tempo foi mantido fixo em 5 min e um planejamento 2² composto com ponto central foi construído, variando a concentração de HNO₃ de 2 para 10% e volume de H₂O₂ de 50 para 100 µL. A Fig. 1 mostra que 2% v v⁻¹ de HNO₃ e 100 µL de H₂O₂ para o volume final de 400 µL foi a

condição otimizada para a extração de Cd em F, C e R. Nessa condição, a acidez residual foi menor do que 0,06 mol/L, com mínimo consumo de reagentes e geração de resíduo.

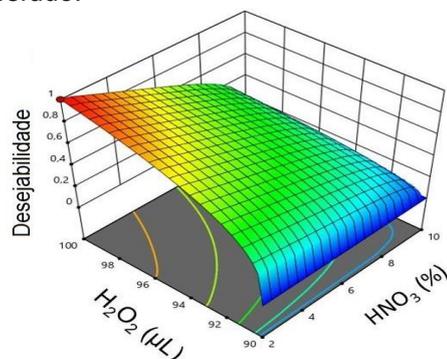


Fig. 1 Desejabilidade para a composição do solvente extrator na determinação de Cd em folha, caule e raiz de manjericão pelo MUS

A aplicação do método em folha de espinafre (NIST SRM 1570^a, n = 6), mostrou que não houve diferença significativa entre o valor certificado ($2,89 \pm 0,07 \mu\text{g g}^{-1}$) e o obtido ($2,94 \pm 0,22 \mu\text{g g}^{-1}$), a 95% de confiança. Logo, o procedimento MUS foi eficiente para quantificação de Cd em tecidos vegetais de manjericão.

Conclusões

O procedimento desenvolvido mostrou-se eficiente, simples e rápido, com adequada acidez final e alta frequência analítica. Portanto, é um método alternativo atrativo quando a massa de amostra é um fator limitante.

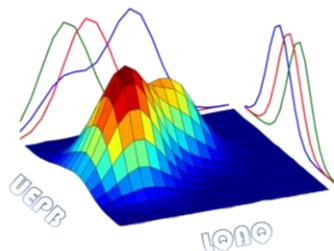
Agradecimentos

UERR, PPGQ-UFMG, FAPEMIG, CAPES.

¹Ismael, .M. A et al. *Metallomics*. **2019**, 11, 255-277.

²Cabaleiro, N.; La Calle, I. *Miniaturization Sample Prep.*, **2014**,

³Luz Lopes, W et al. *Talanta*. **2009**, 79, 1276-1282.



Otimização do processo de extração assistida por ultrassom dos fenólicos das folhas de *Schinopsis brasiliensis* usando metodologia de superfície de resposta

Sóstenes Silva Barbosa (IC)¹, Marco Roberto Dourado Barbosa Filho (IC)¹, Anaildes Lago de Carvalho (PQ)², Mariluze Peixoto Cruz (PQ)¹, Regiane Yatsuda (PQ)¹ e Bruno Oliveira Moreira (PQ)^{1*}. *bmoreira@ufba.br*

¹IMS, UFBA, Vitória da Conquista, BA, Brasil. ²DCN, UESB, Vitória da Conquista, BA, Brasil.

Palavras Chave: UAE, compostos fenólicos, *Schinopsis brasiliensis*

Introdução

As substâncias fenólicas têm sido reportadas como responsáveis pelas atividades biológicas apresentadas pela *Schinopsis brasiliensis* Engl.^{1,2}, espécie utilizada na medicina popular brasileira para tratar inflamações em geral, impotência sexual, tosse e gripe³. A extração assistida por ultrassom (UAE) tem sido empregada nos processos de extração de substâncias bioativas⁵. Desta forma, o objetivo desse trabalho foi otimizar através da utilização da metodologia de superfície de resposta (RSM) as condições de UAE dos fenólicos totais (FT) nas folhas de *S. brasiliensis*.

Resultados e Discussão

Os resultados obtidos, com os solventes puros e suas misturas, pelo planejamento de mistura centroide-simplex na extração dos FT, são apresentados na Tabela 1. Nesses experimentos, o tempo de extração foi fixado em 20 minutos, a potência do ultrassom em 200 W e a relação líquido-sólido em 20:1. A superfície de resposta obtida através do modelo matemático (Figura 1A) apresentou um máximo como ponto crítico. As proporções otimizadas de acordo com a superfície de resposta foram: 51,5% de água, 26,4% de etanol e 22,0% de acetona. A análise de variância (ANOVA) mostrou que o modelo calculado foi capaz de explicar os dados obtidos. A previsão do modelo matemático foi avaliada utilizando extrações (n=3) nas condições ótimas. Os resultados encontrados apresentaram total concordância com o valor predito.

Após obter a mistura ótima de solventes foi utilizado o planejamento Box-Behnken

visando a otimização da extração dos FT das folhas de *S. brasiliensis* (Tabela 2). Os gráficos de superfície de resposta são mostrados na Figura 1B. A ANOVA mostrou que o modelo matemático foi capaz de explicar os resultados obtidos, apresentando precisão e confiabilidade ($R^2 = 0,9950$; $CV = 0,3456$, $DP = 0,2088$). Os efeitos individuais e das interações das variáveis independentes na extração dos FT foram interpretados usando o modelo matemático proposto. As condições ótimas de extração obtidas foram: tempo de extração de 34,86 min, proporção líquido-sólido de 21,74 mL g⁻¹ e potência ultrassônica de 399,83 W. Nessas condições ótimas, os valores preditos estavam em concordância com os valores experimentais, validando o modelo RSM.

Conclusões

Através dos resultados obtidos a RSM associada com a UAE mostrou-se eficaz para otimização da extração de FT das folhas de *S. brasiliensis*.

Agradecimentos

Editais PROPCI/PROPG – UFBA 04/2016
PROPESQ - Programa de Apoio a Jovens Doutores.

¹ Cardoso, M.P. et al. *J. Braz. Chem. Soc.* 2015, 26, 152731.

² Santos C. C. S. *Phytochemistry*. 140 (2017) 45–51.

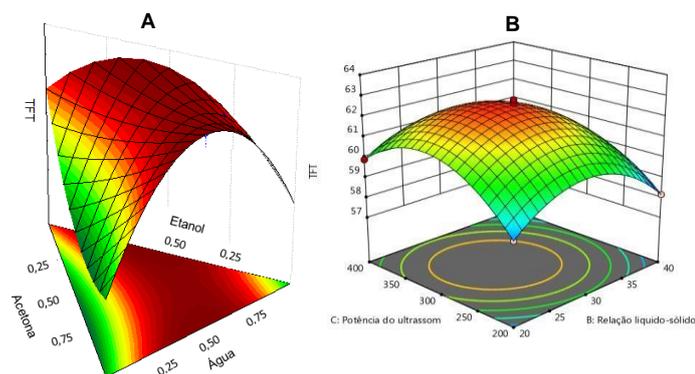
³ Albuquerque, U. P. et al. *J. Ethnopharmacol.* 2007, 114, 325.

⁵ Moreira, B. O. et al. *Journal of Chemometrics*. 2020, e3290.

Tabela 1 Matriz de planejamento de mistura simplex-centróide*.

Exp	Acetona (A)	Água (B)	Etanol (C)	TFT (mg EAG g ⁻¹)	
				Observado	Predito
1	1	0	0,00	7,23	6,47
2	0	1	0,00	8,17	8,16
3	0	0	1,00	27,67	28,17
4	0,5	0,5	0,00	45,77	45,11
5	0,5	0	0,5	2,86	2,69
6	0	0,5	0,5	43,98	45,11
7	0,67	0,17	0,17	21,15	23,60
8	0,17	0,67	0,17	37,96	38,13
9	0,17	0,17	0,67	31,96	30,65
10 (PC)	0,33	0,33	0,33	36,58	36,30
11(PC)	0,33	0,33	0,33	37,81	36,30
12 (PC)	0,33	0,33	0,33	35,34	36,30

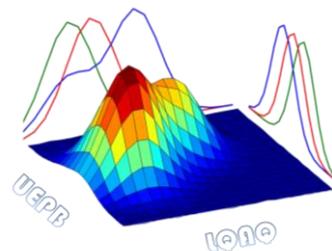
Figura 1. Superfícies de respostas: (A) planejamento de misturas. (B) efeitos das variáveis W e L-S.



* TFT= teor de fenólicos totais, PC= ponto central.

Tabela 2. Matriz do planejamento Box – Behnken com resultado do teor de fenólicos totais (TFT).

Exp.	Tempo de extração (min)		Relação L-S (mL g ⁻¹)		Potência (W)		TFT (mg EAG g ⁻¹)	
	Valor Codificado	Valor Real	Valor Codificado	Valor Real	Valor Codificado	Valor Real	Observado	Predito
	1	-1	30	-1	20	0	300	60,66
2	1	50	-1	20	0	300	61,46	61,52
3	-1	30	1	40	0	300	58,23	58,16
4	1	50	1	40	0	300	61,65	61,72
5	-1	30	0	30	-1	200	58,02	58,08
6	1	50	0	30	-1	200	62,22	62,55
7	-1	30	0	30	1	400	60,47	60,54
8	1	50	0	30	1	400	61,01	60,95
9	0	40	-1	20	-1	200	58,66	58,67
10	0	40	1	40	-1	200	58,16	58,16
11	0	40	-1	20	1	400	59,91	59,91
12	0	40	1	30	1	400	58,19	58,18
13 (PC)	0	40	0	30	0	300	62,60	62,55
14 (PC)	0	40	0	30	0	300	62,82	62,55
15 (PC)	0	40	0	30	0	300	60,66	60,59



Otimização do Processo de Torrefação de *Blends* de Variedades de Café

Suzana Pedroza da Silva^{1*} (PQ), Aline Maria Tenório Elias¹ (PR), Dayane Nunes Barros¹ (IC), Venancio Ferreira de Moraes Neto² (PG), Marcelo Edvan dos Santos Silva³ (PG). suzpedroza@gmail.com

¹Unidade Acadêmica de Garanhuns - Universidade Federal do Agreste de Pernambuco. ²Departamento de Ciência de Alimentos - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). ³Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos - Universidade Federal da Paraíba (UFPB).

Palavras Chave: Café, Produção, Torra.

Introdução

O Brasil é o maior produtor de grãos de café verde, sendo a população brasileira a maior consumidora de bebida de café do mundo¹. Diversos parâmetros fazem essa bebida ser tão apreciada pelo consumidor, incluindo as características sensoriais e seu efeito estimulante, que é promovido pela cafeína. A etapa de torra é fundamental porque é onde ocorrem importantes mudanças químicas que conferem ao café o sabor, aroma e cor peculiar. As espécies *Coffea arabica* (arábica) e *Coffea canephora* (conilon) são as mais utilizadas mundialmente pelas torrefadoras de café¹, devido suas altas produtividades e bons rendimentos a nível industrial. As indústrias torrefadoras trabalham a partir de uma combinação dessas duas variedades, o chamado *blend*. Como objetivo avaliou-se as variáveis tempo de torrefação, temperatura de torrefação e concentração das variedades de café arábica e conilon do processo de torrefação de *blends* de variedades de café.

Resultados e Discussão

Foram elaborados onze *blends*, de acordo com um planejamento fatorial completo 2³, onde foram feitas diferentes combinações de concentrações de *Coffea arabica* e *Coffea canephora* (12,5%, 31,25% e 50%) cultivados no Agreste Pernambucano, submetidos a diferentes condições de torra: temperatura (140 °C, 170 °C e 200 °C) e tempo (7 min, 12 min e 17 min). Os *blends* foram torrados e moídos e, em seguida foram realizadas as análises físico-químicas – variáveis de

resposta deste estudo (granulometria, perda de massa, rendimento, teor de umidade, teor de cinzas, densidade aparente, cor, pH, sólidos solúveis totais, acidez total titulável, índice de acidez, ácidos graxos livres, lipídeos, índice de saponificação, açúcares redutores, proteínas, carboidratos por diferença, extrato aquoso e teor de cafeína). Os resultados das análises foram submetidos à análise estatística através da construção de Gráficos de Pareto. Todos os *blends* foram classificados como torra fina, mostraram baixa perda de massa, e, conseqüentemente, bom rendimento. A densidade foi mais elevada para os *blends* com maior concentração do *Coffea canephora*. O pH e a cor foram os parâmetros mais influenciados pelo grau de torra. As demais variáveis de resposta estavam de acordo com o exigido pela legislação.

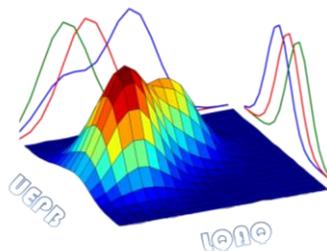
Conclusões

Foi observado que os experimentos elaborados com 31,25% de café arábica, torrados a 170 °C por 12 min, mostraram bons resultados em relação aos aspectos visuais e físico-químicos, indicando que ele pode ser um padrão adotado pelas indústrias torrefadoras de café da região do Agreste Pernambucano.

Agradecimentos

UFAPÉ. UFRPE. Indústria & Comércio Café Ouro Verde LTDA.

¹ABIC. Associação Brasileira da Indústria de café. Norma de Qualidade Recomendável e Boas Práticas de Fabricação de Cafés Torrados em Grão e Cafés Torrados e Moídos. Revisão de 30, de 26.06.2018.



Otimização multivariada de método para a determinação de cobre e manganês em água de coco por FAAS após microextração líquido-líquido dispersiva

Joabes S Trindade¹(PG), Uillian Mozart F M Cerqueira¹ (PG), Cleber G Novaes¹ (PQ), Marcos A Bezerra*¹ (PQ).

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – LQA II – Rua José Moreira Sobrinho, s/n, Jequiezinho, Jequié – BA
mbezerra@uesb.edu.br

Palavras Chave: Planejamento de misturas, matrix Doehlert, preparo de amostra

Introdução

A cocoicultura é uma das principais culturas perenes do Brasil. Atualmente, o Brasil ocupa a quinta posição entre os maiores produtores de coco do mundo, com 3,8% da produção mundial do fruto.¹

Diante do crescente consumo da água de coco, faz-se necessário o desenvolvimento estratégias que possibilitem monitorar de maneira simples e eficiente, o teor de metais traço neste tipo de amostra.

Resultados e Discussão

Após testes preliminares, observou-se que a melhor combinação para a extração simultânea do cobre e do manganês se constituía no uso do clorofórmio como solvente extrator (SE), acetonitrila como solvente dispersor (SD) e Br-PADAP 0,02% (m/v) como agente complexante (AC). Aplicou-se então um planejamento de misturas com restrições para a otimização das proporções desses reagentes, utilizando como resposta a desejabilidade global. A superfície de resposta gerada pode ser observada na Figura 1, e, obteve-se como melhores condições: 3800 μ L SD, 500 μ L SE e 700 μ L AC.

