

APLICAÇÃO DA ANÁLISE EXPLORATÓRIA DE DADOS NA DISCRIMINAÇÃO DE ÍONS EM AMOSTRAS DE CHÁS INDUSTRIALIZADOS

Vitor Silva Souza¹, Rafael Aves Neiva da Silva², Douglas Gonçalves da Silva²

1. Discente do curso de Ciências Biológicas – Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Campus de Vitória da Conquista – Laboratório de Química Analítica e Ambiental - Bolsista de IC/FAPESB.
2. Discente do curso de Ciências Biológicas – Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Campus de Vitória da Conquista – Laboratório de Química Analítica e Ambiental.
3. Docente da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Campus de Vitória da Conquista – Departamento de Ciências Naturais - Laboratório de Química Analítica e Ambiental.

Resumo:

Este trabalho propõe a identificação e determinação dos cátions Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , NH_4^+ em amostras de chás industrializados empregando cromatografia iônica. Os resultados analíticos foram avaliados por meio de técnica quimiométrica conhecida como análise por componentes principais (PCA). Foram analisadas nove amostras de chás de diferentes marcas e sabores comercializadas em supermercados da cidade de Vitória da Conquista, Bahia – Brasil. As amostras foram, inicialmente, submetidas à filtração quantitativa e, posteriormente, diluídas com água a volume apropriado. Após análise estatística foram selecionadas duas componentes principais pela rotação varimax que ao todo explicam 77,42% dos dados. A primeira componente (PC1) descreve 50,45% dos dados, já segunda componente (PC2) representa 26,97% dos dados. A análise por componentes principais demonstrou que as amostras de chás são agrupadas de acordo com as diferenças nas concentrações de cátions.

Palavras-chave: cromatografia iônica; cátions; PCA

Apoio financeiro: FAPESB

Introdução:

Estudos investigativos que objetivam determinar concentrações de metais, agrotóxicos e de várias espécies químicas estão recebendo notória atenção nas pesquisas científicas. Destacam-se, neste cenário, os alimentos de origem vegetal, originados a partir das partes de plantas como caule, folhas, raízes, frutos ou de plantas por completo, tendo eles passado por grandes alterações na indústria ou por uma simples embalagem e estocagem (Jardim *et al.*, 2009; Gonçalves *et al.*, 2015).

A determinação de espécies químicas em alimentos, e principalmente em chás, é uma importante ferramenta que auxilia no controle de qualidade. Muitas destas espécies químicas são indispensáveis para o bom funcionamento organismo (Food Ingredients Brasil, 2008), em contrapartida outras são extremamente malélicas (Pinto, 2015).

Diversos estudos vêm determinando espécies químicas iônicas em plantas, empregando uma série de técnicas para identificação e/ou determinação, entre elas a cromatografia iônica. Kumar e colaboradores (2008) utilizaram a cromatografia de íons para determinar espécies minerais aniônicas em amostras de chá preto e kombucha, ambas derivados da *Camellia sinensis*.

Embora a cromatografia iônica seja uma técnica comumente utilizada para análise de cátions e ânions em matrizes diversas, o seu uso na determinação de espécies químicas em amostras de chás é um campo recente e promissor da Química Analítica (Klein, 2010).

Diante disso, este estudo propõe identificar e determinar Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , NH_4^+ em amostras de chás industrializados consumidos na região de Vitória da Conquista – BA e, posteriormente, relacionar a concentração desses cátions nas diferentes marcas e sabores empregando a análise exploratória de dados (PCA).

Metodologia:

As amostras de chás industrializados analisadas foram obtidas em supermercados da cidade de Vitória da Conquista – BA, na forma de sachês de marcas e sabores variados. Após aquisição, as mesmas foram mantidas em embalagem de origem e conservadas segundo orientação do fabricante até o momento do preparo. As análises foram realizadas em triplicata.

Para determinações cromatográficas dos íons Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , NH_4^+ por meio da cromatografia iônica, adicionou-se cada sachê de chá em 75 mL de água ultrapura por um período de 3 minutos e deixou-se esfriar. Em seguida, as amostras foram injetadas no cromatógrafo de íons.

Utilizou-se um cromatógrafo de íons (METROHM – modelo 883 Basic IC plus, Herisau, Suíça), composto por uma bomba de alta pressão inteligente (Ipump), um detector de condutividade com estabilizador de detecção controlado por um software MagIC Net Basic e um sistema de supressão química do tipo “packedbed”. Para determinação de cátions, utilizou-se uma coluna Metrosep C2 e como eluente o ácido oxálico 2,7mM (0,680 g) preparado para balão de um litro.

Utilizou-se como regenerante da resina de troca catiônica do sistema de supressão química de condutividade, uma solução de H₂SO₄ (5,6 mL) preparados para um litro. As amostras foram filtradas em filtros unitários de seringa, 0,45 µm e a análise foi feita com ajuda do software MagIC Net.

Para construção das curvas analíticas utilizou-se soluções de referência de Na⁺, K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, NH₄⁺ contendo os íons determinados na concentração de 0,5 a 10,0 mg L⁻¹.

Os cálculos matemáticos foram feitos utilizando o Excel 2007 e as análises estatísticas no software *Statistic 6.0*.

As concentrações de cátions das amostras de chás analisadas foram submetidas à análise multivariada de componentes principais (PCA). Foi construída uma matriz de dados 27x5 com as informações referentes às amostras de chás industrializados, em triplicata, dispostas em linhas e as concentrações referentes às variáveis dispostas em colunas.

