

Artigo

Rapadura de Caldo de Cana Pura e com Adição de Açúcar Refinado: Análise Físico-Química e Classificação por Espectroscopia NIRR e Quimiometria

Silva, J. T.; Souza, J. C.; Silva, D. G. B.; de Brito, R. N.; Sousa, K. M. O.; Nascimento, E. C. L.; Brito, A. M. S. S.*

Rev. Virtual Quim., 2019, 11 (4), 1318-1329. Data de publicação na Web: 22 de julho de 2019

<http://rvq.sbq.org.br>

Pure Cane Rapadura and with Refined Sugar Addition: Physical-Chemical Analysis and Classification by NIRR Spectroscopy and Chemometrics

Abstract: The rapadura pure sugarcane juice is a very nutritious food. However, adding refined sugar to cheapen and increase quantity compromises the quality of the natural product. The objective of the proposed work was to perform physico-chemical and spectroscopic in the near infrared region by diffuse reflectance (NIRR) analyses associated with chemometric techniques to characterize pure rapadura and with refined sugar added. For this, 120 samples of rapadura were used, 45 pure samples and 75 with sugar added. The average values obtained for the physico-chemical parameters for the rapadura pure/with sugar, respectively, were: pH 6.3/4.8; conductivity of 1.064/0.509 mS/cm; acidity 3.31/1.24 %, reducing sugars into glucose 9.0/11.0 % and non-reducing sugars into sucrose 92/90 %. These results show that the classical methodology can distinguish between the types of rapadura investigated. In relation to the chemometric analysis of the NIRR spectra, it was possible, through the analysis of main components, to differentiate qualitatively between the types of rapadura. The SIMCA elaborated model classified the rapadura samples as pure or not with a 97.22 % success rate.

Keywords: Rapadura; infrared; sugar; physical-chemical analysis; classification.

Resumo

A rapadura de caldo de cana-de-açúcar pura é um alimento muito nutritivo. No entanto, a adição de açúcar refinado para baratear e aumentar a quantidade compromete a qualidade do produto natural. O objetivo do trabalho proposto foi realizar análises físico-químicas e espectroscópicas na região do infravermelho próximo por reflectância difusa (NIRR) associadas a técnicas quimiométricas para caracterizar rapadura pura e com adição de açúcar refinado. Para isso, foram utilizadas 120 amostras de rapadura, sendo 45 amostras puras e 75 com adição de açúcar. Os valores médios obtidos para os parâmetros físico-químicos para a rapadura pura / com açúcar, respectivamente, foram: pH 6,3 / 4,8; condutividade de 1,064 / 0,509 mS / cm; acidez 3,31 / 1,24 %, açúcares redutores em glicose 9,0 / 11,0 % e açúcares não redutores em sacarose 92/90 %. Estes resultados revelam que a metodologia clássica, distingue os tipos de rapaduras investigados. Em relação à análise quimiométrica realizada a partir dos dados espectrais NIRR, foi possível, por meio da análise de componentes principais, diferenciar qualitativamente os tipos de rapaduras e a partir do modelo SIMCA elaborado classificar as rapaduras como puras ou não com um índice de 97,22 % de acerto.

Palavras-chave: Rapadura; infravermelho; açúcar; análise físico-química; classificação.

* Universidade Federal Rural de Pernambuco, Unidade Acadêmica de Serra Talhada, Avenida Gregório Ferraz Nogueira S/N, CEP 56909-535, Serra Talhada-PE, Brasil.

✉ andrea.monteiros@ufrpe.br

DOI: [10.21577/1984-6835.20190091](https://doi.org/10.21577/1984-6835.20190091)

Rapadura de Caldo de Cana Pura e com Adição de Açúcar Refinado: Análise Físico-Química e Classificação por Espectroscopia NIRR e Quimiometria

Jozivania T. da Silva,^a Juliana da C. Souza,^a Danilo G. B. da Silva,^a Ronaldo N. de Brito,^b Katya M. O. de Sousa,^a Elaine C. L. do Nascimento,^a Andréa M. S. S. Brito^{a,*}

^a Universidade Federal Rural de Pernambuco, Unidade Acadêmica de Serra Talhada, Avenida Gregório Ferraz Nogueira S/N, CEP 56909-535, Serra Talhada-PE, Brasil.

^b Escola de Referência em Ensino Médio Professor Adauto Carvalho, Avenida João Gomes de Lucena 3054, CEP 56903-000, Serra Talhada-PE, Brasil.

* andrea.monteiros@ufrpe.br

Recebido em 14 de março de 2019. Aceito para publicação em 16 de junho de 2019

1. Introdução

2. Parte Experimental

2.1. Amostras

2.2. Análises físico-químicas

2.3. Análise espectroscópica e tratamento quimiométrico

3. Resultados e Discussão

3.1. Considerações físico-químicas

3.2. Considerações espectroscópicas

3.3. Análise quimiométrica

4. Conclusão

1. Introdução

A rapadura é um alimento sólido, de sabor doce, bastante consumido em diversos países, inclusive no Brasil, no entanto, na região Nordeste esse consumo é bem mais expressivo.^{1,2} É produzida em engenhos, de forma tradicional, a partir da concentração do caldo da cana-de-açúcar (*Saccharum sp.*).^{3,4} Sua composição é bastante rica em sais

minerais, carboidratos, vitaminas, proteínas e possui alto valor nutritivo.^{1,2,5-7}