O desempenho da DLLME também depende de variáveis de processo como o pH, volume da solução tampão (VT) e da solução de NaCl (VN). Para a otimização dessas variáveis aplicou-se dois planejamentos Doehlert, o primeiro tendo como resposta a absorvância do Mn (Figura 2a) indicou as tendências experimentais para a melhor resposta nas condições de pH 9,5, VT 2,8 e VN 1,9 e, o

segundo, tendo como resposta a absorvância do cobre (Figura 2b), indicando pH 4,0, VT 3,0 e VN 2,0 como condições de melhor resposta.

Figura 1. Superfície de resposta para otimização de composição em DLLME

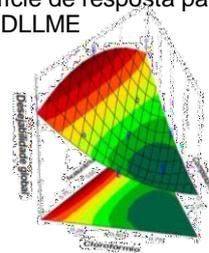
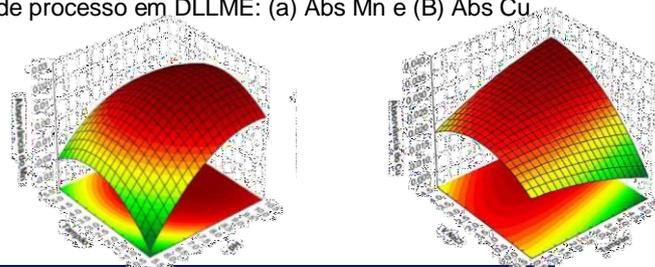


Figura 2. Superfícies de resposta para otimização de processo em DLLME: (a) Abs Mn e (B) Abs Cu.



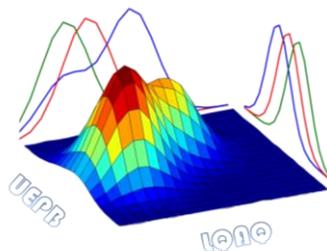
Conclusões

Os métodos desenvolvidos foram validados obtendo-se suas características de mérito analítico e, a partir da aplicação de ferramentas quimiométricas, foi possível determinar os teores de manganês em amostras comerciais de água de coco (8,0 – 17,6 μ g L⁻¹) e de cobre (11,0 – 51,4 μ g L⁻¹).

Agradecimentos

UESB, CAPES, CNPq.

¹ Rosa, T. R.; Rodrigues, J. G. A. E Ferreira, R. Q. *Quim Nova* 2015, 39, 221.



Otimização multivariada de um sistema de pré-concentração em linha usando nanopartículas de $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{TAR}$ para determinação de Pb em águas naturais.

José J. C. L. Souza Júnior¹ (IC), Bruna R. S. Santos² (PG), Geovani C. Brandão² (PQ), Sérgio L. C. Ferreira² (PQ), Walter N. L. dos Santos^{1*} (PQ). wlopes@gmail.com

¹ Universidade do Estado da Bahia, Departamento de Ciências Exatas e da Terra, Grupo de Pesquisa e Desenvolvimento em Química Analítica, 41150-000, Salvador, BA, Brasil.

² Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Grupo de Pesquisa em Química e Quimiometria, Campus Ondina, 40170-115, Salvador, BA, Brasil.

Palavras Chave: Otimização multivariada, pré-concentração em linha, nanopartículas de CoFe_2O_4 .

Introdução

A análise de águas naturais constitui um importante processo para o estabelecimento dos padrões de potabilidade, uma vez que seu consumo pode representar uma fonte significativa de ingestão de elementos tóxicos para o ser humano, tais como o chumbo.¹ Neste trabalho, metodologia multivariada foi aplicada para otimizar um sistema de pré-concentração em linha visando a determinação de Pb em águas naturais por espectrometria de absorção atômica em chama (F AAS). Uma mini-coluna empacotada com nanopartículas de CoFe_2O_4 revestidas com tiazolilazo-resorcinol (TAR) foi usada para a extração em fase sólida e o sistema de pré-concentração foi acoplado diretamente ao sistema de nebulização do F AAS.

Resultados e Discussão

Um planejamento fatorial 2^3 , com triplicata do ponto central, foi usado para avaliar os efeitos dos seguintes fatores: concentração de HCl utilizado como eluente (CE), vazão de amostragem (VA) e pH da solução da amostra, tendo como resposta quimiométrica o sinal de absorvância em altura de pico. A partir deste estudo, o efeito principal do fator CE foi significativo, bem como os efeitos de interação entre os fatores, exceto para a interação CExVA (Figura 1). Assim, um planejamento Box-Behnken foi aplicado para estabelecer as condições ótimas do sistema em linha: concentração de HCl de $0,10 \text{ mol L}^{-1}$, vazão de

amostragem de $2,5 \text{ mL min}^{-1}$ e pH 5,0 para a solução da amostra (Figura 2).

Figura 1. Gráfico de Pareto.

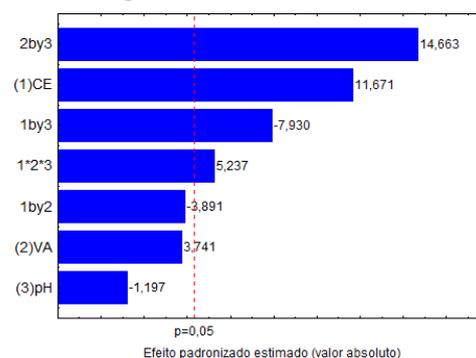
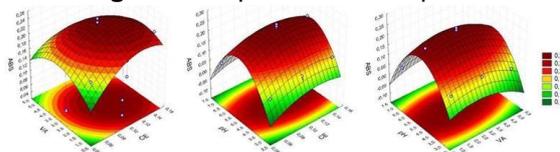


Figura 2. Superfícies de resposta.



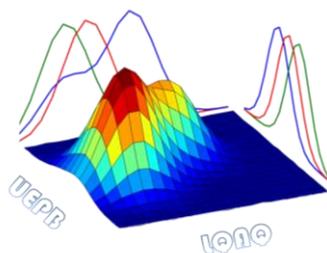
Conclusões

A metodologia multivariada foi bastante útil e eficiente para avaliar e determinar as condições ótimas do sistema de pré-concentração em linha proposto.

Agradecimentos

CAPES, FAPESB e CNPq.

¹ Souza, A. S.; Brandão, G. C.; Santos, W. N. L.; Lemos, V. A.; Ganzarolli, E. M.; Bruns, R. E. e Ferreira, S. L. C. *J. Hazard. Mater.* **2007**, *141*, 540.



Otimização multivariada para extração de compostos bioativos em amostras de azeitonas em conserva

Bruna Rosa da Silva Santos¹ (PG)*, Jéssica Costa Leite² (IC) Emmanuelle Ferreira Requião Silva¹ (PG), Walter Nei Lopes dos Santos² (PQ). *Bruna-quimica@hotmail.com

1- Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Campus Ondina, 41.195-001, Salvador, Bahia, Brasil.

2- Universidade do Estado da Bahia, Cabula, 41.150-000, Salvador, Bahia, Brasil.

Palavras-chave: Azeitonas, compostos bioativos, Box-Behnken.

Introdução

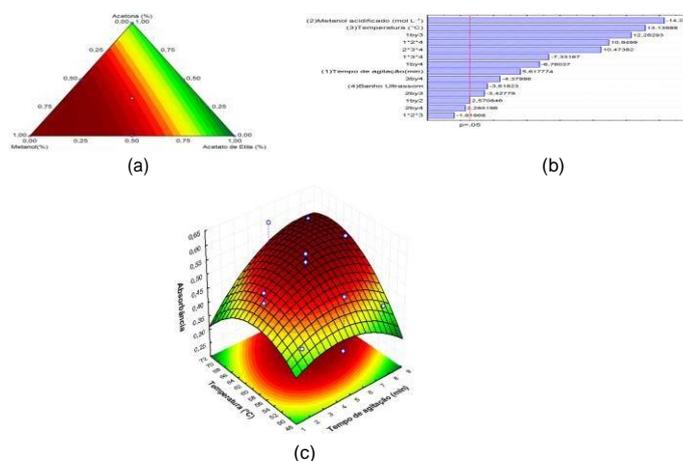
A azeitona, pertencente à família das oleáceas, é fruto da oliveira (*Olea europaea*) que apresenta diferentes colorações a depender do tempo de maturação. Rica em sais minerais, vitaminas, fibras, ácidos graxos e antioxidantes, é muito utilizada na culinária na forma de azeite, como um dos seus subprodutos, ou através da azeitona de mesa¹. Antes de serem consumidas, as azeitonas colhidas são tratadas em salmoura com a finalidade de diminuir a concentração do composto fenólico oleuropeína, responsável pelo sabor amargo, mediante a hidrólise ácida ou básica. Por conseguinte, devido à quantidade de etapas envolvidas nesse processo pode causar perdas de compostos bioativos. Desta forma, o presente trabalho tem como objetivo otimizar método de extração dos compostos bioativos em azeitonas de mesa empregando planejamento de mistura, planejamento fatorial completo e Box-Behnken.

Resultados e Discussão

A otimização do método de extração dos compostos bioativos em amostra de azeitona ocorreu em duas etapas. A primeira verificou o solvente adequado a ser utilizado na extração. Nesse caso, empregando o planejamento de mistura Simplex-Centroide foi possível observar que entre o metanol, acetona e acetato de etila, o metanol foi aquele que apresentou melhor desempenho na extração (Figura 1a). A segunda etapa, envolvendo a determinação de fenólicos totais utilizando método de Folin-Denis, está relacionada em otimizar as condições experimentais. Assim, foi empregado um planejamento fatorial

completo para estudar as variáveis (metanol acidificado, temperatura, tempo de agitação e banho ultrassom) e suas interações (Figura 1b). Já a obtenção dos pontos ótimos foi utilizada a metodologia de resposta Box-Behnken, tendo como condição otimizada: tempo de agitação, 7 minutos; metanol acidificado, 0,05 mol L⁻¹; temperatura, 62 °C (Figura 1c).

Figura 1. (a) Planejamento de mistura simplex-centróide; (b) gráfico de pareto e (c) superfície de resposta



Conclusões

Os planejamentos experimentais aplicados foram eficientes no estudo do solvente para o método de extração de compostos bioativos em amostra de azeitona em conserva bem como na obtenção das condições ótimas envolvidas.

Agradecimentos

CAPES, UFBA e UNEB.

[1]Valente, S.; Machado, B.;Pinto, D. C. G. A.; Santos, C.; Silva, A. M. S.; Dias, M. C. *Food Chem* 2020, 329.

Pareamento de bebidas vegetais e café solúvel

Larissa Celeste Ormenese²(IC)*, Wellington da Silva Oliveira¹(PQ), Aline de Oliveira Garcia¹(PQ)

¹ Instituto de Tecnologia de Alimentos, Centro de Ciência e Qualidade de Alimentos, Avenida Brasil, 2880, Campinas-SP

² Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Rua Josué de Castro, s/n, Campinas-SP

(* larissaceleste48@gmail.com)

Palavras Chave: pareamento, AHC, CA.

Introdução

O pareamento de sabor na gastronomia e na indústria de alimentos motiva a criatividade e são descritos em sites e blogs, porém poucas são as publicações que detalham a análise quimiométrica aplicada. O objetivo deste estudo foi parrear 10 tipos de bebida vegetal e 6 amostras de café solúvel utilizando a GC-MS/MS. Para tanto, os compostos voláteis foram extraídos utilizando uma fibra tripla (DVB/CAR/PDMS) e a identificação foi realizada utilizando as bibliotecas de espectros NIST17 e Wiley15 considerando somente substâncias com match superior a 80%. O índice de retenção linear foi calculado para cada substância utilizando uma sequência de alcanos (C7-C30). Os dados foram registrados de forma binária (0: amostra não apresenta o composto, 1: amostra apresenta o composto). Foram aplicados Agrupamentos Hierárquicos Aglomerativos (AHC) e Análise de Correspondência (CA) com uso do XLSTAT, versão trial 2020.5.1.

Resultados e Discussão

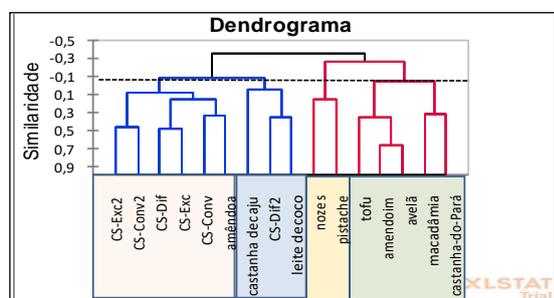


Figura 1. Dendrograma da AHC.

➤ Para os 31 compostos identificados foram aplicados AHC e CA apresentados nas Figuras 1 e 2.

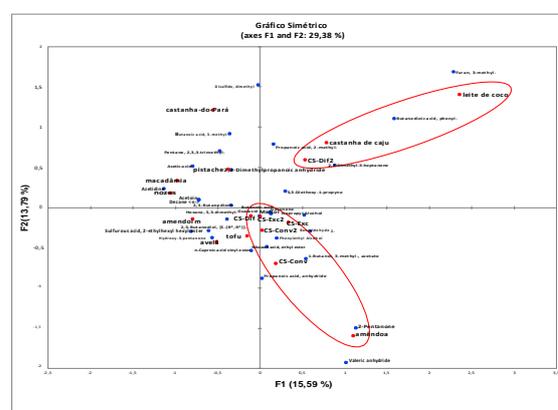


Figura 2. Gráfico Simétrico da CA.

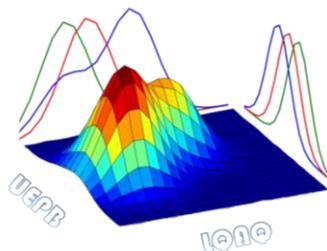
- O agrupamento formado pela bebida de castanha de caju, leite de coco e CS-Dif2 ficou próximo dos compostos: Furan, 3-methyl-; Butanedioic acid, phenyl-; Propanoic acid, 2-methyl-; 2,2-Dimethyl-3-heptanone.
- O agrupamento formado pela bebida de amêndoa e as demais amostras de café situou-se no ponto central e o quadrante inferior direito do gráfico, sendo que destacasse a proximidade da amostra CS-Conv e a bebida de amêndoa dos compostos: 1-Butanol, 3-methyl-, acetate; Propanoic acid, anhydride; 2-Pentanone; Valeric anhydride.
- As bebidas de nozes, pistache e as bebidas de amendoim, avelã, macadâmia, castanha do Pará e o tofu formaram 2 grupos distantes das amostras de café solúvel.

Conclusões

O uso de quimiometria pode ser uma alternativa para interpretar o pareamento de sabor. Esta abordagem pode combinar ingredientes de forma inovadora a fim de criar receitas e cardápios originais que alcancem alta aceitabilidade do consumidor.

Agradecimentos

FAPESP (Processo 2020/02728-5) e ITAL.



