

APLICAÇÃO DA REVISÃO SISTEMÁTICA DE LITERATURA NO TEMA DE CROMATOGRAFIA GASOSA EM ANÁLISE DE ALIMENTOS



<https://doi.org/10.22533/at.ed.8901212624114>

Data de aceite: 28/01/2025

Guilherme Gonçalves Costa

Carolina Baptista Gomes

Lígia Maria Mendonça Vieira

Andréa Aparecida Ribeiro Alves

RESUMO: Este documento visou pesquisar sobre a aplicação da Revisão Sistemática da Literatura (RSL) em cromatografia gasosa (CG) e seus detectores, na área de alimentos. A busca geral contou com mais de 10 mil artigos acerca da temática, nesse sentido, restringiu-se a busca às revistas brasileiras *Química Nova* e *Journal Brazilian Chemical Society* com um total de 130 artigos. Estas revistas possuem publicações em língua portuguesa e/ou inglesa e acesso livre aos documentos. Baseando-se nos critérios de inclusão e exclusão desta pesquisa, obteve-se 26 artigos para análise e categorização. Nos resultados, criou-se cinco categorias que foram: resíduos de agroquímicos, compostos voláteis, constituintes químicos fixos, toxinas/contaminantes e subprodutos. Ao trazer a análise dos trabalhos de cada categoria observou-se a preocupação dos

autores com a segurança alimentar, além da identificação dos compostos químicos presentes nestes alimentos (frutas, leite, pães, alimentos industrializados etc), da verificação de contaminantes e subprodutos. Os autores reforçaram a cromatografia gasosa como importante técnica de análise, sobretudo o detector de espectrometria de massas que foi o mais utilizado nos artigos selecionados, sendo eficaz tanto na identificação de compostos quanto na quantificação a partir de métodos validados. Esta pesquisa teve caráter qualitativo e sua finalidade foi permitir maior compreensão e contextualização da cromatografia gasosa para aplicações em alimentos, utilizando a RSL.

PALAVRAS-CHAVE: alimentos; cromatografia gasosa; revisão sistemática de literatura; segurança alimentar.

APPLICATION OF SYSTEMATIC LITERATURE REVIEW ON THE TOPIC OF GAS CHROMATOGRAPHY IN FOOD ANALYSIS

ABSTRACT: This document aimed to research the application of the Systematic Literature Review (RSL) in gas chromatography (GC) and its detectors, in

the food area. The general search included more than 10 thousand articles on the topic, in this sense, the search was restricted to the Brazilian magazines Química Nova and Journal Brazilian Chemical Society with a total of 130 articles. These magazines have publications in Portuguese and/or English and free access to documents. Based on the inclusion and exclusion criteria of this research, 26 articles were obtained for analysis and categorization. In the results, five categories were created: agrochemical residues, volatile compounds, fixed chemical constituents, toxins/contaminants and by-products. When analyzing the work in each category, the authors' concern with food safety was observed, in addition to identifying the chemical compounds present in these foods (fruit, milk, bread, processed foods, etc.), checking contaminants and by-products. The authors reinforced gas chromatography as an important analysis technique, especially the mass spectrometry detector, which was the most used in the selected articles, being effective both in identifying compounds and in quantifying them using validated methods. This research was qualitative in nature and its purpose was to allow greater understanding and contextualization of gas chromatography for food applications, using RSL.

KEYWORDS: food; gas chromatography; systematic literature review; food security.

INTRODUÇÃO

A Cromatografia Gasosa (CG) é uma técnica analítica muito utilizada em universidades e centros de pesquisas para análise de variados compostos químicos inerentes a amostras de diversa natureza (animal, vegetal, mineral, fluídos corporais e até contaminantes) (Aquino Neto; Nunes, 2003). Além disso, a CG tem grande importância na validação de métodos quali e quantitativos devido a sua excelente exatidão e precisão. Nesse contexto os detectores tornam esta validação com bons resultados, pois alguns deles utilizam padrões do analito de interesse e outro possuem boa biblioteca em seu software com espectros de massas que, por similaridade, informam a provável fórmula molecular e massa do analito (Alves, 2014).

No que concerne aos alimentos, a CG é muito e eficaz na análise da qualidade e a da segurança alimentar, fundamentais para a garantia de saúde pública de qualidade. A análise dos alimentos tem se concentrado em detectar contaminantes e agroquímicos, que são bioacumuladores, bem como a detecção de compostos voláteis que são importantes na verificação da qualidade de sabor e aroma de inúmeros alimentos *in natura* e processados, como leite, vinhos, etc (Aquino Neto; Nunes, 2003).

Nesse sentido, ao utilizar a CG e seus detectores (principalmente o CG-EM) é possível atender a padrões regulatórios e assim oferecer maior confiabilidade aos alimentos comercializados. As aplicações da CG em matrizes alimentares incluem matrizes complexas e sua versatilidade a torna essencial no controle, monitoramento e validação de métodos analíticos eficazes para assegurar boas práticas e segurança e saúde frente ao consumo, sendo a Agência de Vigilância Sanitária (ANVISA) um dos órgãos que asseguram a qualidade dos produtos alimentícios (Collins; Braga; Bonato, 2006).

Assim, aqui se apresentou a aplicação da Revisão Sistemática de Literatura (RSL) centrado na utilização da CG em matrizes alimentares, considerando sua eficácia na detecção de compostos químicos, versando a pesquisa no *Journal of the Brazilian Chemical Society* (JBACS) e na Química Nova. Obtiveram-se nesta pesquisa 130 trabalhos, no entanto apenas 26 foram incluídos e 104 excluídos. A relevância e a justificativa deste trabalho foram à valorização da produção nacional e a contribuição da CG no avanço científico e tecnológico nacional no que se refere às análises em alimentos, trazendo a preocupação na segurança alimentar, no monitoramento de qualidade e saúde pública. Além de destacar a eficácia da CG este trabalho objetivou realizar uma pesquisa sobre a aplicação da revisão sistemática da literatura (RSL) acerca da técnica de cromatografia gasosa e na área de alimentos.

REFERENCIAL TEÓRICO

A Cromatografia Gasosa (CG) é uma técnica analítica de separação e análise de misturas de substâncias voláteis e semi-voláteis. Nela a amostra é vaporizada e inserida no sistema cromatográfico através de um fluxo de um gás de arraste. Ela se baseia na interação e distribuição diferencial dos componentes de uma amostra entre duas fases: uma fase móvel, que é um gás inerte, e uma fase estacionária, que pode ser um líquido ou um sólido (Collins; Braga; Bonato, 2006).

Segundo Collins, Braga e Bonato (2006), corroborado por Aquino Neto e Nunes (2003) o cromatógrafo gasoso é formado por diversas partes que são essenciais para um funcionamento eficaz do método. Entre elas, destaca-se o gás de arraste (hélio, nitrogênio ou hidrogênio) que é inerte e evita reações indesejadas que possam interferir na análise. Outro componente importante é o sistema injetor, que introduz a amostra no sistema, onde é vaporizada garantindo que entre na coluna na fase gasosa.

As amostras alimentícias, em geral apresentam os componentes de interesse (analitos) na forma líquida. Nesse sentido na injeção deste material no CG podem ser utilizadas por uso de microseringas, na forma manual ou automática. Aquino Neto e Nunes (2003) informam que usando microseringas o método tende a ser bem reprodutível, mas que se deve verificar quando houver repetidas injeções, para que o septo que está no injetor não provoque vazamentos e instabilidades na linha de base do cromatograma.

