

## Determinação Quantitativa do Teor de Sacarose em Açúcar Cristal por Espectroscopia FT-IR/ATR e Regressão Multivariada

### Quantitative Determination of Sucrose in Granulated Sugar by FT-IR Spectroscopy and Multivariate Calibration

#### AUTORES AUTHORS

✉ **Marcelo Antônio MORGANO**

**Cíntia MORIYA**

Instituto de Tecnologia de Alimentos-ITAL  
Centro de Química de Alimentos e Nutrição Aplicada  
Avenida Brasil, 2880, Jardim Brasil  
CEP: 13073-001 Campinas-SP - Brasil  
Fax: 55(0xx19) 3242.4585  
e-mail: morgano@ital.org.br

**Márcia Miguel de Castro FERREIRA**

Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP  
Cidade Universitária Zeferino Vaz  
CEP: 13081-970 Campinas-SP - Brasil  
Fax: 55(0xx19) 3788.3023  
e-mail: marcia@iqm.unicamp.br

#### RESUMO

Neste trabalho foi discutido o uso da técnica de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) e do acessório de reflectância total atenuada (ATR) aplicados para a quantificação do teor de sacarose em açúcar cristal. FT-IR é uma técnica muito promissora nas análises de controle de qualidade de alimentos devido a sua conveniência, exatidão, rapidez e simplicidade. A possibilidade de associação com métodos de análise multivariada, como o método de regressão de mínimos quadrados parciais (Partial Least Squares – PLS) é mais uma vantagem desta técnica aplicada na análise quantitativa. Um modelo de regressão foi construído a partir dos dados obtidos dos espectros no infravermelho médio de soluções-padrões de sacarose. Os espectros foram registrados na faixa de 810 a 1400cm<sup>-1</sup>, com resolução de 4cm<sup>-1</sup>. Utilizando métodos de análise multivariada aplicados aos dados dos espectros (305 pontos por espectro) foi possível determinar o teor de sacarose nas amostras. Os resultados obtidos foram comparados com os obtidos por polarimetria. O erro médio relativo do método foi de 0,34%. A repetitividade dos métodos empregando a espectroscopia FT-IR e polarimetria foram de 0,04 g/100mL e 0,13 g/100mL, respectivamente.

#### SUMMARY

In this work the use of the technique of Fourier transformed infrared (FT-IR) spectroscopy was discussed as well as that of the attenuated total reflectance (ATR) accessory as applied to the quantification of sucrose in granulated sugar. FT-IR is a technique with great potential for food quality control due to its convenience, speed, accuracy and simplicity. Another advantage of this technique in quantitative analysis is that it allows for an association with multivariate methods of data analysis such as Partial Least Squares (PLS). A regression model was built using spectral data obtained from standard sucrose solutions in the mid infrared region. The spectra were registered in the range from 810 to 1400cm<sup>-1</sup>, with a resolution of 4cm<sup>-1</sup>. Using multivariate analysis methods applied to the spectra data (305 points for each spectrum) it was possible to determine the sucrose content in the samples. The results were compared to those obtained by the polarimetric method. The average relative error of the method was 0.34%. The repeatability of the methods using spectroscopy and polarimetric were 0.04g/100mL and 0.13g/100mL, respectively.

#### PALAVRAS-CHAVE KEY WORDS

FT-IR; Espectroscopia; PLS; Regressão multivariada;  
Açúcar / FT-IR; Spectroscopy; PLS; Multivariate  
regression; Sugar.

## 1. INTRODUÇÃO

O método tradicional empregado para determinar o teor de sacarose em amostras de açúcar ou sucos é o método polarimétrico. No entanto, esta técnica exige condições específicas e existem sérias limitações em casos onde a atividade óptica de outras substâncias presentes na amostra interfere na determinação polarimétrica (MEADE, CHEN, 1977). Assim, outros métodos têm sido empregados na determinação de sacarose: cromatografia gás-líquida com derivatização (DELENTE, LADENBURG, 1972), cromatografia em papel (HEFTMANN, 1971) e cromatografia líquida (MATSUDA et al., 1996). Entretanto, as considerações sobre o custo, o tempo de análise por amostra e a complexidade dos métodos têm dificultado o uso destas técnicas pela indústria do açúcar (CADET et al., 1991).

