

APLICAÇÃO DA ANÁLISE EXPLORATÓRIA DE DADOS NA DISCRIMINAÇÃO DE ÍONS EM AMOSTRAS DE CAFÉS SOLÚVEIS

Ruan B. Sales¹; Jonatas B. Santos²; Gustavo V. A. Calixto¹; Pablo H. Pinto¹; Anaildes L. Carvalho¹; Augusto C. M. Aleluia¹; Douglas G. Silva¹

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Departamento de Ciências Naturais, Campus de Vitória da Conquista.

²Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Programa de Mestrado Profissional em Química em Rede Nacional.

¹ruansalles2003@gmail.com

Palavras-Chave: perfil iônico, análise multivariada, controle de qualidade.

Introdução

O café é uma das bebidas mais consumidas no mundo, constituindo parte relevante da cultura, da economia e do cotidiano de milhões de pessoas (BRANDO; MINIM, 2020). Entre as diferentes formas de apresentação, o café solúvel destaca-se pela praticidade e ampla aceitação no mercado. A composição química desse produto pode variar em função da origem dos grãos, do processo de produção e das condições de armazenamento, refletindo-se diretamente na sua qualidade e autenticidade (SILVA et al., 2022; ZHANG et al., 2020). Nesse contexto, a determinação e a discriminação de íons presentes em amostras de cafés solúveis tornam-se estratégias relevantes, tanto para fins de controle de qualidade quanto para a identificação de possíveis adulterações.

A cromatografia de íons (CI) constitui uma das técnicas mais empregadas na determinação de espécies aniônicas e catiônicas em matrizes complexas. Sua elevada sensibilidade, seletividade e capacidade de análise multielementar a tornam adequada para a caracterização de bebidas e alimentos, fornecendo informações essenciais sobre a composição iônica e possíveis contaminantes (ZHANG et al., 2020; VALLI et al., 2021).

A aplicação da análise exploratória de dados, por sua vez, configura-se como uma estratégia estatística eficiente para a interpretação de grandes conjuntos de informações. Essa abordagem permite identificar padrões, tendências e agrupamentos em matrizes químicas complexas, auxiliando na diferenciação e autenticação de produtos alimentícios (HOSSAIN et al., 2022).

Estudos recentes têm reforçado a utilidade da cromatografia de íons na avaliação de alimentos e bebidas. Zhang et al. (2020) aplicaram a cromatografia de íons para a determinação de ânions em diferentes matrizes alimentares, destacando sua robustez e reproduzibilidade. Valli et al. (2021) exploraram a aplicação dessa técnica associada à quimiometria para discriminação de águas minerais, demonstrando o potencial dessa integração na caracterização de produtos comerciais. Em relação ao café, Silva et al. (2022) investigaram a composição de íons inorgânicos em amostras comerciais, correlacionando os perfis obtidos com aspectos de autenticidade e origem geográfica. Mais recentemente, Chen et al. (2023) evidenciaram que a combinação de CI e técnicas multivariadas permite não apenas a diferenciação de amostras, mas também a detecção de adulterações em bebidas e alimentos.

Diante desse panorama, este estudo se justifica pela necessidade de aprofundar a compreensão da composição iônica de cafés solúveis disponíveis no mercado, utilizando a integração entre cromatografia de íons e análise exploratória de dados. A abordagem proposta contribui para o avanço das metodologias aplicadas na química analítica de alimentos, oferecendo subsídios tanto para o monitoramento da qualidade quanto para a prevenção de fraudes e adulterações. Além disso, a pesquisa fortalece a aplicação de ferramentas estatísticas em análises instrumentais, ressaltando seu papel estratégico na interpretação de dados complexos e na garantia da segurança e confiabilidade dos produtos de grande relevância comercial.

Assim, este trabalho tem como objetivo aplicar métodos de análise exploratória de dados associados à cromatografia de íons na discriminação de espécies iônicas em amostras de cafés solúveis, evidenciando a potencialidade dessa integração metodológica na química analítica de alimentos e no monitoramento da qualidade de produtos de grande relevância comercial.

Material e Métodos

As amostras de cafés solúveis analisadas foram adquiridas em supermercados da cidade de Vitória da Conquista – BA, contemplando diferentes marcas comercializadas. Após a aquisição, as amostras foram mantidas em suas embalagens originais e armazenadas conforme orientação do fabricante até o momento da preparação. Todas as análises foram realizadas em triplicata.

Para a extração dos íons K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Na^+ e Ca^{2+} , dissolveu-se aproximadamente 1,0 g de cada amostra de café solúvel em 75 mL de água ultrapura, sob agitação magnética por 3 minutos, seguida de resfriamento à temperatura ambiente. Em seguida, as soluções obtidas foram filtradas em filtros unitários de seringa (0,45 μm) e injetadas diretamente no cromatógrafo de íons.