Pesquisas demonstram que a rapadura tem propriedades medicinais por apresentar atividades antitoxigênica, anticarcinogênica e potencial atividade antioxidante,^{8,9} sendo considerada uma alternativa saudável ao açúcar refinado e adoçantes artificiais.⁵ Devido ao seu sabor doce, a rapadura é, muitas vezes, utilizada como adoçante natural, porém o açúcar refinado, também

derivado da cana, é o produto mais utilizado para esse fim, mesmo tendo menor valor nutritivo. O que pode ser justificado, pelo controle de qualidade que existe para o açúcar, além da pouca divulgação sobre os benefícios nutricionais e medicinais da rapadura.¹⁰⁻¹²

Durante a preparação da rapadura, podem ser acrescentados em sua formulação, ingredientes como canela, coco, erva-doce, amendoim e outros utilizados para incrementar o alimento, desde que não descaracterizem o produto.¹³ Porém, há produtores que derretem a rapadura de caldo de cana pura em fornalhas e adicionam açúcar refinado para aumentar a quantidade de produto, diminuindo o valor nutricional do alimento, gerando menor custo de produção e fazendo com que o mercado da rapadura pura de melhor qualidade seja menos competitivo.⁷ Para garantir a confiabilidade e a qualidade das rapaduras de caldo de cana-de-açúcar puras, torna-se necessário o desenvolvimento de uma metodologia simples, rápida, menos laboriosa, que não utilize reagentes químicos e que possa diferenciar as rapaduras puras daquelas com adição de açúcar refinado.

Existem normas internacionais que caracterizam a rapadura a partir de alguns parâmetros físico-químicos, como a umidade, resíduos minerais, acidez, pH, glicídios redutores em glicose e glicídios não redutores em sacarose.¹⁴⁻¹⁶ Existem também outros parâmetros que podem ser avaliados como, por exemplo, cor, condutividade elétrica, sólidos insolúveis, análise microbiológica, metais tóxicos, entre outros.^{3,6,14-17} De uma forma geral, as análises químicas clássicas são bastante laboriosas, demandam tempo, na maioria das vezes, consomem muitos reagentes e a amostra em estudo não pode mais ser reutilizada, dificultando bastante o controle de qualidade pelos pequenos produtores.

Visando facilitar o trabalho dos analistas, minimizar o gasto excessivo de reagentes e geração de resíduos, preservando a integridade das amostras, muitos métodos são desenvolvidos graças ao avanço de novas

tecnologias.¹⁸ O uso de computadores, associados a instrumentos analíticos, fornecem informações cada vez mais precisas e em questão de segundos, requerendo, às vezes, apenas um pré-processamento simples da amostra ou nem sequer tal procedimento. Um exemplo desses métodos modernos de análise é a espectroscopia na região de infravermelho (IR) associada as técnicas quimiométricas de análise multivariada.¹⁹⁻²⁰

A quimiometria é uma área da química que se utiliza de ferramentas matemáticas, estatísticas e computacionais para facilitar a interpretação de dados resultantes de análises químicas multivariadas e extrair o máximo possível de informações a respeito das amostras em estudo.²¹ Dentro da quimiometria, existem várias ferramentas para análise de dados, entre as quais, a análise de componentes principais (*PCA - Principal Component Analysis*) e classificação por modelagem independente e flexível por analogia de classes (*SIMCA- Soft Independent Modeling by Class Analogy*).

A *PCA* é uma técnica quimiométrica de análise exploratória ou de reconhecimento de padrão não supervisionado. De acordo com Ribeiro e colaboradores,²² a *PCA* é uma das técnicas que permite detectar semelhanças entre amostras, devido à formação de agrupamentos, quando as composições químicas das mesmas são similares e também permite identificar amostras que têm comportamento ou composição diferente das demais, uma vez que estas se distanciam dos agrupamentos formados. A primeira componente principal (*PC1*) sempre explica a maior parte das variações e a segunda componente principal (*PC2*) é ortogonal à primeira e explica o máximo de variações ainda não explicadas na *PC1*.²¹ Outras componentes ortogonais entre si (*PC3, PC4...*), de variâncias explicadas decrescentes e ainda não contempladas nas *PC's* anteriores, poderão ser inclusas nos modelos quimiométricos até que a soma dessas variâncias explicadas consigam descrever satisfatoriamente os dados/modelos.^{21,23-24}

A *SIMCA*, utiliza como base uma análise de componentes principais (*PCA*), e a partir da

construção do seu modelo, para uma determinada classe, é possível realizar a classificação de amostras em classes ou grupos com propriedades similares e prever se novas amostras se incluem ou não nessas classes.²³⁻²⁴ Assim, pode-se classificar uma amostra desconhecida como pertencente a uma das classes previamente modelada, se ela possuir características que permitam que seja inserida na caixa multidimensional de um dos agrupamentos. Um dos métodos para representar a classificação feita pelo SIMCA é o gráfico bidimensional $S_i \times H_i$. Este gráfico mostra os dois limites usados para a classificação: a distância da “nova” amostra em relação ao modelo da classe (raiz quadrada da variância residual, S_i) e a influência (*Leverage*, H_i) que é a distância da amostra projetada ao centro do modelo.²⁴

Diante desse contexto, o trabalho desenvolvido consistiu em realizar análises físico-químicas e espectroscópicas na região do infravermelho em amostras de rapadura pura e com adição de açúcar. A primeira parte do trabalho, corresponde às análises de pH, condutividade, acidez, glicídios redutores em glicose e glicídios não redutores em sacarose, com a finalidade de caracterizar previamente o produto e avaliar uma possível variabilidade entre as amostras. A segunda parte, consistiu em realizar análises espectroscópicas na região do infravermelho próximo por reflectância difusa (NIRR) associadas às técnicas quimiométricas de reconhecimento de padrões (PCA) e de classificação (SIMCA) como uma metodologia simples, rápida para classificar rapaduras de caldo de cana pura das com adição de açúcar.