A espectroscopia no infravermelho tem sido usada nas análises de açúcares em alimentos nas últimas décadas (BAKER, NORRIS, 1985, BAKER, 1985, CADET et al., 1997, WILLIAMS, NORRIS, 1990, ACHÁ et al., 1988). Esta técnica só não é mais utilizada na análise de alimentos e seus produtos pelas seguintes razões: (1) Os espectros no infravermelho são complexos. Cada grupo funcional contribui para o espectro e isto resulta em sobreposição das bandas de absorção dificultando a interpretação. (2) A água, que é a principal constituinte de produtos biológicos, tem forte absorção no infravermelho. (3) A radiação no infravermelho penetra fracamente nas amostras e, dessa maneira, somente a superfície da amostra pode ser estudada.

O advento da espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier, combinado com os microcomputadores, e as novas técnicas como as celas de ATR (attenuated total reflectance) proporcionaram um desenvolvimento considerável na espectroscopia no infravermelho médio, fazendo dela uma técnica atrativa e excelente alternativa em relação aos métodos tradicionais (MIR) (CADET, OFFMANN, 1996, CADET et al., 1991, CROCOMBE et al., 1987, DEPECKER et al., 1985). Dentre as principais vantagens, pode-se ressaltar que este é um método muito mais rápido, a preparação das amostras é simples, o custo é baixo e, por fim, um fator crucial é que, com o uso de técnicas multivariadas para a análise dos espectros, a quantificação é possível mesmo quando temos misturas ou outras substâncias interferentes que absorvem na mesma região. Alguns trabalhos recentes têm relatado o uso da análise multivariada para processar os dados espectrais de transmissão do MIR (BELLON-MAUREL et al., 1995, CADET et al., 1997).

Os métodos de análise multivariada (SHARAF et al., 1986, WILLIAMS, NORRIS, 1990) têm sido muito usados na área de química de alimentos. A regressão por componentes principais (BAKER, 1985), a regressão linear múltipla (MARDIA et al., 1992) e a regressão pelo método dos mínimos quadrados parciais (partial least squares – PLS) (GELADI, KOWALSKI, 1986, FERREIRA et al., 1999) são os principais métodos utilizados em calibrações.

Assim, os objetivos deste trabalho foram:

- avaliar o uso da análise multivariada para processar os dados coletados provenientes da espectroscopia no infravermelho médio para amostras de açúcar cristal;
- investigar a potencialidade da espectroscopia no infravermelho médio ATR para determinar o teor de sacarose presente em amostras de açúcar cristal;
- comparar os resultados obtidos do teor de sacarose por espectroscopia no infravermelho com os resultados de polarimetria;
- avaliar a repetitividade do método empregando a técnica no infravermelho.

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 Amostras

Para a construção do modelo de regressão foi usado um padrão de sacarose (99,73%) grau para análise (Merck) na preparação da curva de regressão. Foram preparados vinte padrões em concentrações de 3,420 a 3,350g/100mL com incrementos de aproximadamente 0,004g/100mL. O padrão de sacarose foi dissolvido em água bidestilada. As faixas de concentrações das soluções-padrão de sacarose são mostradas na Tabela 1.

As amostras de açúcar cristal foram coletadas em vinte diferentes usinas de açúcar do Estado de São Paulo e foram pesadas diretamente em balão volumétrico de 10mL e dissolvidas com água bidestilada.

**TABELA 1.** Concentrações das soluções-padrão de sacarose preparadas para a construção do modelo de regressão.

Espectro	Concentração (g/100mL)	Espectro	Concentração (g/100mL)
1	3,4108	11	3,3759
2	3,4068	12	3,3729
3	3,4038	13	3,3699
4	3,3998	14	3,3659
5	3,3968	15	3,3629
6	3,3928	16	3,3589
7	3,3898	17	3,3559
8	3,3868	18	3,3519
9	3,3828	19	3,3489
10	3,3798	20	3,3420