Perfil de Ação Antifúngica da *Schinopsis brasiliensis* Frente a *Candida glabrata* Utilizando Planejamento Experimental Composto Central

Wesley Candido Santos (IC) ^{1*}, Franciely da Costa Alves (IC)¹, Jocimar da Silva Santos (PG)²

*wesleycandido1@gmail.com

¹Departamento de farmácia, Faculdade Rebouças de Campina Grande (FRCG), CE:P: 58407-368, Campina Grande, PB, Brasil

²Programa de Pós-graduação em Inovação Terapêutica, Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), CEP 50740-521, Recife, PE, Brasil.

Palavras-Chave: Matéria prima vegetal, Granulometria, Planejamento Experimental.

Introdução

As folhas da *Schinopsis brasiliensis* apresentam em sua estrutura vários metabólitos secundários com atividade antifúngica. Na extração da substância ativa, o tamanho da granulometria do material vegetal está interligado com a concentração do extrato, caracterizando de tal forma sua atividade biológica¹. Assim, o objetivo deste trabalho foi aplicar o planejamento experimental composto central e obter o perfil de tamanho de partícula e a concentração da infusão do extrato, em concentrações mínimas frente cepas de *Candida glabrata*.

Resultados e Discussão

As variáveis independentes foram: tamanho de partícula (TP) e concentração da infusão (CI). A variável dependente é a concentração inibitória mínima (CIM).

O TP linear demonstrou-se significativo, como apresentado na tabela 1.

Tabela 1. Análise de variância frente a *C. glabrata* (10221)

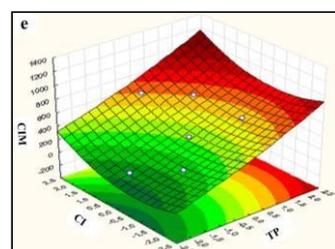
Fatores	Soma dos quadrados	Df	Média quadrática	F- valor	p - valor
TP (L)	343408,3	1	343408,3	31,60057	0,004924*
TP (Q)	1047,8	1	1047,8	0,09641	0,771682
CI (L)	32865,3	1	32865,3	3,02428	0,157013
CI (Q)	22957,1	1	22957,1	2,11252	0,219764
TP por CI	1,0	1	1,0	0,00009	0,992806
Erro	43468,6	4	10867,2		
Total SS	444844,4	9			

R²= 0,9023. * Estatisticamente significativo para p < 0,05

Os valores preditos de CIM poderão ser obtidos através da seguinte equação de regressão linear: CIM= 328,42 + 169,17 TP.

Diante as análises dos efeitos, é perceptível a relação do TP com a CIM, frente às cepas *C. glabrata*.

Figura 1. Superfície de resposta da *S. brasiliensis* frente a *C. glabrata* (10221)



Assim, a CI não é significativa nas condições testadas.

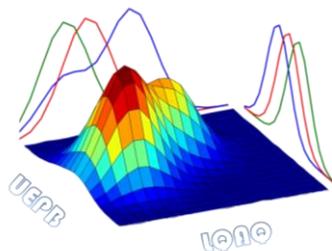
Conclusões

A *S. brasiliensis* apresentou atividade antifúngica frente *C. glabrata* e o uso do planejamento experimental composto central demonstra um perfil a ser seguido na preparação da matéria prima vegetal. A superfície de resposta demonstra que quanto menor TP menor será a CIM obtida, portanto é o ponto de otimização e as partículas com tamanho médio entre 0,037 – 0,074 µm ou menores produzem extratos mais potentes.

Agradecimentos

Núcleo de inovação terapêutica (NIT).

¹Saraiva, A.M.; Saraiva, C.L.; Cordeiro, R.P.; Soares, R.R.; Xavier, H.S e Caetano, N. Atividade antimicrobiana e sinérgica das frações das folhas de *Schinopsis brasiliensis* Engl. frente a clones multirresistentes de *Staphylococcus aureus*. Bras. Pl. Med., 2013, 199-207, 15 (2).



Planejamento Box-Behnken para triagem de variáveis no processo de secagem por aspersão de extrato das folhas de *Punica granatum*

Janaína Carla Barbosa Machado ^{1,2} (PG)*, Joyce Cristina da Silva ¹ (IC), Mágda Rhayanny Assunção Ferreira ¹ (PQ), Luiz Alberto Lira Soares ^{1,2} (PQ).

¹Núcleo de Desenvolvimento Analítico e Tecnológico de Fitoterápicos (NUDATEF-UFPE), SN, 50740-521.

²Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas (PPGCF-UFPE), SN, 50740-600.

Palavras Chave: *Design de experimentos, Extratos vegetais, Spray drying.*

Introdução

A secagem por aspersão permite obter produtos com características pré-definidas, mais estáveis e versáteis¹. Na secagem de produtos de origem vegetal, além dos ajustes nos parâmetros do equipamento é necessário ajustar os adjuvantes de secagem, selecionados de acordo com a finalidade do produto². Planejamentos fatoriais como Box-Behnken podem ser aplicados nessa abordagem, para estabelecer quais variáveis são mais influentes e devem ser otimizadas³. Nesse sentido, o objetivo desse trabalho foi aplicar o planejamento Box-Behnken como ferramenta de triagem das variáveis influentes no processo de secagem de extratos das folhas de *Punica granatum* para obter produtos secos com propriedades tecnológicas adequadas à produção de comprimidos.

Resultados e Discussão

As variáveis independentes foram os parâmetros do equipamento: temperatura do ar de entrada (120 (-1) a 160°C (+1) e 140°C PC), e fluxo de alimentação da solução extrativa (0,6 (-1) a 1,0 L/h (+1) e 0,8 L/h PC), e o adjuvante utilizado na secagem (aerosol (+1), maltodextrina (PC) e celulose microcristalina (-1)). Os parâmetros tecnológicos avaliados refletem propriedades interessantes para um produto seco capaz de ser comprimido.

De acordo com o planejamento Box-Behnken, as variáveis independentes estudadas não são significantes quanto ao ângulo de repouso. No campo experimental estudado o nível assumido pelo *Fal*, *Te* ou adjuvante não

modificou as características de escoamento avaliadas pelo ângulo de repouso.

Entretanto, quando as características de fluxo são avaliadas pelo fator de Hausner (FH) e índice de compressibilidade (IC) o tipo de adjuvante exerce influência significativa, bem como sua interação com a temperatura, e, interação entre temperatura e fluxo de alimentação. Considerando a superfície de resposta, a celulose (-1) com *Te* = 120 °C (-1) e *Fal* = 1 L/h (+1) alcança resposta favoráveis ao objetivo, FH ≈ 1,2, e IC ≈ 20% classificando os pós com bom fluxo, porém com baixa compressibilidade.

Conclusões

A aplicação do planejamento Box-Behnken permitiu determinar as variáveis influentes no processo de secagem de extrato das folhas de *P. granatum*, inferindo que o tipo de adjuvante (celulose) é a variável com maior influência sobre as respostas, porém sua performance depende dos níveis assumidos pela temperatura de entrada e fluxo de alimentação. Dessa forma, esses resultados podem ser utilizados para otimizar e validar um modelo matemático que descreva esse processo.

Agradecimentos

CNPq, FACEPE, PPGCF.

¹ Cortés-Rojas, D. F.; Souza, C. R. F. e Oliveira, W. P. *J. King Saud Uni. Eng. Sci.* **2016**, 28, 141-146.

² Gallo, L.; Ramirez-Rigo, M. V.; Piña, J. e Bucalá, V. *Chem Eng Res Des.* **2015**, 104, 681-694.

³ Ferreira, S. L. C.; Lemos, V. A.; Carvalho, V. S.; Silva, E. G. P.; Queiroz, A. F. S.; Felix, C. S. A.; Silva, D. L. F.; Dourado, G. B. e Oliveira, R. V. *Microchem J.* **2018**, 140, 176-182.

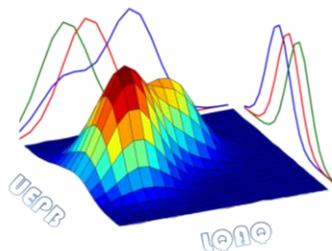


Tabela 1- Análise estatística do modelo estatístico empregado no planejamento Box Behnken avaliando as variáveis no processo de secagem de extratos de *P. granatum*.

Termos	CI%		θ (°)		FH	
	Coef. (t-test)	F	Coef. (t-test)	F	Coef. (t-test)	F
bo	29,09 (97,98)*	-	27,62 (37,36)*	-	1,41 (118,12)*	-
Adj (L)	3,25 (8,93)*	79,89*	1,77 (1,95)	3,83	0,05 (7,19)*	51,74*
Adj (Q)	0,53 (4,60)*	21,23*	-1,83 (-2,74)	7,55	0,02 (3,65)	13,33
Te (L)	0,72 (3,85)	14,83	2,06 (2,24)	5,05	0,02 (2,58)	6,66
Te (Q)	0,53 (2,92)	8,53	-0,07 (-0,11)	0,01	0,01 (1,92)	3,69
Fal (L)	0,72 (-2,63)	6,92	-0,20 (-2,43)	5,94	-0,02 (-2,56)	6,56
Fal (Q)	0,53 (1,03)	1,06	0,95 (1,43)	2,06	0,01 (1,48)	2,21
Adj(L)/Te(L)	1,02 (-9,31)*	86,78*	-3,74 (-2,92)	8,53	-0,08 (-7,26)*	52,84*
Adj(L)/Fal(L)	1,02 (4,16)	17,34	1,08 (0,84)	0,71	0,04 (3,67)	13,47
Te(L)/Fal(L)	1,02 (6,91)*	47,83*	-3,36 (-2,62)	6,91	0,07 (6,47)*	41,88*
r²	0.690		0.801		0.692	

Onde: Adj: adjuvante; Te: Temperatura de entrada (°C); Fal: Fluxo de alimentação (L/h); L: linear; Q: Quadrático; CI: Índice de compressibilidade; θ : Ângulo de repouso; FH: Fator de Hausner; * Termos significativos para $\alpha \leq 0,05$.

Planejamento de mistura aplicado na otimização de um método de digestão usando ácido diluído e detecção por ICP OES

Ivana L. da S. Romão^{1,2} (PG), Franciele C. Novais (PG)^{2,*}, Vinnícius H. C. da Silva (PG)³, Cleber G. Novaes (PQ)², Raildo M. de Jesus (PQ)³, Ana M. P. dos Santos (PQ)¹

*novais1992@hotmail.com

1- Universidade Federal da Bahia, Laboratório de Química Analítica, Campus de Ondina, Salvador Bahia.

2- Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Laboratório de Química Analítica III, Campus Jequié, Jequié-BA.

3- Departamento de Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Estadual de Santa Cruz, Campus Soane Nazaré, Ilhéus-BA.

Palavras Chave: Planejamento de mistura, digestão, ácido diluído.

Introdução

Em geral, antes que a amostra seja submetida à análise, uma etapa de digestão ou extração é necessária, convertendo o analito na forma de solução. Muitos métodos de digestão usam ácidos concentrados na preparação. No entanto, uma alternativa eficiente é através do uso de ácidos diluídos, pois reduz as quantidades de reagentes, produz menor valor de branco analítico e menor acidez residual¹.

Resultados e Discussão

Um planejamento de mistura com restrições foi realizado para otimizar o volume de água ultrapura, ácido nítrico 4,0 mol L⁻¹ e peróxido de hidrogênio 30% na digestão de fruta vidro (*Caseariae fasciculata*). Bombas tipo Parr, tempo de digestão de 4 horas, temperatura de 160 °C e massa da amostra de 0,2 g foram usadas na digestão. O planejamento foi avaliado através de duas respostas globais (desejabilidade D e múltipla resposta MR), acidez residual e teor de carbono residual para dez elementos, determinados por ICP OES. As superfícies de resposta obtidas são mostradas na Figura 1. As respostas D e MR foram maiores em regiões intermediárias nos experimentos. É possível observar que à medida que a acidez da digestão final aumenta, o conteúdo de carbono residual diminui. Portanto, uma condição eficiente para atender às quatro respostas avaliadas corresponde a 4,0, 1,5 e 0,5 mL para H₂O, HNO₃ e H₂O₂, respectivamente.

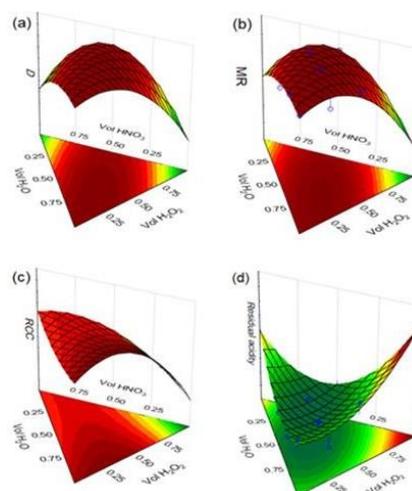


Figura 1. Superfícies de resposta. (a) Desejabilidade; (b) resposta múltipla; (c) carbono residual (RCC) e (d) acidez residual.

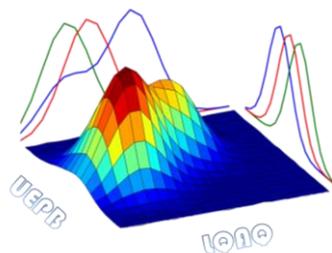
Conclusões

O planejamento de mistura proporcionou rapidez e eficiência na otimização do método. As funções D e MR foi útil para otimizar as proporções dos reagentes usados na digestão. O método também forneceu baixo teor de carbono residual e baixa acidez residual.

Agradecimentos

UFBA / CAPES / LQA / UESB / CNPq

¹ Bizzi, C. A.; Nóbrega, J. A.; Barin, J. S.; Flores, E. M. M. *Microwave-Assisted Sample Preparation for Trace Element Analysis*, Elsevier, Amsterdam, 2014, 179-204.



Planejamento Doehlert aplicado na otimização da produção de lipase utilizando o bagaço de malte de cevada

Romário A. Santana¹ (PG), Maísla P. Rocha¹ (IC), Iago N. Pereira¹ (IC)*, Mário S. R. Gomes¹ (PQ), Gildomar L. Valasques Junior¹ (PQ)*, Cleber G. Novaes¹ (PQ), Baraquizio B. do Nascimento Junior¹ (PQ). *iago_nasci@hotmail.com

¹ - Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – UESB – DCT - Campus de Jequié-BA.

Palavras Chave: Planejamento Doehlert, lipase, bagaço de malte.

Introdução

O bagaço de malte é quantitativamente o principal resíduo agroindustrial do processo cervejeiro, tornando-se assim um potencial poluente para o meio ambiente¹. Visando avaliar o uso desse resíduo como biomassa alternativa natural e barata para produção de enzimas de interesse comercial, este trabalho tem como objetivo o emprego de um planejamento experimental Doehlert para otimizar a produção de lipase de *Aspergillus niger* ATCC 1004.