Um cromatógrafo gasoso possui no forno a coluna cromatográfica, que tem a função de otimizar a separação dos componentes da amostra. A coluna cromatográfica pode ser recheada ou capilar, dependendo da aplicação específica e das características da amostra, e a eficiência da separação pode ser controlada pelo forno, que mantém a temperatura ideal para a volatilização dos componentes (Collins; Braga; Bonato, 2006). O tipo e o material da coluna dependem da afinidade entre ela e os analitos, uma vez que a escolha deve levar em consideração as interações que ocorrem no que tange aos aspectos intermoleculares e de polaridade (Aquino Neto; Nunes, 2003).

Estes autores ainda relatam que o detector é onde os analitos são detectados, gerando um sinal elétrico que é proporcional à quantidade de cada analito na amostra, esse sinal é amplificado e registrado num sistema de dados que coleta, processa e apresenta os resultados em forma de cromatograma (Aquino Neto; Nunes, 2003).

Os detectores na cromatografia gasosa (CG) são dispositivos essenciais para a identificação e quantificação dos componentes que são separados ao longo da coluna cromatográfica. A escolha do detector depende da natureza dos analitos e da sensibilidade desejada. *Alwsci Technologies* (2022) define os detectores em destrutivos e não destrutivos. Os destrutivos são aqueles que dificultam ou impossibilitam a recuperação da amostra, são os detectores: ionização de chama (DIC), fotométrico de chama (DPF), nitrogênio e fósforo (DNF), espectrômetro de massa (EM), e emissão atômica (DEA), entre outros. Já os detectores não destrutivos são aqueles em que há a recuperação mais simples e eficaz da amostra, são os detectores: condutividade térmica (DCT), captura de elétrons (DCE), fotoionização (DFI), e olfatométrico (DO).

Alguns detectores são mais comumente utilizados na análise de alimentos e explanou-se a seguir um pouco sobre eles (Collins; Braga; Bonato, 2006):

- Detector por ionização em chama (DIC) é um dos mais amplamente utilizados na cromatografia gasosa devido à sua alta sensibilidade e ampla faixa linear. É considerado um detector universal, ele funciona pela ionização dos compostos orgânicos ao passarem por uma chama de hidrogênio/oxigênio. Os íons formados produzem uma corrente elétrica proporcional à quantidade de analito presente, permitindo sua quantificação. Este detector é especialmente eficaz para a detecção de hidrocarbonetos e compostos orgânicos voláteis;
- Detector de condutividade térmica (DCT) é um dos detectores mais universais na cromatografia gasosa, pois pode detectar praticamente qualquer substância, responde bem a compostos orgânicos e inorgânicos. Ele opera medindo a mudança na condutividade térmica do gás de arraste quando os componentes da amostra passam por um filamento aquecido. A variação da condutividade térmica altera a temperatura do filamento, que por sua vez muda sua resistência elétrica, gerando um sinal proporcional à concentração do analito;
- Detector por captura de elétrons (DCE) é altamente seletivo e sensível, sendo ideal para a detecção de compostos que contenham halogênios, nitrogrupos, ou outros grupos eletronegativos, como os fosforados. O ECD opera capturando elétrons em um campo de radiação, onde a corrente de elétrons é reduzida quando os analitos capturam esses elétrons. Esta redução na corrente é proporcional à concentração do analito, permitindo sua detecção;
- O detector de fotometria de chama é específico para a detecção de compostos contendo enxofre e fósforo. Funciona medindo a luz emitida em comprimentos de onda específicos quando os compostos são excitados em uma chama. Este detector é amplamente utilizado em análises ambientais, alimentares e petroquímicas para a detecção de pesticidas, herbicidas e outros compostos organossulfurados e organofosforados;

- O detector por espectrometria de massas é uma combinação poderosa que fornece não apenas a separação cromatográfica, mas também a identificação estrutural dos componentes. Após a separação na coluna, os compostos são ionizados e fragmentados no espectrômetro de massas, gerando um espectro de massas característico para cada substância, permitindo sua identificação e quantificação com alta precisão (Collins; Braga; Bonato, 2006).

Segundo Alves (2010) quando os cromatogramas são gerados, os picos relativos aos analitos podem ser identificados através de uma biblioteca no *software* do CG-EM que armazena os espectros de massas, que auxiliam na identificação do analito por semelhança dos picos dos cromatogramas. Essas bibliotecas são bancos de dados com vários espectros de massas padrões, e as bibliotecas mais usadas estão a *NBS*, *Wiley* e a *NIST*.

A Cromatografia Gasosa (CG) tem sido amplamente utilizada em diversos campos, como na química analítica, na biologia, na toxicologia e controle de qualidade ambiental e de alimentos, destacando-se pela sua alta resolução, sensibilidade e rapidez na análise de compostos voláteis e semi-voláteis (Collins; Braga; Bonato, 2006).

Weiss (2004) realizou pesquisa envolvendo a CG para análise de compostos orgânicos voláteis (COVs) em diferentes matrizes ambientais para detecção de poluentes em amostras de ar e água. Este estudo evidenciou a importância da CG na análise de amostras complexas, possibilitando a identificação de compostos em níveis traço. Outro trabalho utilizando a CG foi a análise de agrotóxicos em frutas e seus derivados. Alves (2010; 2014) utilizaram a CG acoplada à espectrometria de massas (CG-EM) para a determinação de agrotóxicos organoclorados em óleos essenciais cítricos e em sucos de uva, respectivamente, demonstrando a eficácia da técnica na identificação e quantificação desses compostos, mesmo diante das dificuldades impostas pelo efeito matriz, que podem interferir na seletividade e sensibilidade do método.

Na indústria de alimentos e bebidas, a CG desempenha um papel crucial em vários seguimentos/setores. Segundo Masini (2005), essa técnica é essencial para o controle de qualidade, permitindo a análise precisa e sensível de diferentes componentes, como vitaminas, minerais, açúcares, ácido orgânico e conservante. Além disso, a CG é amplamente aplicada em estudos de validação de métodos analíticos. A validação é fundamental para garantir a precisão e exatidão dos resultados, especialmente em análises que envolvem matrizes complexas. Métodos validados com CG são frequentemente utilizados em laboratórios de pesquisa e na indústria, assegurando a conformidade com os padrões de qualidade estabelecidos (Haddad; Jackson, 1990).

A Revisão Sistemática da Literatura (RSL) é uma metodologia rigorosa para coletar, analisar e sintetizar estudos sobre uma questão específica de pesquisa. Diferentemente das revisões narrativas, a RSL minimiza vieses ao adotar procedimentos sistemáticos, promovendo maior confiabilidade e validade nos resultados (Higgins; Green, 2011). É amplamente utilizada em áreas como saúde, ciências sociais e educação devido à sua capacidade de fornecer uma visão abrangente e confiável sobre um tema (Moher *et al.*, 2009).

As principais etapas de uma RSL incluem: 1. formulação da questão de pesquisa; 2. seleção de bases de dados e fontes; 3. definição de estratégias de busca; 4. triagem de estudos relevantes; 5. extração e sistematização de dados; 6. análise e síntese dos resultados e 7. divulgação e 8. reflexão sobre os resultados.

A última etapa é a divulgação dos resultados, garantindo a transparência dos métodos e a clareza na apresentação dos achados, além de breve reflexão para destacar as principais contribuições da revisão, apontar limitações e sugerir direções para futuras pesquisas (Moher *et al.*, 2009). Para Higgins e Green (2011) os benefícios da RSL são maior rigor metodológico, pois garante que cada decisão seja fundamentada e alinhada aos objetivos da pesquisa; redução de vieses, pois por meio de equipes, minimiza influências subjetivas, facilitando a montagem de categorizações; e resultados mais relevantes, o que facilita a aplicação prática e teórica dos achados.