## 2.2 Espectros no FT-IR médio

Os espectros no infravermelho médio com transformada de Fourier foram registrados no espectrômetro Nicolet FT-IR (modelo 520), equipado com cristal de reflectância de selenito de zinco (circle cell), material inerte à água. Entre uma amostra e outra, o cristal foi limpo e seco com papel absorvente. Os espectros no FT-IR foram registrados entre 1400 a 810 cm<sup>-1</sup>, com resolução de 4 cm<sup>-1</sup> para log(1/R), onde R é a razão da intensidade de reflectância do background para a amostra. Os sinais inicialmente obtidos como log(1/R) foram expressos como absorbância para facilitar o entendimento e a visualização dos resultados, utilizando-se o software do equipamento. Foram realizadas cento e vinte e oito varreduras para cada espectro e a combinação de todas as varreduras resultaram num espectro médio.

## 2.3 Polarimetria

A determinação de sacarose utilizando a técnica de análise polarimétrica realizada envolve três etapas: a preparação da solução de açúcar em água, a clarificação da solução por filtração e a determinação polarimétrica por medidas da rotação óptica da solução clarificada.

Para a preparação da solução da amostra foram pesados (26,0000 ± 0,0002) g de açúcar, o qual foi transferido quantitativamente, com água destilada, para um balão volumétrico de 100 mL até ser obtido um volume aproximado de 70 mL. O açúcar foi dissolvido e a solução permaneceu em repouso por, no mínimo, dez minutos (tempo necessário para atingir a temperatura ambiente da sala de análise, +20°C). Posteriormente foi adicionada água destilada para a lavagem de todo o gargalo do balão até distar 1 mm abaixo do menisco.

O gargalo do balão foi seco com o auxílio de uma bagueta envolvida em lenço de papel e o volume foi completado com a utilização de uma seringa.

A solução foi filtrada em papel de filtro Whatman 41 (18,5 cm) após a homogeneização.

Os primeiros 10 mL foram descartados e um volume de 50 a 60 mL foram necessários para a medida polarimétrica.

O polarímetro utilizado, Polartronic NIR W2 (SCHMIDT + HAENSCH), mediu valores polarimétricos na região do visível, 589,44 nm (comprimento de onda da luz amarela de sódio). Para minimizar erros na medida dos volumes, a temperatura da sala foi estabilizada em 20,0 ± 0,5°C.

## 2.4 Análise dos dados

O método de regressão utilizado no tratamento de dados deste estudo foi o método dos mínimos quadrados parciais (PLS). No modelo PLS, as informações espectrais e as concentrações são usadas ao mesmo tempo na fase de calibração. Uma matriz contendo os espectros dos padrões (**X**) é relacionada com um vetor que armazena dados sobre a sua concentração (**y**), resultando nas equações 1 e 2. Os

elementos das matrizes **T** e **P** são chamados de scores e loadings de **X**. Os elementos da matriz **E** e do vetor **f** representam os erros da modelagem de **X** e **y**.

$$\mathbf{X} = \mathbf{TP}^t + \mathbf{E} \quad (1)$$

$$\mathbf{y} = \mathbf{qt}^t + \mathbf{f} \quad (2)$$

O resultado deste procedimento é uma equação linear de uma curva de calibração semelhante à equação 3, onde **R** é uma matriz de respostas (assim como um conjunto de espectros) para uma série de amostras, **c** é um vetor com a concentração de todas as amostras, **b** é o vetor contendo os parâmetros do modelo e **e** é o vetor de erros.

$$\mathbf{c} = \mathbf{Rb} + \mathbf{e} \quad (3)$$

O vetor **b** é definido como  $\hat{\mathbf{b}} = \mathbf{W}(\mathbf{P}^t \mathbf{W})^{-1} \mathbf{q}^t$  onde os vetores da matriz **W** são tais que o produto da variância em **X** vezes a correlação de **XW** com **y** seja maximizada.

## 2.5 Tratamento dos dados

Os tratamentos matemáticos e estatísticos foram feitos com e sem aplicação da derivada aos valores de absorbância. Os programas MATLAB, 1997 e PIROUETTE, 2001 foram usados para a análise dos dados. Os valores de absorbância registrados entre 810 a 1400 cm<sup>-1</sup> foram nos dados centrados na média.