Resultados e Discussão

O planejamento Doehlert proposto (Tabela 1) avaliou a influência das variáveis tempo de fermentação (cinco níveis), temperatura (cinco níveis) e concentração de esporos (três níveis) durante o processo fermentativo.

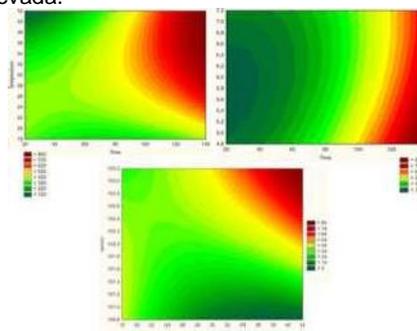
Tabela 1. Matriz Doehlert para otimização da produção de PG no resíduo de laranja pera.

Ensaios	T(°C)	t (h)	U
1	40	72	10,156
2	35	48	40,052
3	35	48	63,438
4	35	96	39,896
5	35	96	53,021
6	30	24	10,885
7	30	72	12,031
8	30	72	12,604
9	30	72	17,396
10	30	120	22,917
11	25	48	25,000
12	25	48	33,021
13	25	96	35,417
14	25	96	44,844
15	20	72	34,375

T: temperatura de fermentação; t: tempo de fermentação; U: atividade enzimática.

Através das superfícies de respostas obtidas (Figura 1), as condições ótimas para produção de lipase foram: temperatura de 30 °C, 48 h de fermentação e concentração de esporos de $1,11 \times 10^7$. Nestas condições o valor predito encontrado foi de 65,77 U. O valor predito foi validado através de um experimento em triplicata, obtendo-se um valor experimental de $67,84 \pm 1,53$ U, com um erro experimental de apenas 3,14%.

Figura 1. Superfícies de resposta para otimização da produção de lipase utilizando o bagaço do malte de cevada.



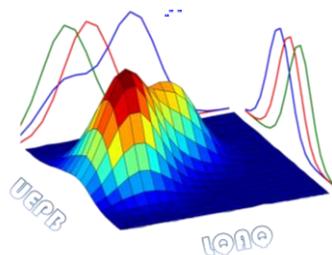
Concl u ões

Através da aplicação do planejamento Doehlert foi possível obter condições ótimas para melhorar a produção de lípase utilizando o bagaço de malte de cevada.

Agradeci entos

Os autores agradecem ao CNPq, CAPES, FAPESB e a UESB pelo apoio financeiro.

¹ De Diego-Díaz, B.; Fernández-Rodríguez, J.; Vitas, A. I., e Peñas, F. J. *Chem. Eng. J.* **2018**, *334*, 65.



Planejamento Doehlert aplicado na otimização da produção de poligalacturonase (PG) no resíduo de laranja pera (*Citrus sinensis* L. Osbeck)

Thatiana C. dos Santos¹ (PG), Romário A. Santana¹ (PG), Iago N. Pereira¹ (PG)*, Mário S. R. Gomes¹ (PQ), Gildomar L. Valasques Junior¹ (PQ), Cleber G. Novaes¹ (PQ), Baraquizio B. do Nascimento Junior¹ (PQ). *iago_naschi@hotmail.com

¹ - Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – UESB – DCT - Campus de Jequié-BA.

Palavras Chave: Planejamento Doehlert, poligalacturonase, resíduo de laranja.

Introdução

A busca por uma forma de reutilizar resíduos agroindustriais tem se tornado um grande desafio na atualidade¹. As cascas de laranja são consideradas matérias-primas para processos de biotransformações, pois apresentam características bioquímicas que podem ser utilizadas como fontes para biossínteses de produtos úteis. Dessa forma, este trabalho teve como objetivo aplicar o planejamento experimental Doehlert na otimização da produção de poligalacturonase (PG) de *Aspergillus niger* ATCC 1004 através da fermentação submersa do resíduo da casca de laranja pera (*Citrus sinensis* L. Osbeck).

Resultados e Discussão

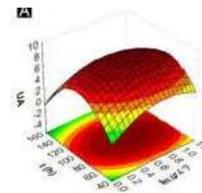
A matriz e os resultados do planejamento Doehlert aplicado estão demonstrados na Tabela 1. Através da superfície obtida (Figura 1), foi possível obter as condições ótimas para produção de PG (96 h de fermentação e concentração de indutor de 0,6 g L⁻¹), obtendo-se um valor predito de 8,47 UA. O valor predito foi validado através de um experimento em triplicata, obtendo-se um valor real de 8,77 ± 0,031 UA, com um erro experimental de apenas 3,54%. Posteriormente, um segundo planejamento Doehlert foi aplicado para avaliar o efeito do pH e da temperatura na produção de PG. As condições ótimas encontradas para a máxima atividade da PG foram em pH 4,0 e temperatura de 70 °C.

Tabela 1. Matriz Doehlert para otimização da produção de PG no resíduo de laranja pera.

Ensaio	In (g L ⁻¹)	t (h)	UA
1	1,1	72	7,21±0,059
2	1,1	120	5,35±0,052
3	0,6	48	4,76±0,059
4	0,6	96	8,19±0,061
5	0,6	96	8,46±0,065
6	0,6	96	8,77±0,031
7	0,6	144	4,69±0,040
8	0,1	72	5,89±0,111
9	0,1	120	5,02±0,028

In: concentração do indutor; t: tempo de fermentação; UA: atividade enzimática.

Figura 1. Gráfico de superfície de resposta da otimização da PG no resíduo de laranja pera.



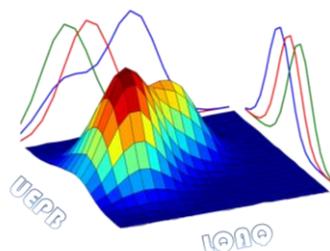
Concl uões

Com a aplicação dos planejamentos Doehlert foi possível otimizar de forma rápida e eficiente as condições ideais para produção de PG.

Agradeci entos

Os autores agradecem ao CNPq, CAPES, FAPESB e a UESB pelo apoio financeiro.

¹ Abid, M.; Cheikhrouhou, S.; Renard, C. M.; Bureau, S.; Cuvelier, G.; Attia, H. e Ayadi, M. A. *Food Chem* **2017**, *215*, 318–325.



Planejamento Experimental Composto Central Aplicado à Otimização da Ação Biológica da *Schinopsis brasiliensis* Frente à *Candida Krusei*.

Wesley Candido Santos (IC) ^{1*}, Franciely da Costa Alves (IC)¹, Jocimar da Silva Santos (PG)²

*wesleycandido1@gmail.com

¹Departamento de Farmácia, Faculdade Rebouças de Campina Grande (FRCG), CEP: 58407-368, Campina Grande, PB, Brasil

²Programa de Pós-graduação em Inovação Terapêutica, Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), CEP 50740-521, Recife, PE, Brasil.

Palavras-Chave: *Schinopsis brasiliensis*, Tamanho de partícula, *Candida krusei*.

Introdução

As folhas da *Schinopsis brasiliensis* apresentam uma ampla atividade farmacológica, como ação antifúngica, antimicrobiana, anti-inflamatória e antioxidante. O tamanho da partícula (TP) e o processo da extração dos compostos químicos presentes nas folhas, podem influenciar em sua atividade farmacológica¹. Portanto, o objetivo deste trabalho foi aplicar o planejamento experimental composto central para obtenção de um perfil de granulometria e concentração de infusão (CI) deste extrato, frente a cepas de *C. krusei*.

Resultados e Discussão

No estudo foi utilizado variáveis independentes (TP e CI) e a variável dependente, concentração inibitória mínima (CIM). Foram realizados 10 ensaios de forma aleatória, constituídos por 4 pontos fatoriais (2²), 4 pontos axiais e duas repetições no ponto central.

A CI linear foi significativa, como apresentado na tabela 1.

Tabela 1. Análise de variância para *C. krusei* (ATCC 34135).

Fatores	Soma dos quadrados	Df	Média quadrática	F- valor	p - valor
TP (L)	897627	1	897627	1,33068	0,312920
TP (Q)	38258	1	38258	0,05671	0,823468
CI (L)	9135075	1	9135075	13,54221	0,021204*
CI (Q)	4771751	1	4771751	7,07384	0,056410
TP por CI	2809	1	2809	0,00416	0,951644
Erro	2698252	4	674563		
Total SS	18459755	9			

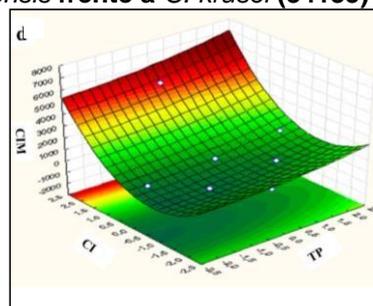
R²= 0,8538. * Estatisticamente significativo para p < 0,05.

Na regressão linear, os valores preditos podem ser alcançados utilizando a equação:

$$CIM = 317,36 + 872,5CI$$

Na figura 1 é observada no ponto mais verde a menor CIM obtida a partir da CI, sendo corroborado com a ANOVA, que demonstra não significância do TP.

Figura 1. Superfície de resposta da *S. brasiliensis* frente a *C. krusei* (34135)



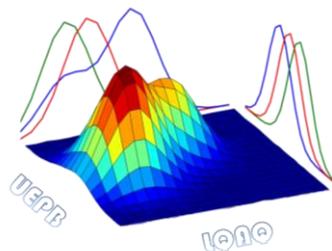
Conclusão

Com a aplicação do planejamento experimental composto central, é observada a atividade antifúngica frente às cepas de *C. krusei*. Onde o TP não foi significativo na CIM, no entanto a CI foi significativa, apresentando como ponto otimizado a concentração de 2,5 g.100mL⁻¹.

Agradecimentos

Núcleo de Inovação Terapêutica (NIT).

¹Medeiros A., Alencar L., Castro F. *Schinopsis brasiliensis* Engl. Medicinal and Aromatic Plants of the World, 2018, 5, 421-429.



Planejamento Fatorial 2³ na Avaliação Quantitativa dos Fatores que Afetam a Energia de Ativação de Reações E2 Modeladas Computacionalmente

Jhony R. Alves^{1*} (IC), Kaio H. O. Romão¹ (IC), Higo de Lima B. Cavalcanti (PQ)¹, Adamastor R. Tôrres (PQ)¹

¹Departamento de Educação Superior, Instituto Federal da Paraíba, Sousa, PB, Brasil.
*e-mail: jhonyribeiro-17@hotmail.com

Palavras Chave: Planejamento Fatorial, Energia de Ativação, Reação E2.

Introdução

Estudos em química teórica abordando reações E2 são interessantes devido a fatores como possibilidade de ocorrer em fase gasosa e apresentar mecanismo de uma única etapa^[1]. No presente estudo, um planejamento fatorial^[2] é empregado com o objetivo de investigar os fatores que afetam a energia de ativação em reações do tipo E2 envolvendo como substrato (R) os haletos orgânicos primário e secundário (CH₃CH₂Y e CH₃CHYCH₃), os grupos de saída Y (Cl e Br), e as espécies X (OH⁻ e OCH₃⁻) atuando como bases de Lewis.

Resultados e Discussão

As reações do tipo, X⁻ + RY, foram modeladas utilizando-se o pacote computacional Gaussian09 com o método MP2/aug-cc-pVTZ para as otimizações de geometria. A matriz de planejamento foi construída atribuindo-se o nível -1 para o substrato primário, base de Lewis OH⁻ e grupo de saída Cl. O nível +1 foi codificado para o substrato secundário, base de Lewis ⁻OCH₃ e grupo de saída Br. O planejamento fatorial 2³ foi empregado para estimar quantitativamente os efeitos principais do substrato (Fator 1), da base de Lewis (Fator 1) e do grupo de saída (Fator 3) e as possíveis interações entre eles. A tabela 1 apresenta os valores calculados para todos os efeitos e suas interações. Os resultados mostram que os fatores principais 1 e 3 são significativos. Considerando o Fator 1, observou-se um aumento médio na ordem de 5,9 kJ/mol na energia de ativação quando o nível do substrato foi de -1 para +1, indicando que o impedimento estérico torna o substrato secundário menos reativo quando comparado

ao substrato primário. A análise do Fator 3 revela uma redução na energia de ativação (aproximadamente 4 kJ/mol) quando o grupo de saída é alterado de Cl para o Br, uma vez que a ligação C-Br é mais longa e mais fraca dado o volume do átomo de Br.

Tabela 1. Efeitos calculados do planejamento fatorial 2³ para reações E2.

Efeitos Principais:	
1 (Substrato)	5,925
2 (Base de Lewis)	-0,5
3 (Grupo de Saída)	-4,155
Interações de dois fatores	
12	-0,05
13	-0,015
23	0,2
Interação de três fatores	
123	0,63

Conclusões

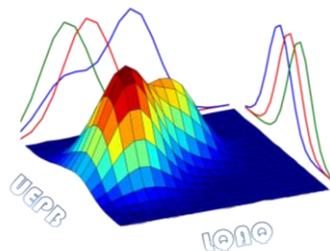
De acordo com a análise do planejamento fatorial, apenas os efeitos principais 1 e 3 foram significativos considerando a natureza dos substituintes estudados. A energia de ativação das reações estudadas através do mecanismo E2 mostraram-se, no presente nível de teoria, menos sensíveis a força da base de Lewis.

Agradecimentos

Agradecemos ao IFPB, UFPB ao CENAPAD-SP.

¹ Bachrach, S.M. Computational organic chemistry, 2^a ed, John Wiley & sons, 2014: New Jersey.

² Neto, B. B.; Scarmínio, I. S.; Bruns, R. E., Como fazer experimentos, 3^a ed., Editora da Unicamp, 2007: Campinas



Planejamento Fatorial 2³ no Estudo Quântico Computacional de Reações S_N2: Avaliação Quantitativa dos Fatores que Afetam a Energia de Ativação.

Kaio H. O. Romão^{1*} (IC), Higo de Lima B. Cavalcanti (PQ)¹, Adamastor R. Tôres (PQ)¹, Jhony R. Alves¹ (IC),

¹Departamento de Educação Superior, Instituto Federal da Paraíba, Sousa, PB, Brasil.
*e-mail: kainromao@gmail.com

Palavras Chave: Planejamento Fatorial, Reações S_N2, Orgânica Computacional.