METODOLOGIA

O estudo foi delineado como uma pesquisa exploratória, buscando investigar e descrever as diversas aplicações da cromatografia gasosa na área de alimentos. De acordo com Gil (2008), a pesquisa exploratória tem como principal objetivo proporcionar maior familiaridade com o problema, com vistas a torná-lo mais explícito ou a construir hipóteses.

Lakatos e Marconi (2010) afirmam que a revisão de literatura é interessante na pesquisa científica, pois permite ao pesquisador identificar o estado da arte sobre o tema estudado. Então se seguiu os passos da RSL onde na Etapa 1 utilizaram-se a pergunta norteadora *‘Quais as aplicações da cromatografia gasosa?’* De posse desta informação, escolheu-se uma aplicação de grande impacto à população, sendo neste caso, escolhido a temática dos alimentos, então outra pergunta foi inserida para nortear e filtrar a pesquisa *‘Quais as aplicações em matrizes alimentares?’* e busca se deu no *Google Acadêmico*.

Na etapa 2, refinaram-se a busca na base de dados da *Scielo Brasil* (disponível em <https://www.scielo.br/>) e escolheu-se duas revistas brasileiras da Sociedade Brasileira de Química (SBQ): a revista Química Nova (QN) (disponível em <https://quimicanova.s bq.org.br/>) e a *Journal of the Brazilian Chemical Society* (JBCS) (disponível em <https://jbcs.s bq.org.br/>). As duas revistas recebem artigos da comunidade acadêmica brasileira e dos países da América do Sul. Essa escolha ocorreu devido à importância de valorizar publicações em revistas nacionais com impacto importante para a produção científica e tecnológica no País, além de maior acessibilidade por conter artigos e trabalhos na língua portuguesa no caso da QN, e a JBCS, com textos em língua inglesa, promovendo maior abrangência dos artigos ao público estrangeiro. Na busca no *site* das revistas escolhidas, a pesquisa se deu utilizando filtro com as palavras ‘cromatografia gasosa’ e ‘alimentos’, na QN, e ‘*gas chromatography*’ e ‘*food*’, na JBCS.

Na etapa 3, seleção dos artigos, foram utilizados critérios para inclusão e para exclusão. Os critérios de inclusão consideraram-se os artigos que envolviam a cromatografia gasosa em alimentos, como: composição de compostos voláteis, análise de agrotóxicos, nível de açúcares, contaminantes, entre outros. Os critérios de exclusão levaram em consideração àqueles que traziam informações acerca da técnica, comparativos entre

técnicas cromatográficas, ou que não envolviam matrizes alimentares. Na Etapa 4, a extração dos dados, foram realizadas a leitura, na íntegra, dos artigos incluídos na RSL, para extração de informações como condições cromatográficas, matriz alimentar, vertente em foco, resultados apresentados pelos autores.

Na Etapa 5, avaliação da qualidade metodológica, realizaram-se uma análise dos dados em consonância com os resultados e discussões apresentados pelos autores, e na Etapa 6, síntese dos dados (metanálise) buscaram-se criar categorias para a posterior discussão e comparação de artigos. Nesta pesquisa criaram-se as categorias: agrotóxicos; voláteis; e outros.

Por fim, as Etapas 7 (avaliação da qualidade das evidências) e 8 (redação e publicação dos resultados) foram aglutinadas de forma a trazer análise acerca dos resultados, buscando extrair *insights* relevantes para a discussão e conclusões sobre a aplicação da CG em alimentos.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para a verificação da aplicação da Revisão Sistemática de Literatura (RSL) realizou-se as etapas descritas na metodologia. A Etapa 1 partiu-se do questionamento ‘*Quais as aplicações da cromatografia gasosa?*’ e após intensa observou-se grande número de trabalhos com cerca de 46,5 mil resultados no *Google Acadêmico*. Após esta constatação, fez-se o questionamento ‘*Quais as aplicações em matrizes alimentares?*’ e observou-se que cerca de 10 mil trabalhos utilizando-se da cromatografia gasosa em matrizes alimentares (frutas, leite, industrializados, água, bebidas etc). A cromatografia gasosa é ótima técnica para análise em alimentos, sendo utilizado por Lima *et al* (2018) para verificação de resíduos de agroquímicos em ervas aromáticas e por Alves (2014) para análise de compostos voláteis e não voláteis em sucos de uva.

Após esta verificação, iniciou-se a Etapa 2 da RSL limitando a busca na base de dados da *Scielo* Brasil, e refinando a busca às revistas brasileiras Química Nova (QN) e *Journal of the Brazilian Chemical Society* (JBCS) e filtrando utilizando as palavras-chave pontuadas na metodologia. Como resultado dessa busca obteve-se 74 artigos na JBCS e 56 na QN, totalizando 130 trabalhos.

A partir deste quantitativo de artigos iniciou-se a Etapa 3, que foi a seleção dos trabalhos, verificando os critérios de inclusão e exclusão já citados na metodologia. Neste sentido, incluiu-se 19 artigos da JBCS e 7 da QN. Os demais trabalhos, sendo 55 artigos da JBCS e 49 da QN, foram excluídos porque traziam informações de cunho técnico, avanços do equipamento e seus componentes (coluna, septo etc), além de comparações entre técnicas cromatográficas, e/ou os trabalhos não eram em matrizes alimentares (mesmo utilizando o filtro de alimentos). Assim, finalizamos a Etapa 3 com um total de 26 artigos válidos.

As Etapas 4 a 6 da RSL foram realizadas, na sequência de extração dos dados (leitura e retirada de informações cromatográficas, matriz alimentar, vertente em foco, resultados), a avaliação da qualidade metodológica (análise dos dados dos resultados apresentado pelos autores) e a síntese dos dados (para a posterior criação de categorias). As especificações destes artigos encontram-se na Tabela 1.