O método dos mínimos quadrados parciais (PLS) foi utilizado na calibração multivariada e inicialmente foi realizada a determinação do número de componentes principais necessários para a construção do modelo de calibração.

Para encontrar o número de componentes principais foi usado o método de "validação cruzada", onde a calibração é repetida n vezes (n é o número de amostras no conjunto de calibração) sendo que em cada oportunidade trata-se uma das amostras do conjunto de calibração como uma amostra da previsão. A soma dos quadrados dos erros de previsão estimada (PRESS = Prediction Error Sum of Squares) foi assim utilizada para determinar o número de componentes principais necessários. O número adequado de componentes principais é aquele que apresenta o menor valor de PRESS.

Para a construção do modelo de regressão foram utilizadas vinte amostras na calibração e seis na validação. O desempenho do modelo foi representado pelo erro-padrão de previsão (SEP):

$$SEP = \sqrt{\frac{\sum (C_r - C_p)^2}{n}} \quad (4)$$

onde  $C_r$  = valores reais;  $C_p$  = valores previstos de concentração e n = número de amostras. A precisão da calibração é estimada como duas vezes o erro-padrão de previsão (BELLON-MAUREL et al., 1995).

A repetitividade pode ser definida como a tendência de um sinal dar a mesma resposta várias vezes no mesmo experimento, sendo expressa em termos de desvio-padrão (s) (BELLON-MAUREL et al., 1995, WOJCIECHOWSKI et al., 1998). Para os espectros no infravermelho, a repetitividade do sinal em um determinado comprimento de onda foi calculado pelo desvio-padrão de dez leituras de amostras de mesma concentração (0,3389g de sacarose por 10mL de água bidestilada), durante o mesmo experimento e nas mesmas condições. No polarímetro, a repetitividade foi determinada pela medida polarimétrica de dez soluções aquosas de sacarose a 26,000g/100mL.

$$s = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (5)$$

onde x = absorvância de um espectro;  $\bar{x}$  = absorvância média de todos os espectros para cada comprimento de onda e n = número de espectros.

A precisão intermediária é a tendência de um sinal dar a mesma resposta nas mesmas condições experimentais, mas não no mesmo experimento (BELLON-MAUREL et al., 1995, WOJCIECHOWSKI et al., 1998). Essas condições expressam a estabilidade do modelo em tempo real. A precisão intermediária do método foi determinada pelos espectros das soluções preparadas para a medida da repetitividade, mas com leituras no infravermelho e polarímetro em diferentes dias e foi expressa pelo coeficiente de variação (CV).

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (6)$$

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra os espectros obtidos na região do infravermelho médio (870 a 1400cm<sup>-1</sup>) para o conjunto de dados de padrões de sacarose usados na construção dos modelos de regressão.

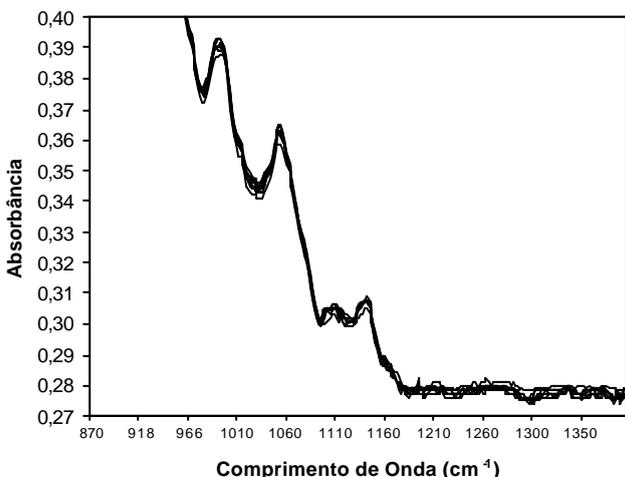


FIGURA 1. Espectros de vinte soluções de sacarose em água obtidos na região do infravermelho médio com concentrações variando de 3,3420 a 3,4108mg/100mL.

Na Figura 2, é apresentado o gráfico que determina o número de componentes principais necessários para estabelecer o modelo com aplicação da derivada segunda. A partir deste gráfico foi verificado que o valor mínimo da soma dos quadrados dos erros de previsão foi obtido com três componentes principais.