Introdução

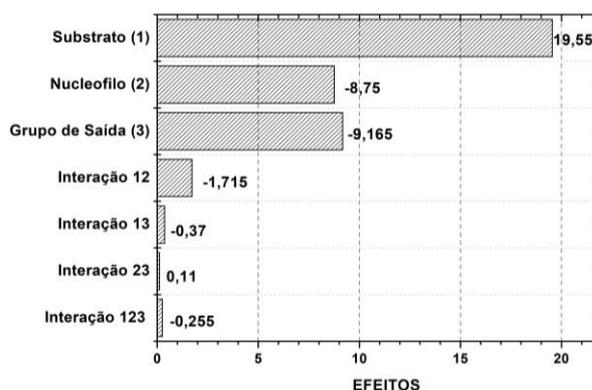
A correta determinação da barreira de ativação nos estudos de reações orgânicas S_N2 apresenta-se como um desafio para a química computacional^[1]. Atualmente, as pesquisas em modelagem computacional para tais reações envolvem grupos relativamente pequenos com o intuito de avaliar detalhes sobre o mecanismo de reação e valores exatos das energias^[2]. Neste trabalho, um planejamento fatorial^[3] é empregado com o objetivo de estabelecer quantitativamente como os fatores substrato (carbono primário ou secundário), nucleófilo (OH⁻ ou ⁻OCH₃) e grupo de saída (Cl ou Br) afetam a energia de ativação em mecanismos S_N2.

Resultados e Discussão

As reações do tipo, X⁻ + RY, onde X = OH, OCH₃, R = CH₃CH₂, CH₃CHCH₃ e Y = Cl, Br foram modeladas utilizando-se o pacote computacional Gaussian09 com o método MP2/aug-cc-pVTZ para as otimizações de geometria. A matriz de planejamento foi construída atribuindo-se o nível -1 para o substrato primário, nucleófilo OH⁻ e grupo de saída Cl. O nível +1 foi codificado para o substrato secundário, nucleófilo ⁻OCH₃ e grupo de saída Br. O planejamento fatorial 2³ foi empregado para estimar quantitativamente os efeitos principais do substrato (Fator 1), do nucleófilo (Fator 2) e do grupo de saída (Fator 2) e as possíveis interações entre eles. A figura 1 apresenta o Gráfico de Pareto para os valores calculados para os efeitos e suas interações. Os resultados mostram que os fatores principais são (os que mais afetam a energia de ativação em mecanismos S_N2). Mudando o nível do Fator 1 ocorre um aumento de 19,55 kJ/mol na energia de ativação, indicando que quanto mais impedido estericamente for o carbono ligado ao grupo de saída menos reativo será o substrato.

A diminuição do valor da energia (kJ/mol) ocorre quando se modifica os níveis do nucleófilo (8,75) e do grupo de saída (9,165). O efeito do Fator 2 ocorre pelo fato do grupo ⁻OCH₃ ser uma base de Lewis mais forte em relação ao grupo OH⁻, enquanto o efeito do Fator 3 pode ser explicado pelo maior comprimento da ligação C–Br, uma vez que o Br é um átomo mais volumoso.

Figura 1. Gráfico de Pareto para os efeitos do planejamento fatorial 2³ das reações S_N2.



Conclusões

De acordo com a análise do planejamento fatorial, apenas os efeitos principais (mostraram maior influência sobre a energia de ativação), indicando que os resultados obtidos no presente trabalho estão de acordo, em nível qualitativo, com os dados de literatura consagrada da área.

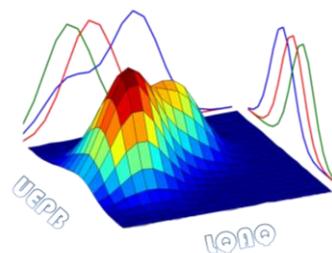
Agradecimentos

Agradecemos ao IFPB, UFPB ao CENAPAD-SP.

¹ Bachrach, S.M. Computational organic chemistry, 2^a ed, John Wiley & sons, 2014: New Jersey.

² Tajti, V., Czakó, G., *J. Phys. Chem. A*, 2017, 121, 2847.

³ Neto, B. B.; Scarminio, I. S.; Bruns, R. E., Como fazer experimentos, 3^a ed., Editora da Unicamp, 2007: Campinas.



Planejamento fatorial aplicado na mineralização de resíduo de DPPH

Kethlin Flora Curiel ^{1*}, Wanessa R. Melchert ²

¹ (IC) Departamento de Ciências Exatas, ESALQ/USP, Av. Pádua Dias, 11 - Cx. Postal 9 - Piracicaba – SP. E-mail: kethlin.curriel@usp.br

² (PR) Departamento de Ciências Exatas, ESALQ/USP, Av. Pádua Dias, 11 - Cx. Postal 9 - Piracicaba – SP.

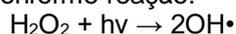
Palavras Chave: Resíduo de DPPH, Mineralização, Peróxido de Hidrogênio.

Introdução

Dentre as análises mais realizadas em alimentos, tem-se a determinação da atividade antioxidante, geralmente pelo método de sequestro de radicais por DPPH. Após realizar a análise obtém resíduo tóxico, que não é facilmente descartado.

Os processos oxidativos avançados (POA's) são baseados na geração de radicais livres (hidroxil •OH), que apresentam alto poder oxidante e podem promover rapidamente a degradação de vários compostos poluentes ^{1,2}.

Os estudos foram conduzidos utilizando os sistemas homogêneos com emprego de oxidante forte como o H₂O₂, onde o radical hidroxila foi gerado com exposição à radiação ultravioleta, conforme reação:



A análise multivariada foi utilizada na triagem, ajuste fino e na validação do modelo encontrado.

Resultados e Discussão

Os resultados da avaliação da mineralização do resíduo são apresentados como porcentagem do decréscimo da absorbância inicial em relação a absorbância final medida espectrofotometricamente no máximo de absorção do resíduo de DPPH ($\lambda = 320 \text{ nm}$). Primeiramente, foi realizado planejamento fatorial ²³, tendo como variáveis o tempo de exposição, volume de resíduo e concentração de peróxido de hidrogênio. Nessa triagem, o volume de resíduo foi insignificante, tornando-o constante em 70 mL. Para as variáveis significantes, planejamento fatorial ²² com três pontos centrais e pontos axiais, totalizando 11 ensaios e maiores porcentagens de mineralização do resíduo foram encontradas em torno dos máximos das variáveis avaliadas. Teste de extrapolação foi realizado

para encontrar o ponto máximo seguido de novo planejamento (²² com três pontos centrais e axiais). Gráfico de superfície de resposta foi obtido (Figura 1) e o modelo estimado:

$$\% \text{ de degradação} = 70 + 9v_1 + 21v_2 - 7v_1^2 - 18v_2^2$$

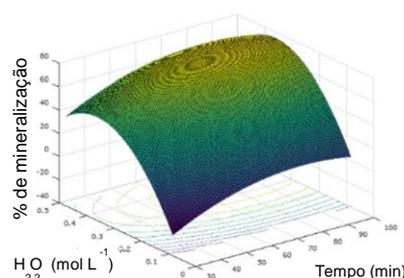


Figura 1. Gráfico de superfície de resposta.

Conclusões

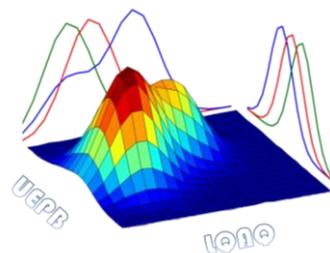
A maior porcentagem de mineralização do resíduo ($75,95 \pm 0,6\%$) foi encontrada com volume de resíduo de 70 mL; 81 minutos de exposição ao UV com $0,36 \text{ mol L}^{-1}$ de H₂O₂.

Agradecimentos

Agradecimento à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo. Processo FAPESP nº 2018/23384-2 e 2018/24029-1.

¹ HIRVONEN, A.; TUHKANEN, T.; KALLIOKOSKI, P. Treatment of TCE- and PCE contaminated groundwater using UV/H₂O₂ and O₃/H₂O₂ oxidation processes. *Wat. Sci. Tech.*, v.33, p.67-73, 1996.

² VALLEJO, M.; ROMÁN, M. F. S. R.; ORTIZ, I.; IRABIEN, A. Overview of the PCDD/Fs degradation potential and formation risk in the application of advanced oxidation processes (AOPs) to wastewater treatment. *Chemosphere*, v. 118, p. 44-56, 2015.



Planejamento fatorial completo aplicado na avaliação da influência da cocção na concentração de minerais em folhas de palma forrageira do estado da Bahia

Filipe Barbosa Santana^{1*} (PG), Hilária Freitas A. Silveira¹ (IC), Thaís de Luz Souza¹ (PG), Wagner Piler C. dos Santos² (PQ), Laís Araújo Souza¹ (PQ), Daniele Cristina M. B. dos Santos¹ (PQ)
**barbosafilipe118@gmail.com*

1-Universidade Federal da Bahia, Departamento de Química Analítica, Salvador - Ba, Brasil, 40170-110.

2- Instituto Federal da Bahia, Departamento de Química, Salvador – Ba, Brasil, 40301-015.

Palavras Chave: cocção; palma forrageira; planejamento fatorial.

Introdução

O processo de cozimento pode induzir alterações nas qualidades físico-químicas e nutricionais dos alimentos, como perda de água, teor de gordura e teor de minerais¹. Assim, tem-se por objetivo aplicar um planejamento fatorial completo para avaliar a influência da cocção na concentração de Ba, Ca, Cu, Fe, K, Mg, P, Sr e Zn em folhas de palma (*Opuntia ficus-indica* e *Nopalea cochenilifera*) por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES).

Resultados e Discussão

Empregou-se um planejamento fatorial completo 2³ para avaliar: razão massa de amostra/volume de água de cocção (m/v) (1:2 – 1:1), tempo de cocção (5 a 10 min.) e tipo de cocção (fogão e forno de micro-ondas). Utilizou-se a função resposta múltipla (RM) para tratamento dos dados e gerou-se o gráfico de Pareto (Figura 1), em que a única variável significativa foi a razão (m/v) no maior nível. Aplicando-se a ANOVA a 95 % de confiança, tem-se que o modelo não apresentou falta de ajuste (p=0,3731). Deste modo, utilizou-se o experimento com maior RM para cocção das amostras, que consistiu na razão m/v de 1:1, cozimento em micro-ondas por 10 minutos. Aplicou-se o procedimento em 6 amostras de folha de palma de diferentes cidades do estado da Bahia e comparou-se com o teor total obtido após decomposição ácida em bloco digestor com sistema fechado². As concentrações dos elementos variaram com o processo de cozimento (Tabela 1). O aumento pode ser devido à perda de água, destruição de

inibidores e formação de compostos que complexam com íons metálicos. Já o decréscimo pode ser creditado à volatilização de compostos organometálicos com a temperatura de vapor da água³.

Figura 1. Gráfico de Pareto

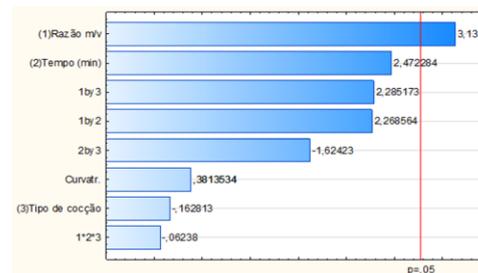


Tabela 1. Faixa de concentração dos analitos

	Analito	Palma Cozida	Palma Crua
(µg g ⁻¹)	Ba	17,07 - 259	18,99 - 258
	Cu	0,68 - 4,81	0,66 - 3,33
	Fe	138 - 39,6	8,0 - 39,8
	Sr	103 - 196	91,7 - 193
	Zn	16,7 - 96,3	13,1 - 111
(% m m ⁻¹)	Ca	0,94 - 1,28	2,10 - 5,15
	K	1,01 - 1,55	1,24 - 2,00
	Mg	0,68 - 1,31	0,49 - 0,71
	P	0,03 - 0,25	0,06 - 0,51

Conclusões

Observou-se que o processo de cocção em forno de micro-ondas causou alterações nas concentrações dos elementos presentes nas amostras de folha de palma.

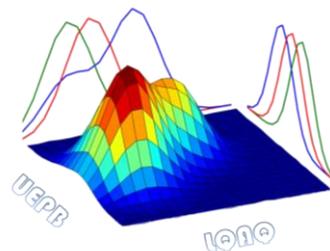
Agradecimentos

FAPESB, CAPES e CNPq.

¹ De Santiago et al., *Food Chem.* **2018**, 240, 1055-1062.

² Santana, FB. Dissertação de mestrado, UFBA, 2020.

³ Santos et al., *Food Chem.* **2018**, 240, 112-122.



Sistema de foto-oxidação em linha para degradação de corante têxtil utilizando H₂O₂ 30% e radiação UV.

Rodrigo de J. Araújo¹, Adriano V. B. Chagas¹, Caio S. A. Félix¹, João B. Pereira Junior¹, Heloysa M. C. Andrade², Sérgio L. C. Ferreira. e-mail: sergio1057@yahoo.com.br

¹ Grupo de Pesquisa em Química e Quimiometria, Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia.

² Laboratório de Catálise e Materiais, Departamento de Química Geral e Inorgânica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia

Palavras Chave: Corantes têxteis, degradação, planejamento fatorial.

Introdução

Corantes reativos são os mais consumidos mundialmente. Podem ser utilizados em diversos tipos de fibras, mas eles são aplicados principalmente em fibras celulósicas, como o algodão. Um grande problema dos corantes é o seu descarte. Seus rejeitos, provenientes da indústria têxtil, estão entre os maiores poluidores ambientais, especialmente o ambiente aquático. Este trabalho propõe um método de degradação de corantes utilizando H₂O₂ 30% e radiação UV, aplicando também planejamento fatorial 2², e avaliando a sua eficiência através das medidas de absorbância.

Resultados e Discussão

Soluções sintéticas de corante foram preparadas, diluindo o pó do corante em água ultrapura fervente. Para a degradação do corante, foi utilizado H₂O₂ 30% (m/m). A reação ocorreu num sistema fechado, com uma lâmpada UV. Dois planejamentos fatoriais 2² foram realizados. Foram utilizados 5 mL de solução do corante, tendo o volume de H₂O₂ 30% fixado em 1 mL no 1^o planejamento e 3 mL no 2^o. O tempo de corrida e a vazão foram as variáveis escolhidas.

O planejamento fatorial 2² foi feito com base nos parâmetros da tabela 1. Foram utilizados 2 corantes: azul índigo e verde. Os resultados do planejamento fatorial apresentaram a mesma tendência.

Tabela 1. Planejamento fatorial 2² para o corante azul índigo.

Exp.	Tempo (min)	Vazão (mL.min ⁻¹)	% de degradação (1 mL H ₂ O ₂)	% de degradação (3 mL H ₂ O ₂)
1	35 (1)	2,5 (1)	98,03%	95,24%
2	35 (1)	1,5 (-1)	99,67%	97,21%
3	5 (-1)	2,5 (1)	74,47%	69,95%
4	5 (-1)	1,5 (-1)	75,45%	70,44%
PC 1	20 (0)	2 (0)	97,87%	92,12%
PC 2	20 (0)	2 (0)	97,62%	92,86%

A cinética da reação foi estudada, utilizando as melhores condições encontradas no planejamento fatorial. O estudo da cinética mostrou que a reação de degradação dos corantes é online, com R² > 0,98.