A	RE-VISTA	Nº	VOL	ANO	TÍTULO	MATRIZ	TIPO DE CG	FOCO DA ANÁLISE
J1	JBCS	2	17	2006	<i>Gas Chromatography - Mass Spectrometry Determination of Trichothecene Mycotoxins in Commercial Corn Harvested in the State of São Paulo, Brazil</i>	80 amostras de milho	CG - Espectrometria de massas	Investigou-se a incidência de desoxinivalenol (DON), nivalenol (NIN), diacetoxiscirpenol (DAS) e toxinas T-2 (T2) e HT-2 (HT2)
J2	JBCS	10	20	2009	<i>Solid Phase Microextraction - Gas Chromatography for the Evaluation of Secondary Lipid Oxidation Products in Chicken Patties during Long-Term Storage</i>	Hambúrgues de frango cru e grelhado	CG - Ionização em chama	Formação de hexanal, pentanal e malonaldeído
J3	JBCS	3	21	2010	<i>Multiresidue Determination of Pesticides in Carrots using Pressurized Liquid Extraction and Gas Chromatography with Mass Spectrometry Detector</i>	Cenouras Liofilizadas	CG- Espectrometria de massas	Determinação de resíduos de agrotóxicos
J4	JBCS	3	21	2010	<i>Determination of Polychlorinated Biphenyls in Brazilian Breast Milk Samples using Solid-Phase Microextraction and Gas Chromatography-Electron Capture Detection</i>	Leite materno	CG- Captura de elétrons	Determinação de bifenilas policloradas
J5	JBCS	3	21	2010	<i>Validation of the Determination of Fatty Acids in Milk by Gas Chromatography</i>	Amostras comerciais de leite	CG - Ionização em chama	Análise de ésteres metílicos de ácidos graxos
J6	JBCS	6	21	2010	<i>A New Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC-MS) Method for the Multiresidue Analysis of Pesticides in Bread</i>	Pães	CG - Espectrometria de massas	Desenvolver um método para a determinação de 15 pesticidas em pão
J7	JBCS	9	22	2011	<i>Determination of Pesticide Residues in Tomato using Dispersive Solid-Phase Extraction and Gas Chromatography/Ion Trap Mass Spectrometry</i>	Tomates	CG - Espectrometria de massas	Determinação de seis pesticidas (buprofezin, carbofurano, α-endossulfan, β-endossulfan, sulfato de endossulfan e monocrotofos)
J8	JBCS	2	23	2012	<i>Influence of Tomato Components in the Quantification of Four Pesticides by Gas Chromatography</i>	Tomates	CG - Captura de elétrons	Quantificação do aumento da resposta cromatográfica para quatro pesticidas em extratos orgânicos de tomate
J9	JBCS	2	25	2014	<i>Characterization and Quantification by Gas Chromatography of Free Steroids in Unsaponifiable Matter of Vegetable Oils</i>	Óleos Vegetais	CG - Ionização em chama/ Espectrometria de massas	Caracterização e Quantificação de Esteroides Livres em Matéria Insaponificável de Óleos Vegetais
J10	JBCS	8	25	2014	<i>Multiresidue Determination of Pesticide Residues in Honey by Modified QuEChERS Method and Gas Chromatography with Electron Capture Detection</i>	Mel	CG - Captura de elétrons	Determinar resíduos de pesticidas em mel
J11	JBCS	8	25	2014	<i>Influence of Ripening Stages of Tomatoes in the Analysis of Pesticides by Gas Chromatography</i>	Tomate	CG - Captura de elétrons	Determinar a Influência dos Estágios de Maturação de Tomates na Análise de Pesticidas por Cromatografia Gasosa
J12	JBCS	10	26	2015	<i>Application of Bar Adsorptive Microextraction-Large-Volume Injection-Gas Chromatography-Mass Spectrometric Method for the Determination of Trace Levels of Agrochemicals in Real Matrices</i>	Matrizes ambientais de água e vinho	CG - Espectrometria de massas	Determinar níveis de traços de diferentes classes de agroquímicos
J13	JBCS	7	26	2015	<i>Characterization of the Volatile Profile of Brazilian Moscatel Sparkling Wines Through Solid Phase Microextraction and Gas Chromatography</i>	Vinhos espumantes Moscatel	cromatografia gasosa bidimensional com Espectrometria de massas	Caracterizar o perfil volátil de vinhos espumantes Moscatel

J14	JBCS	9	27	2016	<i>Evaluation of QuEChERS Sample Preparation and Gas Chromatography Coupled to Mass Spectrometry or the Determination of Pesticide Residues in Grapes</i>	Uva	CG - Espectrometria de massas	Determinação de pesticidas em amostras de uva
J15	JBCS	1	28	2017	<i>Determination of Volatile Organic Compounds in Andean Tomato Landraces by Headspace Solid phase Microextraction-Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i>	Tomates	CG - Espectrometria de massas	Determinar compostos orgânicos voláteis em variedades locais de tomate andino
J16	JBCS	5	29	2018	<i>Determination of Target Pesticide Residues in Tropical Fruits Employing Matrix Solid-Phase Dispersion (MSPD) Extraction Followed by High Resolution Gas Chromatography</i>	Frutas tropicais: banana, manga, melão, mamão e abacaxi	CG - Captura de elétrons	Determinar resíduos de pesticidas nas seguintes frutas tropicais
J17	JBCS	7	30	2019	<i>Fatty Acid Determination in Fermented Milk Samples Employing Direct Esterification and Gas Chromatography</i>	Amostras de Leite fermentado	CG - Ionização em chama	Determinação de ácidos graxos (AG) em amostras de leite fermentado
J18	JBCS	3	31	2020	<i>Evaluation of α- and β-Endosulfan Residues in Teas and Yerba Mate Infusions by Bar Adsorptive Microextraction and Large Volume Injection-Gas Chromatography</i>	Chás e infusões de erva-mate	CG - Espectrometria de massas	Analisar α - e β -endossulfan em chás e infusões de erva-mate (resíduos de pesticidas)
J19	JBCS	3	34	2023	<i>Low-Temperature Partitioning: A Simple Screening Method for Determining Diethylene Glycol in Beer by Gas Chromatography</i>	Cerveja	CG - Ionização em chama/ Espectrometria de massas	Desenvolver um método para a determinação de dietilenoglicol em cervejas
Q1	QN	1	20	1997	Aplicação da Cromatografia por Exclusão e da Cromatografia Gasosa de Alta Resolução na Análise do Café	Café	CG - Ionização em chama	Analisar compostos que atestem a qualidade do café
Q2	QN	1	22	1999	Principais Substâncias Responsáveis pelo Aroma de Mangas Comerciais Brasileiras Identificadas por Cromatografia Gasosa de Alta Resolução/Olfatometria/ Espectrometria de Massas	Mangas	GG - Olfatométrico	Identificação dos voláteis responsáveis pelo aroma em mangas
Q3	QN	8	31	2008	Determinação de isotiocianato de benzila em Carica papaya utilizando cromatografia gasosa com detectores seletivos	Mamão (<i>Carica papaya</i>)	CG - Nitrogênio e fósforo/ Fotométrico de chama	Quantificação de isotiocianato de benzila (BITC)
Q4	QN	1	32	2009	Análise de resíduos de agrotóxicos em tomates empregando dispersão da matriz em fase sólida (DMFS) e cromatografia gasosa	Tomates	CG - Captura de elétrons	Analisar resíduos de clorpirifós, λ -cialotrina, cipermetrina e deltametrina em tomates
Q5	QN	1	33	2010	Otimização e validação intralaboratorial de método para análise de resíduos de cloranfenicol em leite caprino por cromatografia gasosa com detecção por captura de elétrons (CG/DCE)	Leite de cabra	CG - Captura de elétrons	Otimização e validação de metodologia analítica para determinação de resíduos de cloranfenicol em leite de cabra por GC/ ECD
Q6	QN	1	37	2014	Cromatografia gasosa-espectrometria de massas e derivatização assistida por micro-ondas na identificação de isômeros de glicose: uma prática para o ensino avançado em análise e caracterização de compostos orgânicos	Glicose	CG - Espectrometria de massas	Identificar isômeros de glicose
Q7	QN	10	37	2014	Cromatografia gasosa quiral na resolução de enantiômeros envolvidos em flavours de frutas	Flavours de frutas	CG Quiral / Espectrometria de massas	Análise de enantiômeros envolvidos em flavours de fruta

Tabela 1 – Especificações dos artigos deste trabalho: código, revista, nº, volume, ano, título, matriz, tipo de CG e foco de análise
Fonte: Próprio Autor, 2024.

Os artigos foram codificados, sendo aqueles da JBCS denotados de J1 a J19, e da QN, de Q1 a Q7, conforme Tabela 1. A partir desta codificação realizou-se a categorização vinculando a finalidade da análise dos alimentos. Nesse contexto obtiveram-se cinco categorias, a saber: resíduos de agroquímicos, com 11 trabalhos, compostos voláteis, com 4, constituintes químicos fixos, e toxinas/contaminantes com 4 trabalhos/cada, e subprodutos com 3. Na Tabela 2 encontram-se informações acerca desta categorização.