2. Parte Experimental

2.1. Amostras

Foram adquiridas 120 amostras de rapaduras em engenhos e fornalhas (diferentes lotes) localizados nos municípios de Triunfo e Santa Cruz da Baixa Verde, no

Estado de Pernambuco, Brasil, dentre as quais 45 rapaduras puras e 75 com misturas de açúcar e outros ingredientes. As amostras foram estocadas sob as condições de temperatura entre 24 e 28°C e umidade entre 40 % e 60 %.

2.2. Análises físico-químicas

Cada amostra de rapadura foi previamente raspada e macerada a fim de tornar mais homogênea. Em seguida, foram pesados cerca de 5,0000 g de cada amostra, para as análises dos parâmetros: pH, condutividade, acidez, glicídios redutores em glicose e glicídios não redutores em sacarose. Todas as análises foram realizadas em triplicata, por meio de repetições autênticas, com base na metodologia descrita no Instituto Adolfo Lutz,²⁵ à 25°C.

2.3. Análise espectroscópica e tratamento quimiométrico

Para cada análise, foi inserido e prensado, aproximadamente, 1,0000 g de raspas de rapadura, nas cubetas de análise, utilizando a mesma técnica de uniformidade. Os espectros foram adquiridos em um espectrofotômetro *FT-IR Frontier* da PerkinElmer®, utilizando o acessório de reflectância difusa (NIRA) na faixa e 950 a 2500 nm, com resolução de 8 cm^{-1} , 16 varreduras e medida em $\log(1/R)$. Como branco utilizou-se o *spectralom*. Cada amostra foi analisada 4 vezes (duplicatas foram registradas em duas posições diferentes no acessório de análise), perfazendo um total 480 espectros.

Os dados espectrais foram tratados com técnicas quimiométricas (PCA e SIMCA) usando o pacote quimiométrico *The Unscrambler*® X, versão 10.2. Para o modelo de classificação SIMCA, as amostras foram agrupadas da seguinte forma: 120 espectros de rapaduras puras para calibração (C), 60 espectros de rapaduras puras para validação

(V) e 300 espectros de rapadura com adição de açúcar para predição (P).

3. Resultados e Discussão

3.1. Considerações físico-químicas

As características organolépticas apresentadas em todas as amostras foram: aspecto de massa dura, cor castanha (variando claro a escuro), cheiro e sabor próprio de doce.

Para as amostras de rapadura analisadas, verificou-se que o pH médio para as rapaduras puras foi aproximadamente 6,3, enquanto para as rapaduras com adição de açúcar foi de 4,8. Para este parâmetro alguns países apresentam normativas, como o Equador, que para rapadura o pH mínimo seria de 5,9.¹⁶

Em trabalhos publicados, Souza e colaboradores²⁶ obtiveram o pH da rapadura em 6,6 e para Guerra & Mujica³ o pH da rapadura varia entre 5,6 e 6,9. Valores menores de pH podem estar relacionados a uma quantidade deficiente de cal no clareamento do caldo, o que dificulta a remoção de impurezas e, além disso, promove inversão de sacarose.³

Sendo assim, pode-se inferir que o pH das rapaduras puras analisadas se assemelha aos valores encontrados na literatura, já as amostras de rapadura com adição de açúcar apresentaram pH menor. Isso pode ser explicado pela mudança na composição das mesmas. Observando a condutividade elétrica para a rapadura pura obteve-se em média 1,064 mS/cm e para as amostras com misturas o valor foi 0,509 mS/cm, o que corresponde a quase metade do valor da condutividade em amostras de rapadura pura. A medida de condutividade foi mais elevada nas amostras de rapaduras puras, pois estas supostamente apresentam maior concentração de espécies iônicas dissolvidas que a rapadura com adição de açúcar refinando, já que o açúcar tem menos teores de sais minerais que a rapadura

pura, indicando assim uma alteração na composição do alimento.^{7,27}

No Brasil, de acordo com as normas estabelecidas pela ANVISA no ano de 1978 a acidez da rapadura deveria ser no máximo 10,0 % e, para as amostras analisadas nesta pesquisa, os valores da acidez foram de aproximadamente 3,3 % para as rapaduras puras e 1,2 % para as rapaduras com adição de açúcar, indicando que as amostras analisadas estão em conformidade. Vale ressaltar, que a Resolução da Comissão Nacional de Normas e Padrões para Alimentos (CNNPA) n° 12 de 1978 não se encontra mais em vigência. No entanto, a mesma continha informações importantes, parametrizando os padrões de identidade e qualidade da rapadura: físico-químicas e microbiológicas. A legislação vigente, Resolução RDC n°271/2005 não se refere a detalhes como características organolépticas e físico-químicas.^{13,17,28} Observa-se que a rapadura pura apresenta um teor de acidez maior que a rapadura com misturas, o que pode ser justificado também pela alteração na composição da rapadura. Souza e colaboradores,²⁶ em suas análises obtiveram um valor de acidez para rapadura produzida apenas com cana-de-açúcar, em termos de volume de hidróxido de sódio (NaOH) consumido na titulação, de 4,4 mL e quando a rapadura é produzida com mistura (90 % de cana-de-açúcar e 10 % de sorgo) essa acidez diminuiu, sendo gasto 2,7 mL de NaOH. Nesta pesquisa observou-se que, para a rapadura pura, a acidez em termos de NaOH consumido foi em média 1,7 mL e para a rapadura com adição de açúcar foi de 0,6 mL. Observando assim, como indicado por Souza e colaboradores²⁶, uma diminuição no volume gasto de NaOH quando a rapadura não é pura.