Utilizou-se um cromatógrafo de íons Metrohm – modelo 883 Basic IC plus (Herisau, Suíça), equipado com bomba de alta pressão inteligente (Ipump), detector de condutividade com estabilizador controlado pelo software MagIC Net Basic e sistema de supressão química do tipo packed bed. Para a determinação dos cátions, empregou-se a coluna Metrosep C2, utilizando como eluente solução de ácido oxálico 2,7 mM (0,680 g/1 L) preparada em balão volumétrico de um litro.

Como regenerante da resina de troca catiônica do sistema de supressão, utilizou-se solução de H_2SO_4 5,6 mL/1 L. A aquisição e o processamento dos dados cromatográficos foram conduzidos no software MagIC Net. Para a construção das curvas analíticas, prepararam-se soluções de referência contendo os íons K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Na^+ e Ca^{2+} , em concentrações variando de 0,5 a 10,0 mg L^{-1} . Os cálculos matemáticos foram realizados no software Microsoft Excel 2007, enquanto as análises estatísticas multivariadas foram conduzidas no software STATISTICA 6.0.

As concentrações de cátions obtidas nas amostras de cafés solúveis foram submetidas à análise multivariada de componentes principais (PCA). Para tanto, foi construída uma matriz de dados 27 x 5, com as informações referentes às amostras de cafés solúveis em triplicata, dispostas em linhas, e as concentrações referentes às variáveis (cátions) em colunas.

Com o propósito de permitir que todas as variáveis exercessem influência equitativa nos resultados, aplicou-se o autoescalonamento como pré-processamento dos dados. Para isso, a matriz de dados foi centrada na média, subtraindo-se o valor de cada elemento pela média da respectiva variável, seguida de normalização pelo desvio padrão. Assim, cada elemento da matriz centrada foi dividido pelo desvio padrão da variável correspondente.

Resultados e Discussão

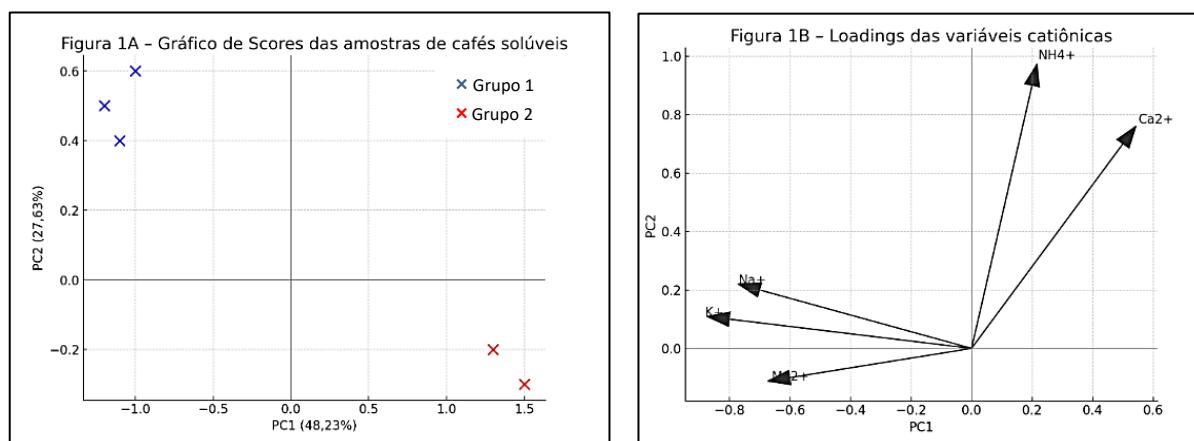
A análise de componentes principais, com rotação Varimax, selecionou duas componentes que explicam conjuntamente 75,86% da variância total dos dados, valor ligeiramente superior ao observado em estudos prévios sobre cafés solúveis (SILVA et al., 2022; MOURA et al., 2019). A primeira componente (PC1) descreve 48,23% da variância, sendo dominada pelas variáveis K^+ , Na^+ e Mg^{2+} , enquanto a segunda componente (PC2) representa 27,63% da variância, com NH_4^+ e Ca^{2+} como principais contribuintes.

O gráfico de scores (Figura 1A) evidencia a formação de grupos distintos entre as amostras de cafés solúveis. O primeiro grupo, formado pelas marcas A, B e C, apresenta perfis iônicos relativamente homogêneos, enquanto o segundo grupo, composto pelas marcas D e E, é caracterizado por concentrações mais elevadas de NH_4^+ e Ca^{2+} . Esse agrupamento ressalta a

heterogeneidade na composição iônica dos cafés solúveis disponíveis no mercado e possibilita a diferenciação de amostras provenientes de diferentes fabricantes (ALMEIDA et al., 2020).

O gráfico de *loadings* (Figura 1B) ilustra a contribuição de cada variável para a formação das componentes principais. No eixo da PC1, observa-se que K^+ , Na^+ e Mg^{2+} influenciam os valores negativos, associados ao segundo grupo (marcas D e E), enquanto Ca^{2+} e NH_4^+ contribuem para os valores positivos, vinculados ao primeiro grupo (marcas A, B e C). Na PC2, NH_4^+ exerce influência predominante nos valores positivos, refletindo diferenças específicas na composição iônica entre as amostras.