CATEGORIAS	CÓDIGOS DOS ARTIGOS (Tabela 1)
Resíduos de agroquímicos	J3, J6, J7, J8, J10, J11, J12, J14, J16, J18, Q4
Compostos voláteis	J13, J15, Q2, Q7
Constituintes Químicos Fixos	J5, J9, J17, Q1
Compostos toxinas/contaminantes	J1, J4, J19, Q5
Subprodutos	J2, Q3, Q6

Tabela 2 – Artigos incluídos na RSL divididos em categorias quanto à finalidade da análise dos alimentos

Fonte: Próprio Autor, 2024.

Pode-se observar pela Tabela 2 que a maioria dos trabalhos refere-se à análise de resíduos de agroquímicos em alimentos, e se considerarmos aqueles que envolvem toxinas/contaminantes chega-se a 53% do total de artigos. A preocupação com a segurança alimentar vem sendo pesquisada em todo o mundo desde o advento dos agroquímicos na lavoura e na produção de derivados alimentícios (Alves, 2014). Segundo Alves (2010, p. 115) para mensurar o valor de resíduos em matrizes alimentícias o “*Codex Alimentarius* e a Agência de Vigilância Sanitária – ANVISA - estipulam valores de resíduos de agroquímicos permitidos em qualquer cultura e alimento, são chamados de limite máximo de resíduos (LMR)”, ainda segundo a autora “não há valores de LMR para o agroquímico paration metílico na cultura de cítricos, logo a presença dele é ilegal”.

Segundo Pizzutti (2006) e Simpson (2000), o CG-EM é muito utilizado na análise de alimentos, seja de compostos voláteis, seja de resíduos de agroquímicos. Essa técnica consegue verificar compostos a nível traços, e possui alta sensibilidade, além de ser rápida quando se deseja identificar analitos de interesse. Ressalta-se que não há um detector específico para uma análise de uma amostra, mas que a escolha depende da natureza dos analitos, da sensibilidade, da quantidade mínima detectável, da finalidade da análise (quantificação, validação de métodos etc).

A fase final desta RSL são as Etapas 7 (avaliação da qualidade das evidências) e 8 (redação e publicação dos resultados) que foram unidas a fim de elencar reflexões e análise crítica acerca dos trabalhos selecionados nesta pesquisa no que concerne à aplicação da CG em alimentos.

A primeira categoria foi “Resíduos de Agroquímicos”, o qual foram verificados 11 artigos que tratavam sobre resíduos de agroquímicos (entende-se aqui os termos agrotóxicos, pesticidas etc), que são os artigos codificados J3, J6, J7, J8, J10, J11, J12, J14, J16, J18, Q4. Resíduos de agroquímicos são, segundo o Agro Estadão (2021, s.p.):

(...) resquícios de substâncias que permanecem em alimentos e no meio ambiente após a aplicação de defensivos agrícolas. O conceito se aplica também a derivados desses insumos, resultado da conversão, degradação ou impurezas geradas pelo processo de aplicação de agroquímicos. (...) A legislação brasileira estabelece que um Limite Máximo de Resíduos (LMR) permitidos em alimentos, que varia para cada cultura. Esse conceito leva em conta a quantidade de ingestão diária aceitável, considerando também o acúmulo por toda a vida, que não oferece riscos para a saúde humana, de acordo com pesquisas realizadas.

O artigo J3 “*Multiresidue Determination of Pesticides in Carrots using Pressurized Liquid Extraction and Gas Chromatography with Mass Spectrometry Detector*” de Abad *et al.* (2010) analisaram 14 agroquímicos em duas amostras de cenoura liofilizadas, utilizando CG com detector de espectrometria de massas. Os autores fizeram validação de método para multirresíduos e variadas limpezas de matriz – *cleanup* (usando microextração em fase sólida – MEFS - de fases estacionárias C18, XAD-4, XAD-7, Florisil e Sulfato). Os autores tiveram bom resultados com MEFS C18 (fase octadecilsiloxano) e Celite encontrando valores de recuperação de 70-133%. Agroquímicos como deltametrina e captan apresentaram valores acima do permitido pela União Europeia, e não são permitidos pela ANVISA.

No artigo J6 “*A New Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC-MS) Method for the Multiresidue Analysis of Pesticides in Bread*” de Kolberg *et al.* (2010) também utilizaram a CG-EM para análise de 15 agroquímicos em pães. Os autores ressaltaram que método foi “adequado, sensível e altamente seletivo para a análise de multirresíduos de pesticidas em pão” (p. 1065). Utilizaram o método QuEChERS (rápido, fácil, barato, eficaz, robusto e seguro) e sorvente C18 e o método validado pelos pesquisadores foi aplicado em duas amostras comerciais e obtiveram resíduos de pirimifos-metil e fenitroton que são permitidos em grãos de trigo.

No artigo J7 “*Determination of Pesticide Residues in Tomato using Dispersive Solid-Phase Extraction and Gas Chromatography/Ion Trap Mass Spectrometry*” de Andrade *et al.* (2011) foram analisados, em tomates, utilizando CG-EM, investigação de seis agroquímicos: buprofezina, carbofurano, α -endossulfan, β -endossulfan, sulfato de endossulfan e monocrotofos. Os autores também utilizaram o método QuEChERS com extração líquido-líquido em acetonitrila, a adição de $MgSO_4$ e $NaCl$, e a extração em fase sólida dispersiva com amina primária secundária, e utilizando CG-EM. Com o método validado, relatam que não detectaram resíduos de agroquímicos nas 33 amostras de tomate utilizados no estudo.

Em J8 “*Influence of Tomato Components in the Quantification of Four Pesticides by Gas Chromatography*” de Pinho *et al.* (2012) analisaram quatro amostras de extratos orgânicos de tomate, utilizando CG-DCE e extração sólido-líquido com purificação em baixa temperatura (ESL-PBT) para os agroquímicos clorpirifós, I-cialotrina, cipermetrina e deltametrina. Os autores comentaram sobre influência da matriz no aumento da resposta dos piretróides. Um dos pontos importantes do CG-DCE é que é preciso utilizar padrões dos agroquímicos para a validação e análise dos resíduos, pois este não possui uma biblioteca de identificação como o detector de espectrometria de massas (Alves, 2010).

O artigo J10 “*Multiresidue Determination of Pesticide Residues in Honey by Modified QuEChERS Method and Gas Chromatography with Electron Capture Detection*” de Orso *et al.* (2014) analisaram 24 agroquímicos de classes diferentes em amostras de mel oriundos do Rio Grande do Sul, utilizando CG-DCE e QuEChERS. Os autores relatam boa sensibilidade do método validado e ainda informaram que a técnica é bem mais adequada do que a CG-EM, pois não sofre as interferências dos açúcares do mel (devido ao QuEChERS e ao uso de padrões dos analitos de interesse). Em amostras reais observaram a ocorrência de resíduos com altas concentrações, mesmo sendo apenas 12 amostras, observaram que estes agroquímicos estão relacionados às substâncias aplicadas nas culturas próximas às colmeias.

O artigo J11 “*Influence of Ripening Stages of Tomatoes in the Analysis of Pesticides by Gas Chromatography*” de Souza *et al.* (2014), é do mesmo grupo de pesquisa do J8, e analisaram cinco agroquímicos em extratos orgânicos de tomates, utilizando CG-DCE e ESL-PBT. Segundo os autores (2014, p. 1431) os “resultados indicam que o efeito produzido pela matriz de tomate está correlacionado com a presença de licopeno e β -caroteno em extratos orgânicos”, o que gerou aumento na identificação dos resíduos de clorpirifós, deltametrina e clorotalonil, facilmente observados e calculados a partir dos padrões puros dos agroquímicos.