Para quantificar carboidratos em alimentos, existem vários métodos de análises e estes se baseiam nas propriedades dos mesmos e, geralmente, os teores de glicídios redutores são determinados em termos de glicose e os glicídios não redutores, em termos de sacarose.²⁵ De acordo com Tavares e colaboradores²⁹ um destes métodos é o de Lane & Eyon, que se baseia em reações de

oxidação-redução, e que foi o escolhido neste trabalho.

As análises de glicídios redutores e não redutores foram bastante custosas e laboriosas, uma vez que o método requer várias etapas lentas. Para as amostras de rapadura pura, o teor médio de glicídios redutores em glicose foi 9,0 %. O teor médio de glicídios não redutores em sacarose para as amostras puras analisadas foi de 92 %. Para as rapaduras com adição de açúcar, o teor de glicídios redutores e não redutores foram em média, respectivamente, 11,0 % e 90 %.

Vale ressaltar, que os teores de açúcares obtidos nas amostras puras e com adição de açúcar, apresentaram consideradas flutuações em relação aos valores recomendados por normas internacionais (Açúcares Redutores em Glicose: 5,5 a 10 % e Açúcares Não Redutores em Sacarose: 77 a 83 %;¹⁶ Açúcares Redutores em Glicose: mínimo 5,5 % e Açúcares Não Redutores em Sacarose: máximo 83 %).¹⁵ No entanto, como os processos de produção da rapadura não são

normalizados entre os produtores, pode justificar fatores que provoquem alterações nos teores de glicose e sacarose. Por exemplo, a variedade da matéria-prima, grau de maturação, tipo de corte da cana-de-açúcar, umidade, acidificação do caldo, temperatura de processamento, condições e tempo de armazenamento podem afetar a textura e a estabilidade da rapadura, assim como provocar à inversão da sacarose.^{11,30-31}

Desta forma, se faz necessário o desenvolvimento de métodos analíticos mais simples, rápidos, que sejam sensíveis e que garantam segurança e confiabilidade dos resultados na avaliação da qualidade da rapadura.

3.2. Considerações espectroscópicas

A Figura 1 mostra o perfil do espectro para a rapadura pura e com adição de açúcar.

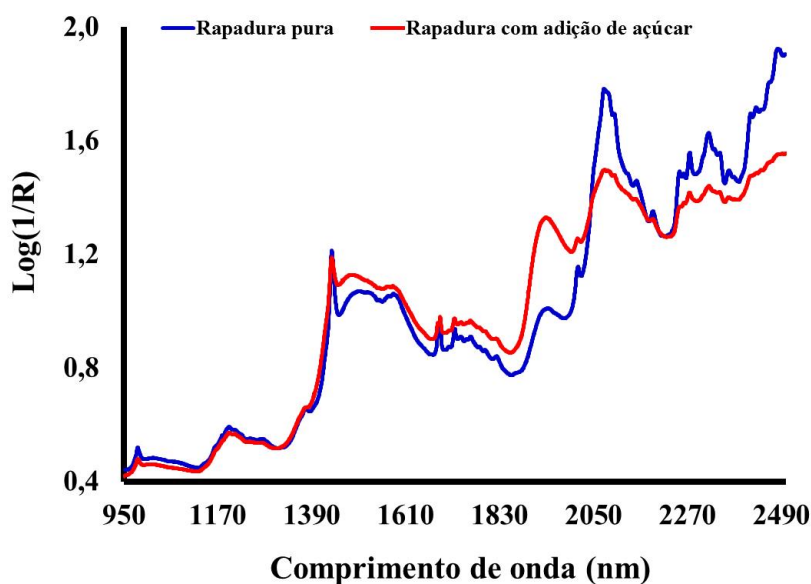


Figura 1. Espectros NIRR de rapadura pura e com adição de açúcar

Sabe-se que a rapadura e o açúcar (refinado ou mascavo), são alimentos altamente ricos em sacarose, devido a sua matéria-prima ser a cana-de-açúcar. Como em

qualquer outro alimento, os espectros de infravermelho evidenciam que a amostra de rapadura é uma mistura bastante complexa, pois contém informações de vários grupos

funcionais. Muitos destes grupos se sobrepõem tornando difícil à atribuição de um determinado pico exclusivamente a uma única função química, principalmente quando se usa o infravermelho próximo (NIR). No entanto, considerando que a rapadura seja

constituída basicamente por sacarose, pode-se atribuir algumas regiões características. A sacarose é um dissacarídeo que tem unidades de D-Glicose e D-frutose unidas nas posições 1:2 (α -D-Glc-(1 \rightarrow 2)- β -D-Fru),³² Figura 2.