Com o propósito de permitir que todas as variáveis pudessem exercer influências equitativas nos resultados, realizou-se o autoescalamento como forma de pré-processamento dos dados. Para isso, a matriz de dados foi centrada na média dos valores e subtraiu-se o valor de cada elemento da matriz pela média de cada variável (coluna). Em seguida, a matriz foi normalizada pelo desvio padrão, dividindo-se o valor de cada elemento da matriz centrado na média pelo desvio padrão da variável.

Resultados e Discussão:

Foram selecionadas duas componentes principais pela rotação varimax que ao todo explicam 77,42% dos dados, resultados superiores aos encontrados por Mincă *et al.*, (2013). Estes pesquisadores analisaram 20 amostras de chás e obtiveram uma variância acumulada das três primeiras componentes principais igual a 68%. A primeira componente (PC1) descreve 50,45% dos dados e teve como variáveis dominantes K⁺, Na⁺ e Mg²⁺. A segunda componente (PC2) representa 26,97% dos dados e NH₄⁺ e Ca²⁺ se apresentaram como variáveis dominantes.

Observa-se no gráfico de scores (Figura 1A) a formação de grupos distintos, sendo o primeiro, formado pelas amostras de carqueja, capim cidreira, boldo e camomila, um segundo grupo com amostras de erva doce e um terceiro formado pelas amostras de hortelã. Dessa forma, ficou clara a dessemelhança entre as amostras de chás de diferentes sabores.

O gráfico de *loadings* (Figura 1B) permite observar a caracterização de tendências entre as variáveis. Considerando o eixo da PC1, pode-se observar que a maioria das variáveis explica a distinção em relação aos dois grupos com o K⁺, Na⁺ e Mg²⁺ influenciando os valores negativos, indicando correlação com as amostras de erva doce. A variável Ca²⁺, influenciou os valores positivos (camomila, boldo, capim cidreira e carqueja). A variável NH₄⁺ caracteriza melhor a tendência observada na PC2, influenciando nos valores positivos.

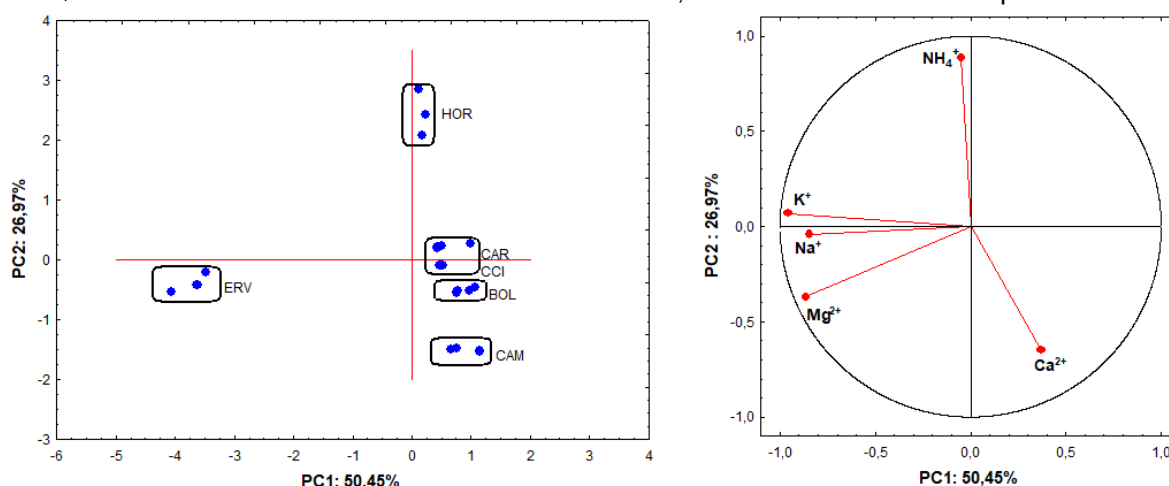


FIGURA 1: Resultado da análise de componentes principais (PC1 x PC2): gráfico descors (A) e *loadings*(B).

Conclusões:

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

Referências bibliográficas

FOOD INGREDIENTS BRASIL. **Dossiê: os minerais na alimentação.** N° 4. 2008. Disponível em < <http://www.revista-fi.com>> Acesso em: < 02 de março de 2017.

GONÇALVES JR., A. C. YOSHIHARA, M. M. CARVALHO, E. A. STREY, L. MORAES, A. J. Teores de nutrientes e metais pesados em plantas de estragão submetidas a diferentes fertilizações. **Revista Ciência Agronômica**, v. 46, n. 2, p. 233-240, 2015.

JARDIM, I. C. S. F. ANDRADE, J. A. QUEIROZ, S. C. N. Resíduos de agrotóxicos em alimentos: uma preocupação ambiental global - Um enfoque às maçãs. **Química Nova**. Sociedade Brasileira de Química, v. 32, n. 4, p. 996-1012, 2009.

KLEIN, A. K. **Cromatografia iônica como método analítico alternativo para a análise quantitativa de analitos.** 2010. 46 f. Trabalho de Conclusão de Curso. Instituto de Química - Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, RS. 2010.

KUMAR, S.D.; NARAYAN, G.; HASSARAJANI, S. Determination of anionic minerals in black and kombucha tea using ion chromatography. **Food Chemistry**. 111. p. 784-788. 2008.

MINCĂ, I.; JOSCEANU, A.M.; ISOPESCU, R. D.; GURAN, C. Determination of ionic species in tea infusions by ion chromatography. **U.P.B. Science Bulletin. Series B**, Vol. 75, 2013.

PINTO, M. E. G. **Relatório de estágio supervisionado: diretoria de vigilância sanitária do estado de Santa Catarina.** Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2015. Relatório.