Para o sistema usando três componentes principais o valor de PRESS é mínimo, da ordem de 0,0084. O uso de um número maior de componentes principais não é conveniente, pois a capacidade de previsão do modelo cai uma vez que os valores de PRESS aumentam como pode ser visto na Figura 2.

A Tabela 2 apresenta os valores de PRESS, o coeficiente de correlação (r) para cada modelo (sem aplicação de derivada; com aplicação de derivada primeira; com aplicação de derivada segunda) e o número de componentes principais mais conveniente. Apesar do modelo usando derivada segunda apresentar o menor coeficiente de correlação e o maior PRESS, o mesmo apresentou os melhores resultados quando comparado ao método de determinação do teor de sacarose por polarimetria (Tabela 6).

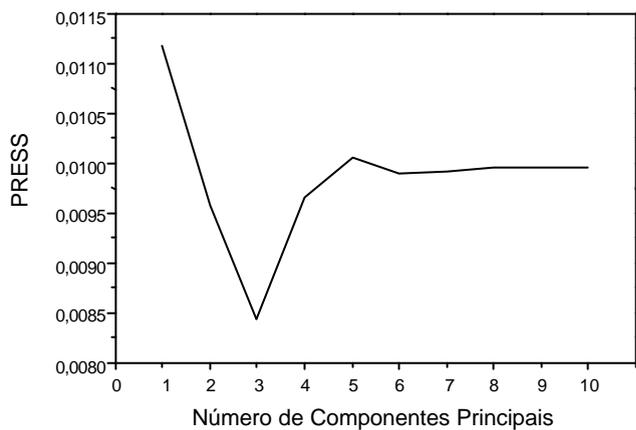


FIGURA 2. Gráfico de PRESS como função do número de componentes principais.

TABELA 2. Resultados de PRESS, coeficientes de correlação (r) e o número de componentes principais (CP) para os modelos de calibração.

Método	PRESS (g/100mL)	r	CP
Sem derivada	0,0005	0,9928	3
Derivada Primeira	0,0030	0,9896	4
Derivada Segunda	0,0084	0,9755	3

O erro-padrão de previsão do método para três componentes principais foi de 0,0206g/100mL e o valor de precisão encontrado para o método foi de 0,0411g/100mL.

SCHINDLER et al. 1998, ao analisar açúcares (glicose, frutose e sacarose) por duas técnicas de injeção em fluxo usando a espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier encontraram valores de 2,18 e 1,38mg/kg para o erro-padrão de previsão na análise de sacarose.

A Tabela 3 apresenta o quanto cada componente principal retém da variância dos dados. Com três componentes principais o modelo usando a derivada segunda explicou 38,9% da variância.

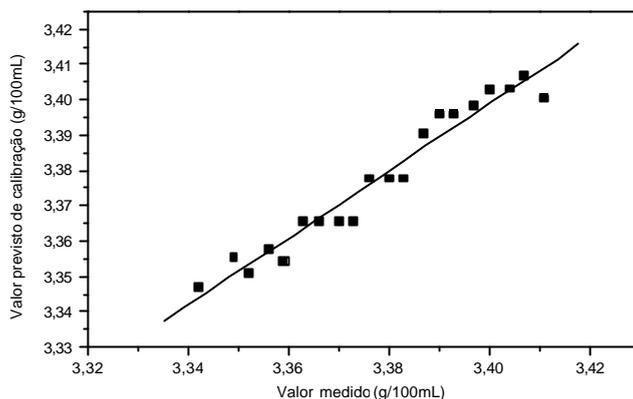
**TABELA 3.** Variância explicada pelo número de componentes principais (CP) no modelo de regressão usando derivada segunda.

CP	Porcentagem	Porcentagem acumulativa
1	7,55	7,55
2	16,06	23,62
3	15,34	38,96
4	13,25	52,22
5	4,32	56,54
6	7,22	63,76
7	7,31	71,07
8	7,07	78,14
9	4,31	82,46
10	4,72	87,18

A Figura 3 ilustra a reta de regressão obtida a partir dos dados espectrais das soluções-padrões de sacarose na etapa de calibração com a aplicação da derivada segunda. Foi verificado que os pontos apresentaram-se bem próximos à reta do gráfico com um coeficiente de correlação de 0,9755. Na Tabela 4 podem ser verificados os resíduos da calibração e de validação. O modelo de calibração apresentou baixos valores de resíduos, sendo a média igual a 0,004g/100mL, comprovando a validade do modelo criado.