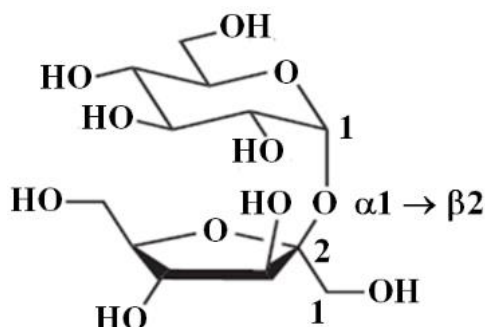


Figura 2. Molécula de sacarose, ligação glicosídica entre carbonos 1: 2

Na sacarose, as bandas presentes no espectro NIR são provenientes, principalmente, por múltiplos estiramentos e sobreposições de absorções que ocorrem nas ligações químicas de C-H, C-C, C-O e O-H de sua estrutura. A faixa espectral entre 1370 a 1515, 1667 e 1818, 1852 e 2174, 2174 a 2500 nm podem ser atribuídas ao estiramento O-H do primeiro sobretom, estiramento C-H do primeiro sobretom, bandas de combinações O-H e C-H nas regiões, respectivamente.³³

Sarwar e colaboradores³⁴ afirmam que o tipo de cana-de-açúcar e a forma de armazenamento da rapadura também podem influenciar na variação dos teores de umidade. Assim, as regiões de 1351 a 1561 nm e entre 1850 a 1999 nm estão relacionados, principalmente, ao primeiro sobretom de estiramento O-H e banda de combinação O-H da água. Desta forma, a região escolhida para extrair o máximo possível de informação a respeito das amostras em estudo, foi a faixa de trabalho de 2020 a 2500 nm, que corresponde as bandas de combinações com mais característica das moléculas de açúcar, excluindo possíveis variações de água na amostra e flutuações de linha de base.³⁵

3.3. Análise quimiométrica

A análise de componentes principais (PCA) visa representar o elevado número de variáveis em um espaço dimensional menor e facilitar a visualização de todo o conjunto de dados através do gráfico dos escores bi ou tridimensional.²⁴ Sendo assim, a fim de se extrair o máximo de informações sobre as amostras de rapadura puras e com adição de açúcar foi realizada uma PCA, a partir dos 480 dados espectrais NIR brutos na região de 2020 a 2500 nm.

A Figura 3 apresenta o gráfico dos scores obtida pela PCA com 99.656 % da variância total explicada, em que PC1, PC2 e PC3 explicam 97,086 %, 2,351 % e 0,219 %, respectivamente. A partir da PCA foi possível reconhecer que as amostras de rapadura pura dos conjuntos de calibração e validação (**C** e **V**) apresentam-se relativamente próximas entre si revelando similaridade entre as mesmas, enquanto as amostras de rapaduras com adição de açúcar do conjunto da predição (**P**) apresentam-se bastantes dispersas entre si e relativamente distante das amostras puras. Uma possível explicação para a dispersão entre as amostras **P** é a arbitrariedade na elaboração das mesmas, onde não se é seguido um procedimento padrão no seu

processo de produção. Isso faz com que as mesmas possuam grandes diferenças em sua composição química, como por exemplo,

umas podem conter uma quantidade adicionada de açúcar maior do que outras.

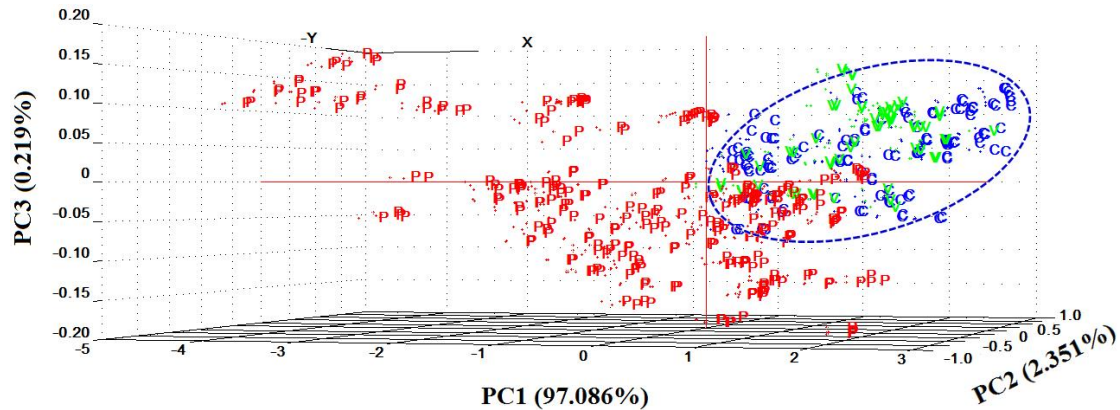


Figura 3. Gráfico dos escores, obtido pela PCA dos 480 dados espectrais NIRR sem tratamento

Para classificar as amostras de rapadura como pura ou com adição de açúcar, foi realizado o método de classificação SIMCA. O método SIMCA utilizou como base um modelo PCA específico para a classe de rapadura pura (dados espectrais do conjunto de calibração – C).

Para validar o modelo SIMCA elaborado foram utilizados os dados espectrais do conjunto de validação (V) que se referem às amostras puras, porém que não participaram do modelo de calibração da PCA, usado como base do modelo SIMCA. Sendo assim, espera-se que todas as amostras do conjunto V sejam classificadas como pertencentes ao modelo SIMCA (classe rapadura pura). Como resultado, o modelo SIMCA (classe rapadura pura) classificou corretamente 100,0 % das amostras do conjunto V, com 95 % de confiança.

Para avaliar a capacidade preditiva do modelo SIMCA calibrado e validado, as amostras de rapadura com mistura de açúcar (dados espectrais do conjunto de predição – P) foram testadas no modelo. O gráfico de Si x Hi (Figura 4) revela o resultado da classificação SIMCA para a classe rapadura pura.