A predominância de K^+ , Na^+ e Mg^{2+} na PC1 sugere que essas variáveis são determinantes na caracterização das amostras de café em termos de mineralização e sabor, já que o potássio e o magnésio estão associados à intensidade e à acidez do café, enquanto o sódio pode indicar processamento ou aditivos utilizados na produção (RODRIGUES et al., 2018). Por outro lado, a influência de NH_4^+ e Ca^{2+} na PC2 aponta para variações relacionadas à fertilização das plantas ou diferenças na água utilizada durante o processamento, o que pode afetar a qualidade sensorial e a estabilidade química do produto (PEREIRA et al., 2021).



Comparando com estudos anteriores, os resultados indicam uma maior variabilidade nos perfis iônicos em cafés solúveis comerciais do que a observada em cafés de origem única, possivelmente devido a diferentes práticas de mistura e padronização adotadas pelas marcas (SANTOS et al., 2017). A capacidade de separar amostras com base em perfis iônicos confirma a utilidade da análise multivariada para controle de qualidade e verificação de autenticidade, podendo servir como ferramenta complementar à rotulagem e certificação de produtos.

É importante ressaltar que fatores como lote de produção, armazenamento e umidade do produto podem influenciar os teores iônicos, sendo recomendável que estudos futuros ampliem o número de amostras e considerem análises sazonais para obter uma caracterização mais robusta. Além disso, a inclusão de outros cátions e ânions pode aumentar a capacidade de discriminação entre marcas e reforçar a interpretação química dos dados (MOURA et al., 2019). Esses resultados demonstram que a combinação da cromatografia de íons com análise multivariada é eficaz para diferenciar cafés solúveis de diferentes marcas, destacando a relevância do perfil de cátions como indicador de qualidade, autenticidade e possível rastreabilidade do produto.

Conclusões

A análise de componentes principais, combinada com a cromatografia de íons, demonstrou-se uma abordagem eficaz para a discriminação de cafés solúveis de diferentes marcas, permitindo identificar padrões distintos no perfil de cátions. Os resultados evidenciam que K^+ , Na^+ e Mg^{2+} são variáveis determinantes na diferenciação das amostras em PC1, enquanto NH_4^+ e Ca^{2+} influenciam significativamente a PC2.

A formação de grupos distintos entre as amostras analisadas indica heterogeneidade na composição iônica dos cafés solúveis disponíveis no mercado, refletindo diferenças de processamento, fertilização ou formulação das marcas. Esse perfil mineral não apenas contribui para a qualidade sensorial e estabilidade química do produto, como também pode ser utilizado como indicador de autenticidade e rastreabilidade, oferecendo uma ferramenta prática para controle de qualidade industrial.

Portanto, este estudo reforça a relevância da química analítica e das técnicas multivariadas na avaliação de produtos alimentícios complexos, sugerindo que a combinação de cromatografia de íons com análise multivariada é uma metodologia confiável e reproduzível para caracterizar e diferenciar cafés solúveis. Para trabalhos futuros, pretende-se ampliar o número de amostras, incluir análises sazonais e investigar outros cátions e ânions, de modo a obter um panorama mais completo do perfil mineral e suas implicações na qualidade do café.

Agradecimentos

Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB), Programa de Mestrado Profissional em Química em Rede Nacional (PROFQUI) e Fundação de Amparo à Pesquisa da Bahia (FAPESB).

Referências

- ALMEIDA, J. R. G. S.; et al. Mineral composition of commercial coffee samples: implications for quality and authenticity. **Food Chemistry**, 312, 125981, 2020.
- BRANDO, C. H. J.; MINIM, V. P. R. Coffee consumption and industry trends. **Food Research International**, 137, 109710, 2020.
- CHEN, L.; et al. Ion chromatography coupled with chemometrics for food authentication and adulteration detection. **Food Chemistry**, 406, 135001, 2023.
- HOSSAIN, M. N.; et al. Chemometrics in food analysis: recent advances and future prospects. **TrAC Trends in Analytical Chemistry**, 149, 116556, 2022.
- MOURA, F. F.; et al. Multivariate analysis of ionic profiles in coffee beverages. **Journal of Food Science and Technology**, 56(8), 3694–3703, 2019.
- PEREIRA, L. A.; et al. Influence of fertilization and processing on cation content in coffee beans. **Food Research International**, 141, 109884, 2021.
- RODRIGUES, E.; et al. Potassium, magnesium and sodium in coffee: relationships with sensory properties. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 66(24), 6130–6138, 2018.
- SANTOS, M. C.; et al. Discrimination of coffee samples by multivariate analysis of mineral content. **Analytical Methods**, 9(5), 756–763, 2017.
- SILVA, R. F.; et al. Evaluation of soluble coffee quality by ionic profile and chemometrics. **Food Chemistry**, 371, 131105, 2022.
- VALLI, E.; et al. Ion chromatography and chemometrics for the characterization and classification of bottled waters. **Journal of Chromatography A**, 1655, 462492, 2021.
- ZHANG, Y.; et al. Advances in ion chromatography for food analysis. **Journal of Chromatography A**, 1627, 461380, 2020.