A Tabela 5 apresenta os resultados da validação do melhor modelo construído, testado para seis amostras externas. As diferenças entre os valores reais e os previstos foram inferiores a 1,5% e variaram entre 0,0033 a 0,0438g/100mL.

Após a análise dos resultados com vários tratamentos de dados, sem derivada e com aplicação da derivada primeira ou derivada segunda, concluiu-se que o modelo usando a derivada segunda apresentou melhores resultados para a quantificação das amostras de açúcar cristal.



**FIGURA 3.** Reta de regressão da etapa de calibração.

**TABELA 4.** Resultados obtidos para os valores de calibração, validação e resíduos (g/100mL) para o modelo empregando a derivada segunda.

Valor real	Valor previsto de validação	Resíduo de validação	Valor previsto de calibração	Resíduo de calibração
3,4108	3,3685	0,0423	3,4004	0,0104
3,4068	3,3693	0,0375	3,4069	-0,0001
3,4038	3,3781	0,0258	3,4033	0,0005
3,3998	3,3968	0,0030	3,4030	-0,0032
3,3968	3,3962	0,0006	3,3984	-0,0016
3,3928	3,3931	-0,0003	3,3960	-0,0032
3,3898	3,3956	-0,0058	3,3960	-0,0062
3,3868	3,3851	0,0018	3,3905	-0,0036
3,3828	3,3636	0,0192	3,3776	0,0052
3,3799	3,3762	0,0037	3,3777	0,0021
3,3759	3,3795	-0,0036	3,3777	-0,0019
3,3729	3,3625	0,0103	3,3656	0,0072
3,3699	3,3635	0,0064	3,3656	0,0043
3,3659	3,3648	0,0011	3,3656	0,0003
3,3629	3,3658	-0,0029	3,3656	-0,0027
3,3589	3,3582	0,0007	3,3544	0,0046
3,3559	3,3849	-0,0290	3,3575	-0,0016
3,3519	3,3571	-0,0052	3,3509	0,0011
3,3489	3,3781	-0,0292	3,3554	-0,0065
3,3420	3,3896	-0,0476	3,3469	-0,0050

**TABELA 5.** Resultado da validação do modelo usando derivada segunda para a determinação do teor de sacarose, em g/100mL.

Valor real	Valor previsto de validação	Diferença	Erro relativo (%)
3,4108	3,3915	0,0109	0,32
3,3968	3,3935	0,0033	0,10
3,3828	3,3739	0,0089	0,26
3,3699	3,3931	-0,0232	0,69
3,3559	3,3997	-0,0438	1,31
3,3420	3,3703	-0,0283	0,85

A Tabela 6 apresenta os resultados obtidos na determinação do teor de sacarose para o melhor modelo de regressão construído usando os dados dos espectros no infravermelho e a comparação com os resultados obtidos pelo método empregando a polarimetria. As diferenças observadas foram mínimas sendo que a maior diferença foi de 0,80%, a menor de 0,03% e a média de 0,34%.

**TABELA 6.** Comparação dos resultados obtidos pelo modelo de regressão construídos a partir dos dados espectroscópicos e de polarimetria para amostras de açúcar cristal, provenientes de diferentes usinas de açúcar do Estado de São Paulo.

Usinas	Sacarose (g/100mL)		Erro relativo (%)
	Polarimetria	FT-IR/ATR	
1	99,71	99,67	0,04
2	99,67	100,06	-0,39
3	99,77	99,73	0,04
4	99,76	99,94	-0,18
5	99,70	100,18	-0,48
6	99,74	100,12	-0,38
7	99,81	99,61	0,20
8	99,80	99,76	0,04
9	99,81	100,14	-0,33
10	99,74	99,38	0,36
11	99,70	100,14	-0,44
12	99,80	99,51	0,29
13	99,80	99,91	-0,11
14	99,76	99,80	-0,04
15	99,85	99,88	-0,03
16	99,71	100,21	-0,50
17	99,78	99,81	-0,03
18	99,80	99,52	0,28
19	99,77	100,07	-0,30

Usando métodos multivariados de análise na determinação do teor de sacarose em açúcar de cana por FT-IR/ATR e polarimetria, CADET et al. (1991) obtiveram um erro relativo médio de 11,49%.