Conclusões

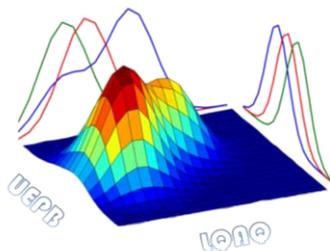
O resultado apresentado foi satisfatório na utilização em corantes têxteis, com taxa de degradação superior a 95%. O método utilizado tem como vantagens a eficiência, simplicidade, custo e portabilidade, além de não gerar resíduos tóxicos.

Agradecimentos

Os autores agradecem aos órgãos de fomento CAPES, CNPQ e FAPESB pelo apoio financeiro.

¹FELIX, C. S. A. et al. Microchemical Journal, v. 146, 1204-1208, 2019.

²GUARATINI, C. C. I. et al. Química Nova, v. 23, nº 1, 71-78, 2000.



Otimização das condições de extração dois compostos majoritários da *Piper corcovadensis* e redução de coextrativos usando fluido super crítico

Marília Pessoa^{1*} (IC), Julieth G. Herrera (PG), Bheatriz N.L. Albuquerque (PG), Júlio C.R.O.F. Aguiar (PG), Daniela M.A.F. Navarro (PQ), Licarion Pinto (PQ).

* marilliapessoa@gmail.com

Departamento de Química Fundamental, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE, 50670-901, Brasil

Palavras Chave: Extração, supercrítico, GC-MS, quimiometria, *Aedes Aegypti*, *Piper corcovadensis*.

Introdução

O *Aedes aegypti* é responsável por transmitir diversas arboviroses sendo considerado pela Organização Mundial de Saúde como um dos principais problemas de saúde pública no mundo. Assim o óleo essencial e extratos da planta *Piper corcovadensis* possuem dois compostos majoritários com ação deterrente de oviposição diante das fêmeas do *A. aegypti*, apresentando-se como uma alternativa para combater esse vetor. O objetivo do trabalho, portanto, foi maximizar a extração por fluido supercrítico desses dois compostos majoritários e a redução de coextrativos do óleo a partir de ajustes das condições dos seguintes fatores: pressão, temperatura e tempo. Os fatores foram estudados com um planejamento de composto central (CCD¹) com 4 pontos centrais.

Resultados e Discussão

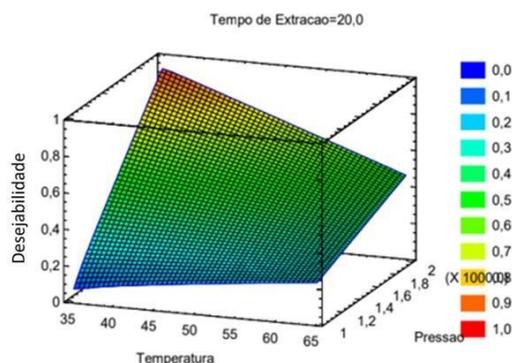
Os experimentos foram analisados em função de maximizar o majoritário 1 e 2, minimizando os outros componentes (co extrativos) simultaneamente. Para isso um modelo de otimização de experimentos foi desenvolvido para cada condição: (1) maximizar o majoritário 1 e 2 (2) e simultaneamente minimizar a quantidade de co extrativos. A partir da análise de variância identificou-se que para os modelos desenvolvidos a temperatura, a pressão e suas interações foram os parâmetros significativos. Foi possível encontrar uma condição em que é possível maximizar a extração do composto majoritário

1 e minimizar os co extrativos. Essas condições foram obtidas a 1685 psi de

pressão e 35,0 °C de temperatura levando a uma desejabilidade de 0,5416. Porém a eficiência de extração foi baixa quando buscou

as três respostas desejadas simultaneamente. É do interesse maximizar a extração dos dois compostos majoritários, mesmo que com a presença de co extrativos. Essa condição foi alcançada a 2000 psi de pressão e 35°C de temperatura levando a uma desejabilidade de 0,869752. A figura 1 mostra a desejabilidade para essa condição.

Figura 1: Superfície de resposta para a desejabilidade ao maximizar a extração dos dois compostos majoritários.



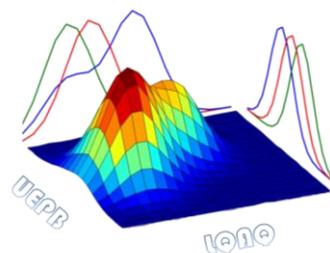
Conclusões

Foi possível encontrar uma condição onde a extração do composto majoritário 1 é maximizada e a dos co extrativos minimizada. Também foi encontrada outra condição onde o composto majoritário 1 e 2 são maximizados. Ambos os compostos são de interesse devido a sua eficiência no impedimento da oviposição do *Aedes aegypti* e por serem provenientes de uma planta típica da região.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, FACEPE, UFPE, DQF.

¹ LEARDI, Ricardo. *Experimental design in chemistry: A tutorial*. Analytica chimica acta 652 (1-2), 161-172, 2009



Uso de ferramentas multivariadas na otimização da solubilização alcalina de carne de bode com TMAH para determinação de metais por FAAS

Juscelia P S Alves¹ (PG), Uillian Mozart F M Cerqueira¹ (PG), Cleber Galvão Novaes¹ (PQ), Marcos A Bezerra*¹ (PQ).

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – LQA II – Rua José Moreira Sobrinho, s/n, Jequiezinho, Jequié – BA
mbezerra@uesb.edu.br

Palavras Chave: matriz Doehlert, TMAH, preparo de amostra

Introdução

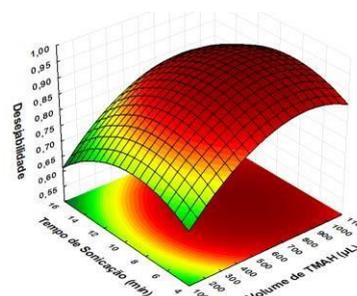
A carne de bode possui baixo teor de gordura sem a perda de qualidade proteica além de ser rica em nutrientes. Neste trabalho comparou-se a solubilização alcalina usando hidróxido de tetrametilamônio (TMAH) com a decomposição por via úmida em bloco digestor usando HNO₃ concentrado para o preparo de amostras de carnes de bode visando a determinação de Ca, Cu, Fe, K, Mg, Na e Zn por espectrometria de absorção atômica com chama (F AAS) e espectrometria de emissão atômica com chama (F AES). A solubilização das amostras com TMAH foi otimizado usando-se planejamento Doehlert.

Resultados e Discussão

O método foi otimizado aplicando-se a matriz de Doehlert associada com função de desejabilidade. Avaliou-se o volume do hidróxido de tetrametilamônio, massa da amostra e o tempo de sonicação no banho ultras-sônico usando-se planejamento Doehlert tendo-se a temperatura fixada em 50 °C. Para a decomposição por via úmida em sistema aberto as condições selecionadas foram de 0,5g de amostra, 3 mL HNO₃, 2 mL de H₂O₂ em temperatura em torno de 120°C por 120 minutos. Para a solubilização alcalina as condições ótimas encontradas foram de 0,5g de amostra, 12 minutos de sonicação no banho ultrassônico e 1000 µL de TMAH. Os limites de detecção e quantificação obtidos para os analitos Ca, Cu, Fe, K, Mg, Na e Zn foram de, respectivamente, 2,28; 0,407; 1,24; 0,0752; 0,0665; 0,191; 0,169 µg g⁻¹ e 7,60; 1,35; 4,14; 0,251; 0,221; 0,638; 0,563 µg g⁻¹. A exatidão foi

avaliada comparando os resultados obtidos pela aplicação do método proposto com os resultados utilizando o bloco digestor e com o material de referência certificado, Bovine Liver NIST 1577b. A aplicação do teste t indicou que não houveram diferenças significativas em um nível de confiança de 95% entre os dois métodos avaliados.

Figura 1. Uma das superfícies de resposta obtidas no procedimento de otimização



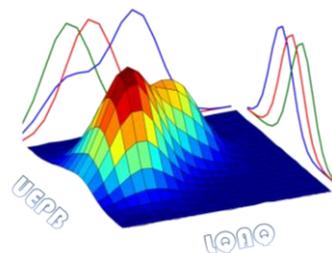
Conclusões

A aplicação das ferramentas multivariadas possibilitou a otimização rápida e eficiente do método com base na dissolução das amostras com TMAH. A comparação com os resultados gerados pela decomposição por HNO₃ não mostrou diferenças estatisticamente significativas.

Agradecimentos

UESB, CAPES, CNPq.

¹ Rosa, T. R.; Rodrigues, J. G. A. E Ferreira, R. Q. *Quim Nova* 2015, 39, 221.



Uso de ferramentas quimiométricas na otimização da extração de metais em óleos vegetais e exploração de dados após detecção por HR-CS F AAS.

Uillian M F M Cerqueira^{1,2} (PG), Gisseli S Valasques² (PG), Cheilane T de Souza² (PG), Ana M P Santos² (PQ), Marcos A Bezerra¹ (PQ).

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – LQA II – Rua José Moreira Sobrinho, s/n, Jequiezinho, Jequié – BA

²Universidade Federal da Bahia – GRPQQ – Rua Barão de Geremoabo, s/n, Ondina, Salvador-BA

uilliancerqueira@hotmail.com

Palavras Chave: Modelagem de misturas, Doehlert, PCA.

Introdução

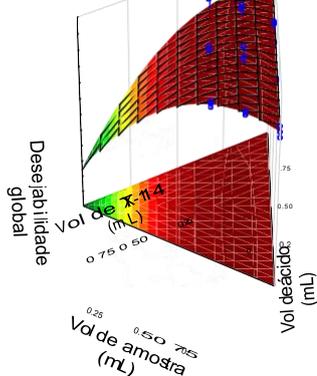
Os óleos vegetais são amostras difíceis de serem digeridas devido à sua complexa estrutura orgânica. Metodologias alternativas que possibilitem a determinação de elementos traços nessa matriz têm ganhado bastante visibilidade nos últimos anos. O teor desses elementos em óleos assegura a manutenção do sabor, define os tempos de estocagem, a velocidade de deterioração e aspectos nutricionais e toxicológicos¹.

Nesse trabalho, foram aplicados um planejamento de misturas com restrições para a otimização das proporções dos constituintes da emulsão e um planejamento Doehlert visando a otimização das variáveis de método sendo a resposta avaliada em termos de desejabilidade global. Foi também aplicada PCA na avaliação de similaridades de óleos vegetais comercializados no município de Jequié-BA.

Resultados e Discussão

Na aplicação do planejamento de misturas, estabeleceram-se restrições à variáveis devido à necessidade dos três componentes para que se proceda a extração. O resultado é apresentado na Figura 01 e a melhor resposta corresponde a 5,5 mL de amostra, 2,5 mL de ácido e 2,0 mL de Triton X-114

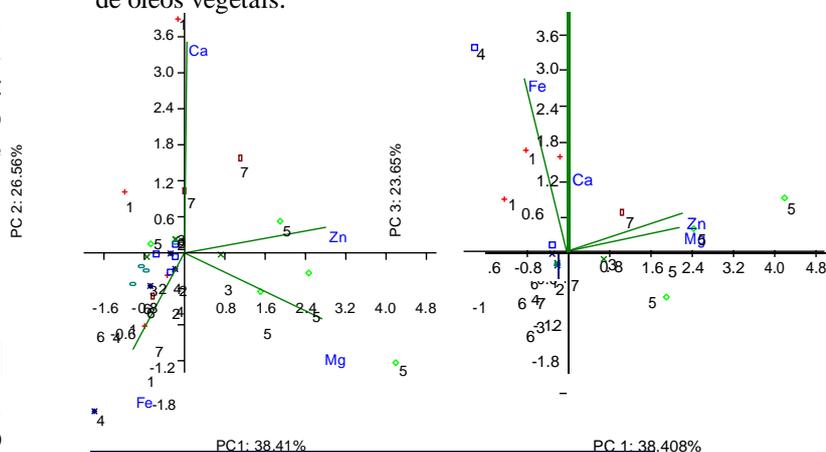
Figura 01. Superfície de resposta para a otimização dos volumes de ácido nítrico, amostra e surfactante.



Em seguida, aplicou-se a matriz Doehlert, no intuito de avaliar as variáveis: concentração do ácido extrator, tempo de sonicação e temperatura de quebra de emulsão. As melhores respostas corresponderam a 1 mol L⁻¹, 12 min e 90 °C, respectivamente.

Com a definição das tendências experimentais que fornecem as melhores respostas, aplicou-se a PCA, com avaliação de PC1xPC2 e PC1xPC3, apresentados na Figura 02.

Figura 02. Biplot PC1xPC2 e PC1xPC3 na exploração do teor de Ca, Fe, Mg e Zn em amostras de óleos vegetais.



Conclusões

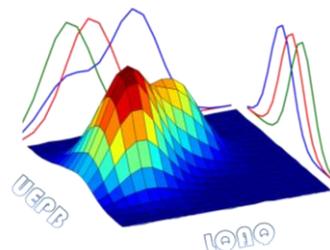
A aplicação de ferramentas quimiométricas indicou os níveis das variáveis que fornecem as melhores respostas em procedimento de EIEB. A aplicação da PCA demonstrou a tendência de separação dos óleos de soja e coco, devido a modelagens do Fe, Mg e Zn.

Agradecimentos

UESB, CAPES, UFBA, CNPq

¹ Bakircioglu, D.; Kurtulus, Y. B.; Yurtsever, S. *Food Chem*, 2013, 138, 770.

² Valasques, G. S.; et al. *Appl Spectrosc Rev*. 2017, 52, 729.



Uso de planejamento fatorial para avaliação de agentes estabilizantes na amostragem em suspensão para determinação multielementar em fórmulas nutricionais enterais por espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente

Taiana A. da Anunciação¹ (PG)*, Wellington C. de Carvalho¹ (PG), Maria das Graças A. Korn¹ (PQ), Jorge S. Almeida¹ (PQ), Alailson F. Dantas¹ (PQ), Leonardo S. G. Teixeira¹ (PQ). *e-mail: tai_andrade@live.com

¹Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Departamento de Química Analítica, Campus Universitário de Ondina, 40170-115, Salvador, Bahia, Brasil.

Palavras Chave: Planejamento fatorial, amostragem em suspensão, fórmulas nutricionais enterais.

Introdução

A absorção de nutrientes pelo organismo, por meio de uma dieta nutricional adequada, é fundamental para a saúde humana. Entretanto, para alguns pacientes em tratamento, a ingestão de alimentos pode ser dificultada, e o uso da terapia de nutrição enteral pode ser necessária. As fórmulas nutricionais precisam ter dosagens rigorosas de vitaminas e minerais de modo a prover as necessidades do paciente. Dessa forma, um controle de qualidade desses produtos é importante, o que inclui a determinação de espécies inorgânicas. O objetivo deste trabalho foi desenvolver um método analítico, empregando amostragem em suspensão, para determinação de Cu, Fe, K, P e Zn em fórmulas nutricionais enterais por espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP OES).