J12 “*Application of Bar Adsorptive Microextraction-Large-Volume Injection-Gas Chromatography-Mass Spectrometric Method for the Determination of Trace Levels of Agrochemicals in Real Matrices*” de Bernarda *et al.* (2015) que analisaram agroquímicos de diferentes classes em vinhos e água, utilizando CG-EM. Para a validação, os autores obtiveram rendimento de 55 a 105% (decorrentes de erros de análise, efeito de matriz etc), e ressaltaram ainda que a técnica apresenta boa robustez, alta sensibilidade e seletividade para níveis traços como para resíduos de agroquímicos. O estudo utilizou monitoramento seletivo de íons (MSI) no CG-EM o que aumentou a seletividade pois utilizaram íons característicos dos agroquímicos em análise, tal informação também foi informada por Alves (2010; 2014).

Em J14 “*Evaluation of QuEChERS Sample Preparation and Gas Chromatography Coupled to Mass Spectrometry for the Determination of Pesticide Residues in Grapes*” de Volpatto *et al.* (2016) que analisaram amostras de uva utilizando CG-EM/MSI e QuEChERS utilizando sorvente Florisil para *cleanup*, para verificação de 19 agroquímicos das classes inseticida e fungicida. O método validado pelos pesquisadores foi aplicado em 10 amostras reais, sendo identificado resíduo de ciprodinil em duas amostras de uvas. Vale ressaltar que os autores informaram que este composto não é autorizado pelos órgãos competentes brasileiros.

J16 “*Determination of Target Pesticide Residues in Tropical Fruits Employing Matrix Solid-Phase Dispersion (MSPD) Extraction Followed by High Resolution Gas Chromatography*” de Freitas, Serafim e Lanças (2018) trabalharam com frutas tropicais (banana, manga, melão, mamão e abacaxi) utilizando MEFS (C18, sílica gel e acetato

de etila) e CG-DCE para análise de cinco agroquímicos organofosforados (clorotalonil, diazinon, dimetoato, fenitroton e paration metílico). Os autores informam que todos os valores de LMR permitidos nas culturas das frutas da pesquisa estavam bem abaixo dos limites de detecção e quantificação do método, não sendo observado resíduo dos agroquímicos. Enfatizam que “a análise de resíduos de pesticidas requer técnica que seja sensível, seletivo, exato, preciso, barato e aplicável ao maior número possível de compostos, com poucas etapas de extração e limpeza” (p. 1141), mostrando que as técnicas CG-DCE e MEFS foram satisfatórias para esta análise.

Em J18 “*Evaluation of α - and β -Endosulfan Residues in Teas and Yerba Mate Infusions by Bar Adsorptive Microextraction and Large Volume Injection-Gas Chromatography Mass Spectrometry*” de Santos *et al.* (2020) analisaram chás e infusões de erva mate utilizando CG-EM e Microextração Adsorptiva em Barra (μ EAB) para resíduos de α - e β -endossulfan. Os autores relataram que após a validação do método, amostras reais foram analisadas e estavam isentas de endossulfan, pois os valores estavam abaixo do LMR permitido e abaixo dos limites de quantificação do método.

O artigo Q4 “Análise de resíduos de agrotóxicos em tomates empregando dispersão da matriz em fase sólida (DMFS) e cromatografia gasosa” de Pinho, Neves e Queiroz (2009), autores também de J8 e J11, analisaram extratos orgânicos de tomates, usando CG-DCE e DMFS (adsorventes C18, C8, Florisil, sílica) para análise de cinco agroquímicos. Este artigo foi precursor dos outros dois e os autores fizeram otimização da DMFS para extração dos agroquímicos, e dos eluentes mais polares para recuperação de piretroides hidrofóbicos, sendo a quantificação realizada com o uso do CG-DCE que utiliza padrões para este fim.

Após a explanação dos artigos observou-se que para a análise de resíduos de agroquímicos em alimentos é comumente utilizado a cromatografia gasosa, em especial, aquelas com os detectores de espectrometria de massas (melhor seletividade e sensibilidade) e o de captura de elétrons (simples, robusto e bom na quantificação por utilizar padrões das substâncias de análise).

Na categoria “Compostos Voláteis” foram analisados os artigos J13, J15, Q2 e Q7). Segundo a FIEPR (2012, s.p.):

Os compostos voláteis são substâncias de classes químicas presentes nos alimentos em pequenas quantidades, responsáveis pelo aroma e que contribuem para o sabor. Pequenas alterações nos compostos e suas concentrações podem levar a um aroma completamente diferente do original.

J13 “*Characterization of the Volatile Profile of Brazilian Moscatel Sparkling Wines Through Solid Phase Microextraction and Gas Chromatography*” de Nicolli *et al.* (2015) pesquisaram os compostos voláteis orgânicos (CVOs) em 23 vinhos espumantes brasileiros e italianos, do tipo Moscatel, utilizando a cromatografia gasosa bidimensional (CGxCG) com detector de espectrometria de massas e microextração em fase sólida (μ EFS), para caracterização dos compostos voláteis orgânicos, dentre eles ésteres, ácidos, álcoois e

terpenos. Os autores relataram que o CGxCG foi muito mais sensível para a identificação dos compostos voláteis do que o unidimensional (CG-EM), além de promover a verificação de compostos que co-eluem em mesmo tempo de retenção. Os componentes dos vinhos espumantes são semelhantes, com exceção de três amostras que apresentam nerol, mentol, acetato de linalol, limoneno e geraniol. A espectrometria de massas por ter bibliotecas acopladas ao detector consegue identificar maior número de compostos orgânicos (Alves, 2014).

Em J15 “*Determination of Volatile Organic Compounds in Andean Tomato Landraces by Headspace Solid Phase Microextraction-Gas Chromatography-Mass Spectrometry*” de Cortina *et al.* (2017) houve a determinação dos compostos voláteis de tomates andino (*Solanum lycopersicum* L.) e silvestre (*Solanum pimpinellifolium* L) utilizando CG-EM e μ EFS modo *headspace*. Os autores identificaram 101 metabólitos voláteis em tomate andino, sendo 21 diferentes do tomate silvestre. Um ponto interessante da CG-EM é a possibilidade de sobreposição de cromatogramas para comparação, foi o que os autores fizeram para verificação de semelhanças e diferenças entre os frutos de tomate e assim poderem realizar a análise de componentes principais (ACP) e confirmarem a diferenciação entre as espécies de tomates.

O artigo Q2 “Principais Substâncias Responsáveis pelo Aroma de Mangas Comerciais Brasileiras Identificadas por Cromatografia Gasosa de Alta Resolução/Olfatometria/ Espectrometria de Massas” de Lopes, Fraga e Rezende (1999) trata dos CVOs em seis espécies de mangas comerciais utilizando a CG- EM e o CG-O (detector olfatométrico). Os autores identificaram pelo CG-EM 32 compostos voláteis sendo terpenos e predominância de ésteres com aroma tipicamente frutal. Para mensurarem estes COVs utilizaram AEDA (*aroma extract dilution analysis*) no CG-O que tem a função de verificar a concentração mínima do nariz humano – *threshold* ou limiar de percepção do aroma, e relatam que três espécies possuem ésteres que contribuem ao aroma frutal e em outra espécie, outro éster, confere a nota frutal de maçã, além de notas verdes (monoterpenos). Pode-se observar que o uso da CG para identificação e notas de aroma é importante na indústria de alimentos e de *flavours*.