A repetitividade dos métodos avaliada para dez preparações de uma mesma amostra é apresentada na Tabela 7. Os desvios-padrão para o método usando medidas no infravermelho foram melhores em relação ao método usando as medidas polarimétricas, sendo os desvios da ordem de 0,035g/100mL. Este pequeno desvio-padrão demonstra a boa repetitividade das medidas. BELLON-MAUREL et al. (1995) determinaram os teores de glicose, maltodextrina, maltose e maltotriose por FT-IR/ATR usando métodos multivariados e obtiveram desvios entre 0,39 a 0,64g/kg em relação aos valores de referência. CADET et al. (1991) determinaram o teor de sacarose em açúcar de cana por FT-IR/ATR e polarimetria, obtendo resultados no método polarimétrico com um desvio de 1,796 % em relação aos valores de referência, enquanto o método espectroscópico apresentou um desvio de 0,334 %.

A precisão intermediária dos métodos avaliada em preparações de soluções de sacarose com medidas em três dias diferentes foi expressa em termos do coeficiente de variação (Tabela 7). Neste caso, o método polarimétrico apresentou uma melhor precisão intermediária.

**TABELA 7.** Comparação dos desvios-padrão e coeficientes de variação em uma amostra de açúcar cristal de usina, obtidos em três dias diferentes de análise, com a realização de dez repetições analíticas, utilizando as técnicas espectroscópica e polarimétrica.

Dia	Infravermelho 1		Polarimetria 2	
	Média ± DP 3	CV 4	Média ± DP 3	CV 4
Primeiro	1,63 ± 0,04	2,16	99,57 ± 0,11	0,11
Segundo	1,64 ± 0,04	2,42	99,89 ± 0,13	0,13
Terceiro	1,64 ± 0,04	2,15	99,51 ± 0,11	0,11

<sup>1</sup> Valores de reflectância obtidos no espectro de infravermelho utilizando seis comprimentos de onda diferentes. Estas medidas são adimensionais;

<sup>2</sup> Valores expressos em g/100mL;

<sup>3</sup> DP = desvio-padrão;

<sup>4</sup> CV = coeficiente de variação, em %.

## 4. CONCLUSÃO

Os resultados obtidos na determinação do teor de sacarose em açúcar de usina por FT-IR/ATR foram muito satisfatórios e apresentaram um erro-padrão de previsão igual a 0,021g/100mL.

A repetitividade do método usando espectroscopia no infravermelho foi melhor em relação ao método polarimétrico, porém a precisão intermediária do método empregando polarimetria foi melhor. A precisão do método por FT-IR/ATR foi de 0,041g/100mL.

Os resultados obtidos demonstram que o método utilizando a técnica de espectroscopia FT-IR/ATR e regressão multivariada empregando o método dos mínimos quadrados parciais (PLS) pode ser empregado na determinação do teor de sacarose em amostras de açúcar cristal com boa precisão e exatidão.