Como se pode observar no gráfico de Si x Hi (Figura 4), dos 300 dados espectrais do

conjunto de predição P, apenas 10 foram classificados erroneamente, a 95 % de confiança, como pertencentes ao modelo SIMCA da classe de rapadura pura. Vale inferir que os 10 dados do conjunto P, classificados erroneamente como pertencentes ao modelo SIMCA de rapadura pura, encontram-se de fato afastados dos dados referentes às amostras de rapadura pura (C e V), ou seja, encontram-se nos limites das fronteiras do modelo SIMCA, estando bem próximos aos dados das amostras de rapadura com adição de açúcar. Sendo assim, mesmo com classificação errada, esse comportamento no gráfico evidencia que estes dados sejam referentes às amostras de rapadura com baixa adição de açúcar. A dispersão observada no gráfico pelas amostras de rapadura com adição de açúcar é possivelmente dada pela diferente quantidade de adição de açúcar nessas amostras, ou seja, quando menor a quantidade adicionada de açúcar, mais próximas ficam das amostras puras.

Considerando todos os dados aplicados (conjuntos V e P) no modelo SIMCA da classe de rapaduras puras revela-se que foram classificadas corretamente 97,22 % das amostras com 95 % de confiança.

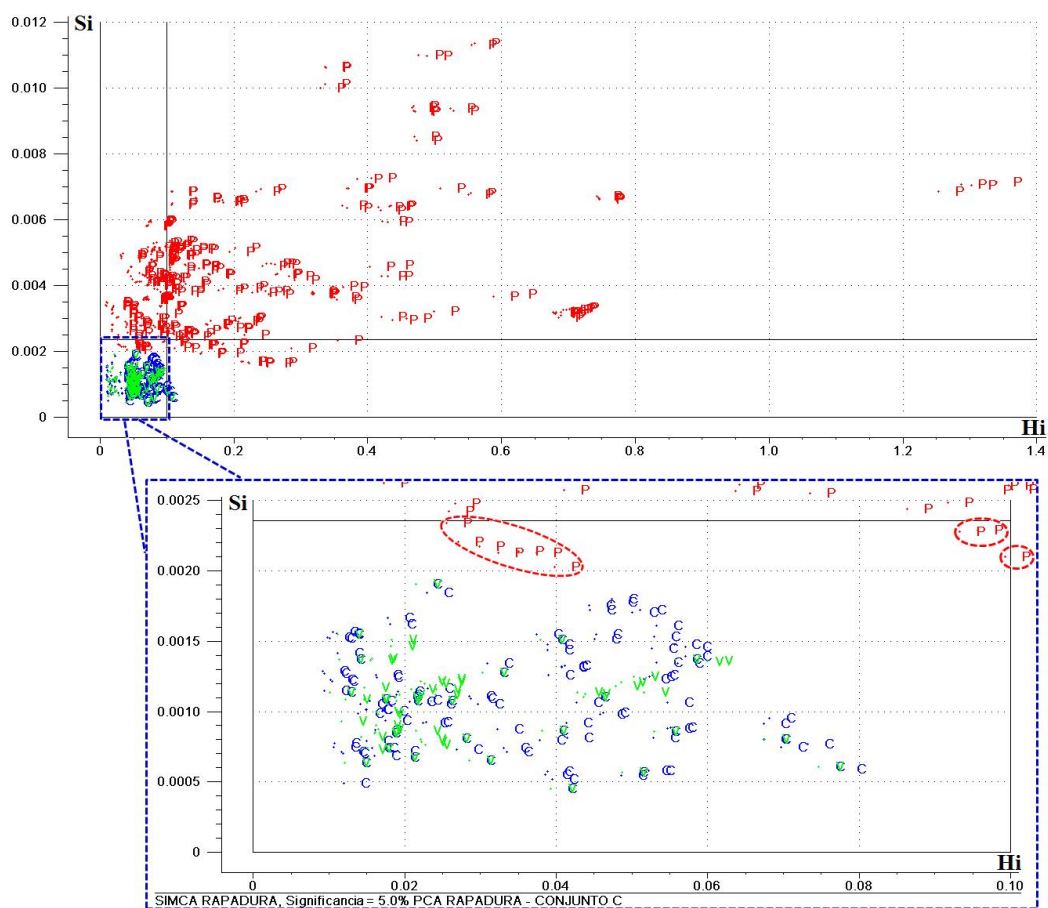


Figura 4. Gráfico de Si x Hi (nível de significância de 5,0 %) da Classificação SIMCA – Classe Rapadura Pura. Legenda: **C**: Conjunto de Calibração (amostras de rapadura pura); **V**: Conjunto de Validação (amostras de rapadura pura); **P**: Conjunto de Predição (amostras de rapadura com adição de açúcar)

4. Conclusão

Por meio das análises físico-químicas realizadas nas 120 amostras investigadas de rapadura, foram observadas diferenças significativas nos valores médios obtidos dos parâmetros: pH, acidez, condutividade elétrica, teor de glicídios redutores em glicose e teor de glicídios não redutores em sacarose. Indicando que existe alteração na qualidade da rapadura, quando a mesma sofre adição de açúcar na sua formulação.

A partir da avaliação qualitativa dos dados espectroscópicos NIRR das amostras de rapadura puras e com adição de açúcar foi possível identificar bandas de absorção características da sacarose. Esses dados foram analisados com técnicas quimiométricas de

análise exploratória PCA e classificatória SIMCA. Como resultado, a PCA revelou dois grandes agrupamentos pertinentes à classe das amostras puras e a classe das amostras com adição de açúcar. O modelo SIMCA da classe de rapaduras puras classificou corretamente 97,22 % das amostras dos conjuntos de validação e predição com 95 % de confiança.