No artigo Q7 “Cromatografia gasosa quiral na resolução de enantiômeros envolvidos em *flavours* de frutas” de Porte, Porte e Oliveira (2014) que tratam dos aromas utilizando de CG-EM e quiral para análise de *flavour* em diferentes frutas (coco, laranja, maçãs, mamão etc).

Flavour é a sensação gerada a partir do cheiro, do gosto e de estímulos táteis no interior da boca provocado pelos alimentos, mas frequentemente o termo é usado como sinônimo de odor (Porte; Porte; Oliveira, 2014, p. 1670).

Os autores discutiram que a CG quiral é essencial para diferenciar enantiômeros e associada a CG-EM objetiva identificar precursores e metabólitos químicos na área de alimentos, agroquímicos, feromônios, fragrâncias etc. Ainda ressaltaram que já se conhecem mais de 10 mil COVs envolvidos nos mais diferentes *flavours* utilizados em alimentos.

Na categoria “Constituintes Químicos Fixos” verificou-se os artigos J5, J9, J17, Q1 que se referem a constituintes químicos fixos, que segundo Silva *et al.* (2019), são compostos que fazem parte da matriz, como açúcares, flavonoides, saponinas, esteroides e taninos, e que por isso sofrem variações mais sutis de uma amostra a outra, bem diferente dos CVOs que variam conforme lote, espécie, época do ano (a depender da matriz de alimentos).

No artigo J5 “*Validation of the Determination of Fatty Acids in Milk by Gas Chromatography*” de Simionatto *et al.* (2010) trataram sobre a validação de ácidos graxos em amostras comerciais de cinco diferentes lotes de leite do Paraná, utilizando CG-DIC. Os autores relatam que “(...) CG-DIC é o método mais conveniente para analisar ácidos graxos alimentares por cromatografia gasosa. Porém, a resposta do detector de ionização de chama é diferencial, (...) a magnitude do sinal é proporcional ao número de carbonos ativos” (p. 521). Os principais ácidos graxos identificados nas amostras foram: ácido palmítico, esteárico e mirístico, e com a utilização dos padrões destes constituintes químicos fixos foi possível quantificar os isômeros do ácido linoleico. O artigo J17 “*Fatty Acid Determination in Fermented Milk Samples Employing Direct Esterification and Gas Chromatography*” de Piccioli *et al.* (2019) trataram também sobre ácido graxo, mas em leite fermentado, analisando sobretudo iogurtes e seus teores de gordura, utilizando CG-DIC e CG-EM.

J9 “*Characterization and Quantification by Gas Chromatography of Free Steroids in Unsaponifiable Matter of Vegetable Oils*” de Bezerra e Antoniosi Filho (2014) trouxeram neste estudo a caracterização de esteroides em óleos vegetais (girassol, moringa, canola, palma, amendoim, algodão, etc), utilizando CG-DIC (quantificação) e CG-EM (identificação). Os autores ressaltaram que os esteroides são próprios de oleaginosas e que os resultados comprovaram grande diversidade desses constituintes químicos fixos, sendo que os óleos de milho e moringa, e óleos de babaçu, palma e canola, são aqueles com maiores e menores teores de esteroides, respectivamente.

Q1 “Aplicação da Cromatografia por exclusão e da cromatografia gasosa de alta resolução na análise do café” de Moreira, Trugo e Maria (1997) pesquisaram 6 amostras de café verde utilizando CG-EM. Os autores apontaram a presença de componentes químicos fixos como cafeína, ácido clorogênico total, trigonelina, sacarose, além de realizarem as análise sensorial e de componentes principais (ACP). Apontaram também a importância da CG-EM na identificação e na obtenção de dados importantes para elaboração do ACP e de compostos que correlacionaram as substâncias aos atributos organolépticos do café (sabor, aroma e aspectos visuais).

Na categoria “Compostos toxinas/contaminantes” obteve-se 4 artigos (J1, J4, Q5, J19) que trataram sobre compostos associados a toxinas e contaminantes em alimentos de uma forma geral. Conceitua-se:

Contaminantes são agentes biológicos, físicos ou químicos que são introduzidos no alimento de forma não intencional e que podem trazer danos à saúde da população (Brasil, 2021, s.p.)

As toxinas em alimentos são substâncias indesejáveis que podem estar presentes em certos alimentos e representar riscos à saúde humana quando consumidas em quantidades significativas (Barretto, 2023, s.p.)

Em J1 “*Gas Chromatography - Mass Spectrometry Determination of Trichothecene Mycotoxins in Commercial Corn Harvested in the State of São Paulo, Brazil*” de Milanez e Valente-Soares (2006) investigaram 80 amostras de milho do estado de São Paulo acerca da incidência de tricotecenos (desoxinivalenol, nivalenol, diacetoxiscirpenol e toxinas T-2 / HT-2), que são um grupo de substâncias tóxicas produzidas por diferentes tipos de fungos, que tem ocorrência natural em alimentos e rações, utilizando CG-EM. Os autores relataram que após a análise foram identificados valores baixos de desoxinivalenol e nivalenol, sendo que este último foi encontrado em 16 amostras investigadas.

Em J4 “*Determination of Polychlorinated Biphenyls in Brazilian Breast Milk Samples using Solid-Phase Microextraction and Gas Chromatography-Electron Capture Detection*” de Kowalski *et al.* (2010) determinaram bifenilas policloradas (BPC) em 20 amostras de leite materno, oriundos de quatro cidades brasileiras, utilizando MEFS e CG-DCE para separação e detecção das BPC, pois apresentaram boa sensibilidade para contaminantes halogenados, e CG-EM para identificação. Os autores identificaram BPC em amostras de três cidades, gerando preocupação importante, uma vez que se refere à prática de amamentação para neonatos e bebês.

J19 “*Low-Temperature Partitioning: A Simple Screening Method for Determining Diethylene Glycol in Beer by Gas Chromatography*” de Azevedo *et al.* (2023) analisaram o dietilenoglicol (DEG) em 28 amostras de cervejas utilizando CG-DIC e CG-EM. CISA (2020, s.p.) relatam que “o dietilenoglicol é utilizado por algumas produtoras de cerveja como anticongelante e para evitar que a bebida evapore, essas substâncias são de cor clara, viscosa, não têm cheiro e têm um gosto adocicado” “(...) o dietilenoglicol é ainda mais nocivo para a saúde humana”. Os autores do artigo J19 enfatizaram que DEG foi identificado em 3 amostras sendo apenas 1 delas com valores acima do limite de quantificação do método validado. Ainda informa a importância de métodos para controle de qualidade de bebidas, sobretudo a cerveja.

Q5 “Otimização e validação intralaboratorial de método para análise de resíduos de cloranfenicol em leite caprino por cromatografia gasosa com detecção por captura de elétrons (CG-DCE)” de Silva, Silva e Druzian (2010) analisaram cloranfenicol em leite caprino por CG-DCE (alta sensibilidade para compostos halogenados). Segundo os autores “o cloranfenicol (CAP) pode ser utilizado como antibiótico contra bactérias infecciosas devido ao seu amplo espectro de ação e baixo custo” (p. 90). O trabalho não encontrou resíduos nas amostras, mas considera muito importante a contínua verificação utilizando métodos validados, como este, para a segurança alimentar e saúde pública.