Resultados e Discussão

Um planejamento fatorial completo (2³) foi usado para avaliar a influência da presença de agentes estabilizantes (HNO₃, Triton X-100 e etanol) na composição da suspensão. Resposta múltipla, obtida pelo somatório das intensidades dos sinais analíticos normalizados de cada analito, foi estabelecida como parâmetro dependente. As concentrações dos agentes estabilizantes foram as variáveis independentes. O domínio experimental envolveu valores máximos de concentração de HNO₃, etanol e Triton X-100 em 10%, 6,0% e 0,5% (v/v), respectivamente, e valores mínimos de 0% para os três reagentes. As suspensões foram preparadas

com 0,20 g da amostra na presença dos estabilizantes para um volume final de 20,0 mL. Verificou-se que nenhum dos agentes testados apresentou influência significativa sobre a resposta analítica para o domínio experimental estudado. O teste de curvatura mostrou-se significativa; entretanto, a presença de agentes estabilizantes de emulsões na composição das amostras pode explicar o fato de nenhuma das variáveis se apresentar como significativa. Dessa forma, no procedimento, recomendou-se a simples adição de HNO₃ 10% (v/v) para diluição da amostra e aspiração da suspensão no equipamento, melhorando a estabilidade da suspensão e disponibilização dos analitos da matriz, de modo a se obter melhores precisão e exatidão. Os limites de detecção obtidos foram de 5; 9 e 10 µg mL⁻¹ para Cu, Fe e Zn, respectivamente, e 8 e 24 mg L⁻¹ para P e K, respectivamente. Ensaios de adição e recuperação dos analitos foram realizados com resultados entre 96 e 120%. O método proposto foi aplicado para análise de formulações nutricionais enterais e as faixas de concentração encontradas, em mg L⁻¹, foram: Cu (0,41 – 0,50), Fe (2,0 – 3,1), Zn (1,7 – 4,7), K (682 – 1409) e P (217 – 344).

Conclusões

O uso de planejamento fatorial mostrou-se adequado para avaliar a influência da presença de agentes estabilizantes na amostragem em suspensão para determinação multielementar rápida e simples em formulações nutricionais enterais por ICP OES.

Agradecimentos

CAPES, FAPESB e CNPq.



LISTA DE PARTICIPANTES

LISTA DE PARTICIPANTES

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
ABINOAN DA SILVA RODRIGUES	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
ACSA SANTOS BATISTA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
ADAMASTOR RODRIGUES TORRES	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DA PARAÍBA (IFPB)
ADELAR FAGUNDESCOSTA JÚNIOR	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
ADENILTON CAMILO DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ (UFC)
ADERVAL SEVERINO LUNA	UNIVERSIDADE DO ESTADO DO RIO DE JANEIRO (UERJ)
ADILSON BEN DA COSTA	UNIVERSIDADE DE SANTA CRUZ DO SUL (UNISC)
ADILSON DE SANTANA SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
ADRIANNE BASTOS FERREIRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
ADRIANO DE ARAUJO GOMES	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
ALAN HENRIQUE TEXEIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
ALAN TALEVI	UNIVERSIDAD NACIONAL DE LA PLATA (UNLP)
ALCIDES DA SILVA SIQUEIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
ALEFF RIBEIRO DA SILVA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
ALEXANDRE GOMES MARQUES DE FREITAS	
ALINE COELHO SILVA FONSECA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
ALINE PERES FERREIRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
ALINE SOARES DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO (UFRJ)
AMANDA BEATRIZ SALES DE LIMA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
AMANDA DOS SANTOS AUGUSTO	SOUZA CRUZ
AMANDA LEMES SILVEIRA CARVALHO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS (UFMG)
ANA CARLA OLIVEIRA DE BRITO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
ANA CAROLINA DA COSTA FULGÊNCIO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS (UFMG)
ANA CAROLINA VIEIRA MASCARENHAS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
ANA SOPHIA TOVAR FERNANDEZ	UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ (UTFPR)
ANDRESSA LOPEZ SOARES	UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA (UFSM)
ANDRESSA RAFAELLA DA SILVA BRUNI	UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ (UTFPR)

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
ANIBAL DE FREITAS SANTOS JUNIOR	UNIVERSIDADE DO ESTADO DA BAHIA (UNEB)
ANNA ERLY DE SOUZA BRANDÃO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
ANNA LAURA MENDONÇA DA TRINDADE SILVA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
ANNA LUIZA BIZERRA DE BRITO	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ (UFPI)
ANNE BEATRIZ FIGUEIRA CÂMARA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
ANNE CAROLINE PINHEIRO DE FREITAS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
ANNELISA ARRUDA DE BRITO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS (UFG)
ANTONIO JOSE FERREIRA GADELHA	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DA PARAÍBA (IFPB)
AUGUSTO CÉSAR COSTA DOS SANTOS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
AUGUSTO FERNANDO SOUZA DE OLIVEIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ (UFPA)
BÁRBARA ELIZABETH ALVES DE MAGALHÃES	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
BARBARA MARTINS DE ANDRADE	UNIVERSIDADE DO ESTADO DO RIO DE JANEIRO (UERJ)
BÁRBARA ZANI AGNOLETTI	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
BRENDON ARAUJO GOMES	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO (UFRJ)
BRUNA ROSA DA SILVA SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
BRUNA SILVA CORREA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
BRUNO CAVALHEIRO FERREIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
BRUNO GUZZO DA SILVA	FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DO ABC (UFABC)
BRUNO HENRIQUE DA SILVA MELO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
BRUNO OLIVEIRA MOREIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
CAMILA SANTOS DOURADO	UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA (UNB)
CARLA JOVANIA GOMES COLARES	FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DO TOCANTINS (UFT)
CARLOS EDUARDO BARÃO	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO PARANÁ (IFPR)
CARLOS HENRIQUE JUNGES	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
CAROLINA SANTOS SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
CAROLINE RIBEIRO CARNEIRO	UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA (UNB)
CAROLLINA DE M. MOLINARI O. ANTUNES	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ (UFPR)
CASSIANO LINO DOS SANTOS COSTA	CENTRO DE DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA NUCLEAR (CDTN)

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
CIRO ÂNGELO SILVA LIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ (UFPI)
CLEBER GALVÃO NOVAES	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
CREIR DA SILVA	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO PARANÁ (IFPR)
CRISTIANE VIDAL	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
CRISTINA MALEGORI	UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI GENOVA
DAIANE NERY	GRUPO BOTICÁRIO
DAMARIS CANDEIAS	UNIVERSIDADE FEDERAL DO OESTE DA BAHIA (UFOB)
DANIEL LEVI FRANÇA DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
DANIEL LUCAS DANTAS DE FREITAS	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
DANIELA ANDREA RAMIREZ	CONICET
DANIELE CRISTINA GOMES DA CUNHA KUNZE	UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA (UNB)
DANIELE SILVEIRA SOARES ZEFERINO	SOUZA CRUZ
DANIELLE KOCHENBORGER JOHN	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
DANÚBIO LEONARDO BERNARDINO DE OLIVEIRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
DAPHNE CHIARA ANTONIO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS (UFMG)
DARLEI GUTIERREZ DANTAS BERNARDO OLIVEIRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
DAVID DOUGLAS DE SOUSA FERNANDES	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
DAYVISON RIBEIRO RODRIGUES	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
DEBORA DE ANDRADE SANTANA	UNIVERSIDADE DO ESTADO DA BAHIA (UNEB)
DÉBORA RODRIGUES ROCHA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE LONDRINA (UEL)
DENISE TIEMI UCHIDA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ (UEM)
DEYVISON HENRIQUE DA SILVA RODRIGUES	UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ (UFC)
DIEGO GALVAN	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO (UFRJ)
DIEGO JOSE DA SILVA	UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA (UNB)
DOUGLAS MACHADO	SOUZA CRUZ
EDENIR RODRIGUES PEREIRA FILHO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS (UFSCAR)
EDINILZE SOUZA COELHO OLIVEIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS (UFAM)
EDUARDO POSSAMAI	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ (UFPR)

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
EDVAN CIRINO DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
EDY SOUSA DE BRITO	EMBRAPA AGROINDUSTRIA TROPICAL
ELAINY VIRGINIA DOS SANTOS PEREIRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
ELEM TAMIRYS DOS SANTOS CARAMÊS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
ELENITA BASTOS ALMEIDA COSTA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
ELIS DAIANE PAULI	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
ELISANGELA FABIANA BOFFO	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
EMANUELE CATARINA DA SILVA OLIVEIRA	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO ESPÍRITO SANTO (IFES)
EMILLY VALERIA SILVA MATIAS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
EMMANUELLE FERREIRA REQUIÃO SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
ERKLAYLLE GABRIELY CUSTODIO DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
ERYKA THAMYRIS DAMASCENA NÓBREGA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
EWELYN CINTYA FELIPE DOS SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
FABIANA CASARIN	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA BAIANO (IFBAIANO)
FABIANA DE CARVALHO PIRES	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
FABIO LUIZ MELQUIADES	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE LONDRINA (UEL)
FABÍOLA MANHAS VERBI PEREIRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JÚLIO DE MESQUITA FILHO (UNESP)
FABRICIO ALEJANDRO CHIAPPINI	UNIVERSIDAD NACIONAL DEL LITORAL (UNL - ARGENTINA)
FAGNER ERETIANO PEREIRA RAMALHO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
FELIPE CUNHA DA SILVA TRINDADE	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
FELIPE RODRIGUES DOS SANTOS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE LONDRINA (UEL)
FERNANDA ARAÚJO HONORATO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
FERNANDA CARLA BOCK	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
FERNANDO SÁBATO FONSECA JÚNIOR	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
FILIPE BARBOSA SANTANA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
FLÁVIA RHUANA PEREIRA SALES	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
FLÁVIO MONTENEGRO DE ANDRADE	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
FRANCIELE CASTRO NOVAIS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
FRANCIELE OLIVEIRA SANTANA	FACULDADE DE TECNOLOGIA SENAI CIMATEC (SENAI CIMATEC)
FRANCISCO DOS SANTOS PANERO	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ACRE (UFAC)
FRANCISCO LUCAS DE OLIVEIRA CAVACALCANTE	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ (UFPI)
GABRIEL CABRAL DA FONSECA	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA GOIANO (IF Goiano)
GABRIEL MONTEIRO DA SILVA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
GABRIEL ROCHA MARTINS	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO (UFRJ)
GABRIELA MARIA RODRIGUES DO NASCIMENTO DE ALCANTARA	UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO (USP)
GABRIELI BERNARDI	UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA (UFSC)
GABRIELY SILVEIRA FOLLI	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
GASPAR DA COSTA MARTINS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
GASTON PIERINI	UNIVERSIDAD NACIONAL DE RIO CUARTO
GEAN BEZERRA DA COSTA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
GEOVANA MATIAS DOS SANTOS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
GEOVANI CARDOSO BRANDÃO	UNIVERSIDADE DO ESTADO DA BAHIA (UNEB)
GERLON DE ALMEIDA RIBEIRO OLIVEIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS (UFG)
GERSON ANTONIO BARRA DE CASTRO	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ (UFPA)
GILDIBERTO MENDONÇA DE OLIVEIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE JATAÍ (UFJ)
GILSON AUGUSTO HELFER	UNIVERSIDADE DE SANTA CRUZ DO SUL (UNISC)
GILVANDA LEÃO DOS ANJOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RECÔNCAVO DA BAHIA (UFRB)
GISLÁINE CORREA DA SILVA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
GLAUCIMAR ALEX PASSOS DE RESENDE	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS (UFMG)
GLAUCIO JEFFERSON ARAUJO GOMES	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
GRAZIELLE ROCHA DOS SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO (UFOP)
HEBER SANTIAGO COSTA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
HECTOR GOICOECHEA	UNIVERSIDAD NACIONAL DEL LITORAL (UNL - ARGENTINA)
HELLYDA KATHARINE TOMAZ DE ANDRADE SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
HERONIDES ADONIAS DANTAS FILHO	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ (UFPA)
HERY MITSUTAKE	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
HIGO DE LIMA BEZERRA CAVALCANTI	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DA PARAÍBA (IFPB)
HILTHON ALVES RAMOS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
HUGO DA SILVA ROCHA	UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA (UNB)
HUGO HENRIQUE DAVID DA SILVA SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
IAGO NASCIMENTO PEREIRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
ÍCARO ASSUNÇÃO COSTA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
ÍCARO NOÉ CAIXÊTA	UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA (UNB)
IEDA SPACINO SCARMINIO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE LONDRINA (UEL)
INGRID ALVES DE MORAES	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
INGRID GABRIELA BEZERRA DE LIMA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
ISABELLE MORAES AMORIM VIEGAS	
ISADORA MACHADO MARQUES	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
ISMAEL FERNANDO CHRISTMANN	UNIVERSIDADE DE SANTA CRUZ DO SUL (UNISC)
IVALDO DOS SANTOS GOMES	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
JAINNY RITYELLE BATISTA DOS SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
JANAINA CARLA BARBOSA MACHADO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
JAQUELINE DE ARAUJO BEZERRA	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO AMAZONAS (IFAM)
JEAN LUCAS CARVALHO DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
JEDAIAS MARREIROS DOS SANTOS JUNIOR	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ (UFPI)
JEFFERSON RODRIGUES DE SOUZA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
JEFFERSON SANTOS DE GOIS	UNIVERSIDADE DO ESTADO DO RIO DE JANEIRO (UERJ)
JÉSSICA DA SILVA MACIEL	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO (UENF)
JEZ WILLIAN BATISTA BRAGA	UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA (UNB)
JHONY RIBEIRO ALVES	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DA PARAÍBA (IFPB)
JOAO BAPTISTA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
JOÃO BATISTA PEREIRA JUNIOR	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
JOÃO PEDRO HEBLING E TAVARES	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
JOÃO VITOR DA SILVA FERREIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ (UFPR)