O método também pode ser adaptado para determinar outros componentes do açúcar como, por exemplo, o teor de umidade ou teor de sólidos.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ACHÁ, V., NAVEAU H., MEURENS, M. Extractive sampling methods to improve the sensitivity of FT-IR spectroscopy in analysis of aqueous liquids. **Analisis**, **26**(1):157-163, 1988.
- BAKER, D., NORRIS, K. Near-infrared reflectance measurement of total sugar content of breakfast cereals. **Appl. Spectrosc.**, **39**(4):618-621, 1985.
- BAKER, D. The determination of fiber, starch and total carbohydrate in snack foods by near-infrared reflectance spectroscopy. **Cereal Food. World**, **30**(6):389-392, 1985.
- BEEBE, K. R., PELL, R. J., SEASHOLTZ, M. B. **Chemometrics: a practical guide**. New York: John Wiley & Sons, 1998. 348p.
- BELLON-MAUREL, V., VALLAT, C., GOFFINET, D. Quantitative analysis of individual sugars during starch hydrolysis by FT-IR/ATR spectrometry. Part I: multivariate calibration study – repeatability and reproducibility. **Appl. Spectrosc.**, **49**(5):556-562, 1995.
- CADET, F., OFFMANN, B. Extraction of characteristic bands of sugars by multidimensional analysis of their infrared spectra. **Spectrosc. Lett.**, **29**(3):523-536, 1996.
- CADET, F., BERTRAND, D., ROBERT, P., MAILLOT, J., DIEUDONNÉ, J., ROUCH, C. Quantitative determination of sugar cane sucrose by multidimensional statistical analysis of their mid-infrared attenuated total reflectance spectra. **Appl. Spectrosc.**, **45**(2):166-172, 1991.
- CADET, F., ROBERT, C., OFFMANN, B. Simultaneous determination of sugars by multivariate analysis applied to mid-infrared spectra of biological samples. **Appl. Spectrosc.**, **51**(3):369-375, 1997.
- CROCOMBE, R.A., OLSON, N.L., HILLS, S.L. **Quantitative fourier transform infrared methods for real complex samples**. Philadelphia: American Society for Testing and Materials, 1987, p.95-130.
- DELENTE, J., LADENBURG, K. Quantitative determination of the oligosaccharides in defatted soy bean meal by gas-liquid chromatography. **J. Food Sci.**, **37**(1):372-374, 1972.
- DEPECKER, C., LEGRAND, P., MERLIN, J.C., SOMBRET, B. Contribution de la Réflexion Diffuse Infrarouge à l'Étude de Composés Biologiques. In: ALIX, A.J.P., BERNARD, L., MANFAIT, M. **Spectroscopy of Biological Molecules**. 2ed. Chichester: John Wiley & Sons, 1985, p.69-75.
- FERREIRA, M. M. C., ANTUNES, A. M., MELGO, M. S., VOLPE, P. L. O. Quimiometria I: Calibração Multivariada, um Tutorial. **Química Nova**, **22**: 724-731, 1999.
- GELADI, P., KOWALSKI, B. R. Partial least-squares regression: a tutorial. **Anal. Chim. Acta**, **185**:1-17, 1986.
- HEFTMANN, E. **Chromatography Reinhold**. New York: Publishing Corporation, 1971, p.573-583.
- MARDIA, K., KENT, J., BIBBY, J. **Multivariate analysis**. London: Academic Press, 1992. 518p.
- MATLAB - **The Language of Technical Computing**. version 5.1.0.421. The MathWorks Inc., 1997.
- MATSUDA, R., KANEKO, K., YAMASHITA, I. Sugar and cyclitol determination in vegetables by HPLC using postcolumn fluorescent derivatization. **J. Food Sci.**, **61**(6):1186-1190, 1996.
- MEADE, G.P., CHEN, J.C.P. **Cane Sugar Handbook**. 11ed. New York: John Wiley & Sons, 1977. 947p.
- PIROUETTE - **Multivariate Data Analysis for Windows**, version 3.02. Woodinville, 2001.
- SCHINDLER, R., WATKINS, M., VONACH, R., LENDL, B., KELLNER, R. Automated multivariate calibration in sequential injection-Fourier transform infrared spectroscopy for sugar analysis. **Anal. Chem.**, **70**(2):226-231, 1998.
- SHARAF, M.A., ILLMAN, D.L., KOWALSKI, B.R. **Chemometrics**. New York: John Wiley & Sons, 1986. 332p.
- WILLIAMS, F., NORRIS, K. **Near-Infrared Technology in the Agricultural and Food Industries**. 2ed. Minnesota: American Association of Cereal Chemists, 1990. 330p.
- WOJCIECHOWSKI, C., DUPUY, N., TA, C. D., HUVENNE, J. P., LEGRAND, P. Quantitative analysis of water-soluble vitamins by ATR-FTIR spectroscopy. **Food Chem.**, **63**(1):133-140, 1998.