Sendo assim, pode-se concluir que a metodologia proposta, baseada na análise espectroscópica na região NIR associada a quimiometria, se mostrou bastante eficiente na análise exploratória e classificatória de amostras de rapadura, de modo rápido, não destrutivo, que não requer o consumo de reagentes químicos e que pode ser utilizada a fim de garantir a qualidade desses produtos.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FACEPE (NUQAAPE/PRONEX APQ-0346-1.06/14); Ao Grupo de Instrumentação e Análise Química (Unidade Acadêmica de Serra Talhada / UFRPE); Aos donos dos engenhos e fornalhas pelas amostras de rapadura e à professora M. F. Pimentel do Departamento de Engenharia Química da UFPE pelo uso dos softwares The Unscrambler X, versão 10.2 (CAMO S.A.) e MATLAB® R2010a 7.10.0.499, MathWorks.

Referências Bibliográficas

- ¹ Oliveira, J. C.; Nascimento, R. J.; Britto, W. S. F. Demonstração dos custos da cadeia produtiva da rapadura: estudo realizado no Vale do São Francisco. *Custos e Agronegócio Online* **2007**, *3*, 79. [[Link](#)]
- ² Ordoñez-Díaz, M. M.; Rueda-Quiñónez, L. V. C. Evaluation of the social-environmental impacts associated with the production of panela in Santander (Colombia). *Corpoica Ciencia y Tecnología Agropecuaria, Mosquera (Colombia)* **2017**, *18*, 379. [[CrossRef](#)]
- ³ Guerra, M. J.; Mujica, M. V. Propriedades físicas e químicas de rapaduras granuladas. *Ciência e Tecnologia de Alimentos* **2010**, *30*, 250. [[CrossRef](#)]
- ⁴ Delgado, L. C.; Borges, G. N.; Valentini, C. M. A.; Faria, R. A. P. G. Aspectos Culturais e Ambientais no Processo de Produção de Rapadura na Comunidade de Bonsucesso em Várzea Grande-MT. *Biodiversidade* **2016**, *15*, 21. [[Link](#)]
- ⁵ De Maria, G.; Correal, C. M.; Jaffe, W. Panela: the natural nutritional sweetener. *Agro FOOD Industry Hi Tech* **2013**, *24*, 44. [[Link](#)]
- ⁶ Taco - Tabela brasileira de composição de alimentos, 4a ed. rev. e ampl., NEPA: Campinas, 2011. [[Link](#)]
- ⁷ Coutinho, E. P.; Resumo, Perspectivas mercadológicas da rapadura frente à modernização de seu sistema produtivo, XXIII Encontro Nacional de Engenharia de Produção - Ouro Preto, MG, Brasil, 2003. [[Link](#)]
- ⁸ Sahu, A. P.; Saxena, A. K. Enhanced translocation of particles from lungs by jaggery. *Environmental Health Perspectives Environ* **1994**, *102*, 211. [[CrossRef](#)]
- ⁹ Harish Nayaka, M. A.; Sathisha, U.V.; Manohar, M. P.; Chandrashekar, K. B.; Dharmesh, S. M. Cytoprotective and antioxidant activity studies of jaggery sugar. *Food Chemistry* **2009**, *115*, 113. [[CrossRef](#)]
- ¹⁰ Mujica, M. V.; Guerra, M.; Soto, N. Efecto de la variedad, lavado de la caña y temperatura de punteo sobre la calidad de la panela granulada. *Interciencia* **2008**, *33*, 598. [[Link](#)]
- ¹¹ Mosquera, S. A.; Carrera, J. E.; Villada, H. S. Variables que afectan la calidad de la panela procesada en el departamento del Cauca. *Bioteología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial* **2007**, *5*, 17. [[Link](#)]
- ¹² Barbosa, B. S.; Valentini, C. M. A.; Faria, R. A. P. G. Manejo socioambiental da cana-de-açúcar e produção de rapadura na comunidade de Varginha, em Santo Antônio de Leverger, MT, Brasil. *Interações (Campo Grande)* **2016**, *17*, 384. [[CrossRef](#)]
- ¹³ Brasil, Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), Resolução RDC nº271, de 22 de setembro de 2005. Regulamento técnico para açúcares e produtos para adoçar. Brasília, DF: Diário Oficial da União 2005. [[Link](#)]
- ¹⁴ Food Safety and Standards Authority of India. Ministry of health and family welfare. Food safety and standards (food products standards and food additives) regulations. New Delhi, IN: Food Safety and Standards Authority of India, 2011. [[Link](#)]
- ¹⁵ Republic of Colombia. Ministério de la Protección Social. Resolución Número 2546 de 6 de agosto de 2004, reglamento técnico de emergencia através del cual se señalan los requisitos sanitarios que se deben cumplir en la producción y comercialización de la panela para el consumo humano y se dictan otras disposiciones. Bogota, CO: Ministério de la Protección Social 2004. [[Link](#)]