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
JOÃO VITOR MEDEIROS MARIZ	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
JOCELENE SOARES	UNIVERSIDADE DE SANTA CRUZ DO SUL (UNISC)
JOCIMAR DA SILVA SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
JOELLYSON FERREIR DA SILVA BORBA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
JOSÉ DE SOUSA LIMA NETO	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ (UFPI)
JOSÉ FRANCIELSON QUEIROZ PEREIRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
JOSÉ GERMANO VERAS NETO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
JOSÉ IZAK RIBEIRO DE ARAÚJO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
JOSÉ LICARION PINTO SEGUNDO NETO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
JOSE MARCELINO DE SOUZA NETTO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
JOSÉ ULISSES DA SILVA NETO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
JOSELÂNIO DE JESUS COUTINHO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
JULIA CARNEIRO ROMERO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE SANTA CRUZ (UESC)
JULIANA FELIX SANTOS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
JULIANO PASSARETTI FILHO	UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JÚLIO DE MESQUITA FILHO (UNESP)
JULIETH PATRICIA GONZALEZ HERRERA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
JUSSARA V ROQUE	UNIVERSIDADE FEDERAL DE VIÇOSA (UFV)
KAIO HEMERSSON OLIVEIRA ROMÃO	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DA PARAÍBA (IFPB)
KARINE CRISTINE KAUFMANN	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
KELLY CHRISTINA MENDES DE SOUZA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO SUL E SUDESTE DO PARÁ (UNIFESSPA)
KELVIN COSTA DE ARAÚJO	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
KETHLIN FLORA CURIEL	UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO (USP)
KETOLLY NATANNE DA SILVA LEAL	UNINASSAU - CAMPINA GRANDE
KEVERSON GOMES DE OLIVEIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
LAIS ALVES MAROUBO	UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO (USP)
LAÍS DE NOVAES PIRES	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
LAIZ DE OLIVEIRA MAGALHÃES	UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA (UNB)
LARISSA BATISTA DOS SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS (UFMG)

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
LARISSA CELESTE ORMENESE	INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS (ITAL)
LARISSA OLIVEIRA ONÇA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE CATALÃO (UFCAT)
LAVÍNIA HANNAH DE SOUZA PEREIRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
LAVINIA SILVA VERISSIMO	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO ESPÍRITO SANTO (IFES)
LAYLA PAIXÃO SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
LEONARDO CARLETTI LORENZO KOATZ	UNIVERSIDADE DO ESTADO DO RIO DE JANEIRO (UERJ)
LEONARDO SENA GOMES TEIXEIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
LEONARDO VALDERRAMA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA (UFSC)
LETICIA MAGALHÃES DE AGUIAR	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE LONDRINA (UEL)
LEVI GOMES DE OLIVEIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
LÍCIA PASSOS DOS SANTOS CRUZ	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
LIDIANE GONÇALVES DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
LILIANA DE FATIMA BEZERRA LIRA DE PONTES	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
LIVIA GOMES MONTEIRO	UNIVERSIDADE DO ESTADO DO RIO DE JANEIRO (UERJ)
LIZ OLIVEIRA DOS SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RECÔNCAVO DA BAHIA (UFRB)
LUAN CÁSSIO BARBOSA PATRÍCIO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
LUANA LEAL DE SOUZA	
LUCAS SILVA VERISSIMO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
LUCIANA DOS SANTOS CANOVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
LUCIANO BERNARDO RAMO	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
LUCIANO CHAVES ARANTES	UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA (UNB)
LUIDY DARLLAN BARBOSA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
LUISA CARDOSO MAIA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO (UFOP)
LUISE CARVALHO DIAS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
LUIZA MARIANO LEME	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ (UEM)
LUIZA VALLI VIEIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
MAGDA RHAYANNY ASSUNÇÃO FERREIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
MAIARA KRAUSE	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
MAICON RIBEIRO DA SILVA	SOUZA CRUZ

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
MAISA CRISTINA LÁZARO	UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JÚLIO DE MESQUITA FILHO (UNESP)
MANOELLY OLIVEIRA ROCHA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
MARCELA DE SOUZA ZANGIROLAMI	UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ (UTFPR)
MARCELO CAETANO ALEXANDRE MARCELO	GLOBAL LEAF AGRONOMY DEVELOPMENT
MARCELO DA SILVA MATHIAS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO (UENF)
MARCELO MARTINS DE SENA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS (UFMG)
MARCELO VICTOR DOS SANTOS ALVES	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
MÁRCIA HELENA CASSAGO NASCIMENTO	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
MARCIA MIGUEL CASTRO FERREIRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
MARCO ANTONIO DOS SANTOS FARIAS	UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS (UFAM)
MARCO AURELIO SPERANÇA	UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JÚLIO DE MESQUITA FILHO (UNESP)
MARCO FLÔRES FERRÃO	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
MARCOS DE ALMEIDA BEZERRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
MARCOS LEVI CAZAES MACHADO DOS REIS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
MARCUS TULLIUS SCOTTI	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
MARFRAN CLAUDINO DOMINGOS DOS SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
MARIA BETANIA HERMENEGILDO DOS SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
MARIA CAROLINA BEZERRA DI MEDEIROS LEAL	UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS (UFSCAR)
MARIA CELESTE DA SILVA SAUTHIER	INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA BAIANO (IFBAIANO)
MARIA CELLY DOS SANTOS SILVA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
MARIA EDUARDA DA SILVA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
MARIA EDUARDA FERNANDES DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
MARIA EDUARDA PIRES ROCHA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
MARIA EUGÊNIA PIUVEZAM DE ALBUQUERQUE BASTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
MARIA FERNANDA ARAUJO SILVA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
MARIA FERNANDA PIMENTEL AVELAR	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
MARIA KAROLINE DA SILVA ANDRADE	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
MARIA LÚCIA FERREIRA SIMEONE	EMBRAPA MILHO E SORGO
MARIA LUCIMAR DA SILVA MEDEIROS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
MARIA TEREZA WEITZEL DIAS CARNEIRO LIMA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
MARIANA CRISTINE COELHO DINIZ	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS (UFMG)
MARIANA GAIÃO CALIXTO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
MARIANA TIGANO MAGALHAES	UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA (UNB)
MARÍLIA PESSOA DOS RAMOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
MARINA GONZALEZ	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
MARIO CESAR UGULINO DE ARAÚJO	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
MARTA MARIA OLIVEIRA DOS SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS (UFAL)
MATEUS PIRES SCHNEIDER	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
MATHEUS BARBOSA RASCH	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
MATHEUS DE CALDAS BARRETO	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
MATHEUS DE SOUSA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ (UFPI)
MATHEUS LIMA DE MELLO	UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JÚLIO DE MESQUITA FILHO (UNESP)
MAURÍLIO GUSTAVO NESPECA	SOUZA CRUZ
MAYARA MACEDO DA MATA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
MELISA JAZMIN HIDALGO	UNIVERSIDAD NACIONAL DEL NORDESTE (UNNE - ARGENTINA)
MICHEL ROCHA BAQUETA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
MICHELE FABRI DE RESENDE	CENTRO UNIVERSITÁRIO ESTÁCIO JUIZ DE FORA
MIGUEL OLIVEIRA SILVA SANTOS	UNIVERSIDADE DO ESTADO DA BAHIA (UNEB)
MIRELLY ALEXANDRE GOMES	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
MIRELLY CARLA ALVES PEQUENO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
MOISES DA COSTA SOARES	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
MONIS NEVES BAPTISTA MANUEL	UNIVERSIDADE DA INTEGRAÇÃO INTERNACIONAL DA LUSOFONIA AFRO-BRASILEIRA (UNILAB)
MONTEIRO CARLOS MONTEIRO MAPERO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO (UFOP)
NAARA FELIPE DA FONSECA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
NATÁLIA LIMA DOS SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ (UFPI)
NATÁLIA OLEGÁRIO DOS SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
NATANNY KELLY NASCIMENTO SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
NATHÁLIA GARCIA NUNES DE FARIAS	FACULDADE REBOUÇAS DE CAMPINA GRANDE
NATHALIA ZANETTI BARROS	UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JÚLIO DE MESQUITA FILHO (UNESP)
NATHALIE RIBEIRO WINGERT	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
NEIRIVALDO CAVALCANTE DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ (UFPA)
NOEMI NAGATA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ (UFPR)
ODILON LIMA ARAÚJO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
OLIVIA WOYAMES PINTO	INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA (INMETRO)
OSVALDO OLIVEIRA DE ARAUJO SILVA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
PALOMA ANDRADE MARTINS NASCIMENTO	UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO (USP)
PATRICIA MENDES DE AZEVEDO	UNIVERSIDADE DO ESTADO DO RIO DE JANEIRO (UERJ)
PATRICIA VALDERRAMA	UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ (UTFPR)
PAULO HENRIQUE GONÇALVES DIAS DINIZ	UNIVERSIDADE FEDERAL DO OESTE DA BAHIA (UFOB)
PAULO MARÇO	UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ (UTFPR)
PAULO RICELI VASCONCELOS RIBEIRO	EMBRAPA AGROINDUSTRIA TROPICAL
PAULO ROBERTO RIBEIRO DE JESUS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
PEDRO HENRIQUE GODOY SANCHES	UNIVERSIDADE SÃO FRANCISCO
PEDRO HENRIQUE PEREIRA DA CUNHA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
PEDRO HENRIQUE SOARES CARDOSO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS (UFG)
PEDRO RIBEIRO FONTES	UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JÚLIO DE MESQUITA FILHO (UNESP)
PEDRO VICTOR BOMFIM BAHIA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
PRISCILLA CARÔSO DA ROCHA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
PRISCILLA DANTAS ROCHA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
RAFAEL CONCEIÇÃO COSTA	UNIVERSIDADE DO ESTADO DA BAHIA (UNEB)
RAFAELLA DE FIGUEIREDO SALES	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
RAISSA GOMES BRAGA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
RAÍSSA VANESSA DE OLIVEIRA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
RAQUEL ALVES CORRÊA LIMA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS (UFAM)
RAQUEL ESCRIVANI GUEDES	UNIVERSIDADE DO ESTADO DO RIO DE JANEIRO (UERJ)
RAVENA SOUZA DE ALMEIDA AZEVEDO	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
REBECA MORAES MENEZES	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
RÉNALLY MARRALY ALVES DE OLIVEIRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
RENATA REGINA PEREIRA DA CONCEIÇÃO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS (UFMG)
RENNAN GEOVANNY OLIVEIRA ARAUJO	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
RICARDO BENITES BERTASSO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE JATAÍ (UFJ)
RICARDO SALDANHA HONORATO	POLICIA FEDERAL (PF)
RITA CYNARA DE OLIVEIRA SALLES	INSTITUTO TRANSIRE DE TECNOLOGIA E BIOTECNOLOGIA DO AMAZONAS
RODRIGO DE JESUS ARAUJO	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
RODRIGO SEBASTIÃO HENRIQUE	UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ (UNIFEI)
RODRIGO SEQUINEL	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ (UFPR)
ROMULO GUIMARAES NOGUEIRA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
ROSANA FERREIRA DE SOUSA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE RORAIMA (UFRR)
ROSANE MOURA AGUIAR	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
ROSSANA OLIVEIRA DA NÓBREGA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
ROY EDWARD BRUNS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
SAMARA GRACIELA DE FARIA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ (UFPR)
SAMIA RODRIGUES DIB	UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JÚLIO DE MESQUITA FILHO (UNESP)
SANZIA ARAUJO MENDONCA	UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE PERNAMBUCO (UFRPE)
SARA REGINA RIBEIRO CARNEIRO DE BARROS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
SAULO VITOR DE ARAÚJO DANTAS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
SERGIO LUIS COSTA FERREIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
SHEILA CATARINA DE OLIVEIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ (UFPR)
SHERLAN GUIMARAES LEMOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
SHEYLLA MYRELLE DA SILVA QUEIROZ	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE SANTA CRUZ (UESC)

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
SILVANA AZCARATE	UNIVERSIDAD NACIONAL DE LA PAMPA (UNLPAM - ARGENTINA)
SIMONE DA SILVA SIMÕES	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
SIONY SANTOS ALVES	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
SOCRATES GOLZIO DOS SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
SONARA GONCALVES SILVA CASSA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
STEPHANY GEGENHEIMER TAGARRO VIANNA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS (UFSCAR)
STHEFANY NICOLLE GOMES PINTO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
SUELLY FERNANDES DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
SUZANA PEDROZA DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO AGRESTE DE PERNAMBUCO (UFAPE)
TALES GOMES DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
TAMARA MENDES LEITE SILVA TRINDADE	FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DO TOCANTINS (UFT)
TAMIRES DA SILVA LIMA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
TATIANA DOS SANTOS ALMEIDA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ (UFPI)
TAYNNA KEVLA LOPES DE ARAUJO	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
THÁGOR MOREIRA KLEIN	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
THAÍS DO CARMO OLIVEIRA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
THAMARA DO CARMO OLIVEIRA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
THAMIRES LAINE FERREIRA DA SILVA ALEXANDRINO	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
THAUANA HERMES	UNIVERSIDADE DE SANTA CRUZ DO SUL (UNISC)
THIAGO MOURA DA ROCHA BASTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
THYAGO MELLINGER SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ (UFPR)
TIAGO CORRÊA MENEZES	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ (UFPA)
UILLIAN MOZART FERREIRA DA MATA CERQUEIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
VAGNER ROBERTO BATISTELA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ (UEM)
VALBER ELIAS DE ALMEIDA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
VANDERLEI APARECIDO DE LIMA	UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ (UTFPR)
VANESSA FREIRE DE FRANÇA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)

PARTICIPANTE	INSTITUIÇÃO
VANESSA NERES SANTANA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
VÂNIA DE LOURDES DAS GRAÇAS TELES	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS (UFMG)
VICTOR MIRANDA AMAZONAS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
VICTORIA ZAGNA DOS SANTOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
VILISAIMON DA SILVA DE JESUS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA (UESB)
VINICIUS CAMARA COSTA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES)
VINÍCIUS PIRES GONÇALVES	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS (UFMG)
VINÍCIUS WELLINGTON DOS SANTOS DE SOUZA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
VINNÍCIUS HENRIQUE CERQUEIRA DA SILVA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE SANTA CRUZ (UESC)
VITOR DANTAS ALVES	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
VITÓRIA MARIA ALMEIDA TEODORO DE OLIVEIRA	UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ (UTFPR)
VLADIMIR LAVAYEN	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL (UFRGS)
WALACE MARTINS MOREIRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS (UFSCAR)
WALLACE DUARTE FRAGOSO	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
WALTER NEI LOPES DOS SANTOS	UNIVERSIDADE DO ESTADO DA BAHIA (UNEB)
WANESSA AZEVEDO DE BRITO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)
WEDJA MARCELINO DA SILVA	UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA (UEPB)
WELLINGTON DA SILVA LYRA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA (UFPB)
WELLINGTON DA SILVA OLIVEIRA	INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS
WELLINGTON JEFFERSON OLIVEIRA DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE (UFRN)
WERÔNICA DE LIMA FURTADO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ (UNIFEI)
WESLEY CANDIDO SANTOS	FACULDADE REBOUÇAS DE CAMPINA GRANDE
WILSON CARDOSO	UNIVERSIDADE FEDERAL DE VIÇOSA (UFV)
WINSTON PINHEIRO CLARO GOMES	Faculdade de Tecnologia de Piracicaba (FATEC Piracicaba)
YASMIN ALMEIDA ALVARENGA	UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA (UFBA)
YASMIN LIMA BRASIL	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
YURI G DIAS	UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP)
YURI JACQUES AGRA BEZERRA DA SILVA	UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ (UFPI)