- ¹⁶ Ecuador. Instituto Ecuatoriano de Normalización. Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN 2 331:2002. Panela Sólida: Requisitos. Quito/Ecuador: Inen 2002. [\[Link\]](#)
- ¹⁷ Braun, C. L. K.; Oliveira, A. P.; Pedro, F. G. G.; Arruda, G. L.; Lima, M. G.; Villa, R. D. Physicochemical, microbiological and microscopic evaluation of artesanal rapaduras produced in Cuiabá, Mato Grosso, Brazil. *Acta Scientiarum Technology* **2016**, *38*, 407. [\[Link\]](#)
- ¹⁸ Pasquini, C. Near Infrared Spectroscopy: Fundamentals, Practical Aspects and Analytical Applications. *Journal Brazilian Chemical Society* **2003**, *14*, 198. [\[CrossRef\]](#)
- ¹⁹ Viegas, T. R.; Mata, A. L. M. L.; Duarte, M. M. L.; Lima, K. M. G. Determination of quality attributes in wax jambu fruit using NIRS and PLS. *Food Chemistry* **2016**, *190*, 1. [\[CrossRef\]](#)
- ²⁰ Inácio, M. R. C.; Lima, K. M. G.; Lopes, V. G.; Pessoa, J. D. C.; Teixeira, G. H. A. Total Anthocyanin content determination in intact açai (*Euterpe pçeracea* Mart.) and palmitero-juçara (*Euterpe edulis* Mart.) fruit using near infrared spectroscopy (NIR) and multivariate calibration. *Food Chemistry* **2013**, *136*, 1160. [\[CrossRef\]](#)
- ²¹ Ferreira, M. M. C.; *Quimiometria: conceitos, métodos e aplicações*, Editora da Unicamp: Campinas, 2015.
- ²² Ribeiro, F. A. L.; Mantovani, G. A.; Poppi, R. J.; Rosário, F. F.; Bezerra, M. C. M.; Bastos, A. L. M.; Melo, V. L. A. PCA: uma ferramenta para identificação de traçadores químicos para água de formação e água de injeção associadas à produção de petróleo. *Química Nova* **2013**, *36*, 1281. [\[CrossRef\]](#)
- ²³ Nascimento, J. A.; Dionísio, A. G. G.; Nascimento, E. C. L.; Freitas, S. K. B.; Araújo, M. C. U. Análise screening de vinhos empregando um analisador fluxo-batelada, espectroscopia UV-VIS e quimiometria. *Química Nova* **2010**, *33*, 351. [\[CrossRef\]](#)
- ²⁴ Beebe, K. R.; Randy, J. P.; Seasholtz, M. B.; *Chemometrics: A practical guide*, Wiley-Interscience: New York, 1998.
- ²⁵ Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. Coordenadores Odair Zenebon; Neus Sadocco Pascuet e Paulo Tiglea. 4ª edição, 1ª edição digital (versão eletrônica). São Paulo: *Instituto Adolfo Lutz* 2008, p. 1020. [\[Link\]](#)
- ²⁶ Souza, C. C.; Dantas, J. P.; Silva, S. M.; Souza, V. C.; Almeida, F. A.; Silva, L. E. Produtividade do Sorgo granífero cv. sacarino e qualidade de produtos formulados isoladamente ou combinados ao caldo de cana-de-açúcar. *Ciência e Tecnologia de Alimento, Campinas* **2005**, *25*, 512. [\[Link\]](#)
- ²⁷ Alves, R. M. O.; Carvalho, C. A. L.; Souza, B. A.; Sodr e, G. S.; Marchini, L. C. Características físico-químicas de amostras de mel de melipona mandacaia smith (hymenoptera: apidae). *Ciência e Tecnologia de Alimentos, Campinas* **2005**, *25*, 644. [\[Link\]](#)
- ²⁸ Brasil. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução CNNPA nº12, de 24 de julho de 1978. Normas Técnicas Especiais, do Estado de São Paulo, revistas pela CNNPA, relativas a alimentos (e bebidas), para efeito em todo território brasileiro. Brasília, DF: DOU 1978. [\[Link\]](#)
- ²⁹ Tavares, J. T. Q.; Cardoso, R. L.; Costa, J. A.; Fadigas, F. S.; Fonseca, A. A. Interferência do Ácido Ascórbico na Determinação de Açúcares Redutores pelo Método de Lane e Eynon. *Química Nova* **2010**, *33*, 805. [\[CrossRef\]](#)
- ³⁰ Verma, V.; Maharaj, N. Moisture absorption isotherms of jaggery. *Journal of Stored Product Research* **1990**, *26*, 61. [\[CrossRef\]](#)
- ³¹ Tiwari, G., Sanjeev, K.; Prakash, O. Evaluation of convective mass transfer coefficient during drying of jaggery. *Journal of Food Engineering* **2004**, *63*, 219. [\[CrossRef\]](#)
- ³² Dewick, P. M.; *Medicinal natural products: A biosynthetic approach*, 3a ed.; John Wiley & Sons Ltd: London, 2009
- ³³ Simeone, M. L. F.; Parrela, R. A. C.; Schaffert, R. E.; Damasceno, C. M. B.; Leal, M. C. B.; Pasquini, C. Near infrared spectroscopy determination of sucrose, glucose and fructose in sweet sorghum juice. *Micochemical Journal* **2017**, *134*, 125. [\[CrossRef\]](#)

³⁴ Sarwar, M. A.; Hussain, F.; Nadeem, M. A.; Ghaffar, A.; Bilal, M.; Umer, M.; Chattha, A. A. Performance of Different Sugarcane Strains for Physico-Chemical Characteristics of Jaggery. *Journal of Agriculture & Social Sciences* **2009**, 5, 40. [\[Link\]](#)

³⁵ Osborne, B. G.; Douglas, S. Measurement of the degree of starch damage in flour by near infrared reflectance analysis. *Journal Science Food Agriculture* **1981**, 32, 328. [\[CrossRef\]](#)