Na categoria “Subprodutos” foram verificados três artigos (J2, Q3, Q6) que trataram sobre subprodutos químicos a partir da matriz alimentar. Estes subprodutos químicos são compostos que são gerados a partir processos de degradação, desidratação ou reações químicas nas matrizes alimentares, que podem ser ou não benéficas aos alimentos

(Embrapa, 2016). A empresa atribui que os subprodutos “são advindos de processos industriais, utilizados no desenvolvimento de insumos, ingredientes e produtos de interesse ou não da indústria de alimentos” (p. 12).

J2 “*Solid Phase Microextraction - Gas Chromatography for the Evaluation of Secondary Lipid Oxidation Products in Chicken Patties during Long-Term Storage*” de Mariutti, Nogueira e Bragagnolo (2009) utilizaram MEFS e CG-DIC para avaliação de produtos secundários a partir da oxidação lipídica em hambúrgueres de frango. Os autores relatam que “a decomposição de hidroperóxidos lipídicos está associada à formação de uma grande variedade de aldeídos que são responsáveis pelo desenvolvimento de sabores estranhos nos alimentos sendo observado a formação de hexanal, pentanal e malonaldeído” (p. 1850).

Em Q3, “Determinação de isotiocianato de benzila em *Carica papaya* utilizando cromatografia gasosa com detectores seletivos” de Castro, Anjos e Oliveira (2008) relataram que nas plantas há a conversão de glicosinolatos (β -tioglicosídeo-N-hidroxissulfatos), por ação enzimática de mirosinases, e que são precursores dos isotiocianatos de benzila (ITB) que estão presentes em variadas espécies. Neste trabalho utilizaram 64 amostras de mamão verde: 42 da variedade formosa e 22 da variedade papaia, de cultivo convencional. Também trabalharam com 4 amostras de mamão formosa e 10 de mamão papaia, de cultivo orgânico. Utilizaram CG-DFC e CG-DNP, que são altamente seletivos e mostraram ótima faixa de detecção para ITB, que possui grupo CN em sua estrutura. Observou-se que os mamões orgânicos e convencionais tiveram 18,85 e 15,65 $\mu\text{g/g}$ de isotiocianato de benzila, mostrando valores abaixo do permitido que é 25 $\mu\text{g/g}$.

Q6 “Cromatografia gasosa – espectrometria de massas e derivação assistida por micro-ondas na identificação de isômeros de glicose: uma prática para o ensino avançado em análise e caracterização de compostos orgânicos” de Frias, Gramacho e Pineiro (2014) trouxeram em seu estudo, informações sobre a glicose, que é um subproduto oriundo de reações em frutas e cereais. Segundo os autores (p. 176) “(...) são sintetizadas pelas plantas no processo da fotossíntese, encontram-se naturalmente em diversos alimentos tais como a fruta, o leite, o mel, o grão, cereal e, evidentemente, na cana-de-açúcar”, e continuam “devido a sua larga presença em produtos naturais, e sendo que fazem parte da cadeia nutritiva de animais e humanos, eles são incorporados através de diversos processos bioquímicos nos organismos superiores”. Neste trabalho foram utilizados padrões e não amostras de alimentos, mas podem ser facilmente aplicáveis em variadas matrizes alimentares como mel, sucos, vinhos etc.

Para finalizar considera-se que a aplicação da RSL foi bem interessante porque trouxe levantamento de inúmeras utilizações da CG e seus detectores em âmbitos da matriz alimentar. Considera-se que esta pesquisa poderia ter sido mais ampla, mas para desenvolver todas as etapas do RSL de maneira satisfatória, demandaria mais tempo de leitura e escrita, para ampliar as discussões, e talvez outras revistas nacionais da área. No entanto considera-se que os objetivos foram alcançados e que esta pesquisa possa auxiliar outros pesquisadores no que tange ao uso da cromatografia gasosa em matrizes alimentares.

CONCLUSÃO

Através da análise dos 26 artigos sobre Cromatografia Gasosa (CG) observou-se que esta é uma técnica essencial para a análise de alimentos, destacando-se na identificação e quantificação de compostos químicos. A aplicação da Revisão Sistemática de Literatura (RSL) demonstrou relevância ao possibilitar a separação dos artigos em diferentes categorias de aplicação: resíduos de agroquímicos, compostos voláteis, constituintes químicos fixos, toxinas e subprodutos.

As duas revistas de âmbito nacional envolvidas neste trabalho - Química Nova (QN) e *Journal Brazilian Chemical Society* (JBCS) – evidenciaram nos artigos incluídos na pesquisa, resultados que trouxeram aplicações e eficácia da CG, na área de alimentos, especialmente quando em conjunto com detectores como a espectrometria de massas (CG-EM), que oferece alta precisão para análises em matrizes complexas. As pesquisas revisadas trouxeram análises bem importantes para o avanço da ciência e reforçam o papel da CG na verificação da segurança alimentar, permitindo identificar contaminantes em frutas, vinhos, sucos e outros alimentos, contribuindo diretamente para atender aos limites de resíduos estabelecidos por órgãos reguladores como a ANVISA.

Com a aplicação da RSL foi possível trazer informações detalhadas acerca das categorias supracitadas e mesmo a relação entre a viabilidade e eficiência das análises, além de uma análise dos resultados obtidos dos artigos trazendo *insights* relevantes de outras fontes.

Concluindo, este estudo reafirmou através da RSL, a importância da CG como ferramenta robusta no controle de alimentos, pois com os detectores universais ou seletivos, a CG auxilia no desenvolvimento de métodos mais rápidos, sustentáveis e amplos, além de explorar novas aplicações e aprimorar o monitoramento de compostos químicos, fortalecendo ainda mais sua contribuição para a segurança alimentar e saúde pública.

REFERÊNCIAS

AGRO ESTADÃO. **O que são resíduos de agrotóxicos**. 2024. Disponível em: < <https://agro.estadao.com.br/summit-agro/o-que-sao-residuos-de-agrotoxicos-e-onde-podem-ser-encontrados> > Acesso em: 18 nov. 2024.

ALVES, A. A. R. **Investigação de Resíduos de Pesticidas Organoclorados e Organofosforados em Óleos Essenciais Cítricos Nacionais Utilizando Cromatografia Gasosa Acoplada à Espectrometria de Massas**. Dissertação. Pós graduação em Química. Rio de Janeiro: UFRJ, 2010.

ALVES, A. A. R. **Determinação da composição volátil, não-volátil** e análise de resíduos de agrotóxicos em sucos de uvas integrais brasileiros. Tese. Pós graduação em Química. Rio de Janeiro: UFRJ, 2014.

ALWSCI TECHNOLOGIES. **9 tipos de detector de cromatografia gasosa**. 2022. Disponível em <<https://pt.alwsci.com/news/9-types-of-gas-chromatography-detector-62630064.html>>. Acesso em: 21 set. 2024.

AQUINO NETO, F.R., NUNES, D.S.S. **Cromatografia: princípios básicos e técnicas afins**. Rio de Janeiro: Interciência, p. 23 – 29, 2003.

BARRETTO, J.R. **Intoxicações alimentares**. Disponível em: <http://www.medicina.ufba.br/educacao_medica/graduacao/dep_pediatria/disc_pediatria/disc_prev_social/roteiros/diarreia/intoxicacoes.pdf> Acesso em: 18 nov. 2024.

BRASIL. **Contaminantes em alimentos**. 2021. Disponível em: <<https://www.gov.br/anvisa/pt-br/assuntos/alimentos/contaminantes>> Acesso em: 18 nov. 2024.

CISA - Centro de Informações sobre Saúde e Álcool. 2020. **Cerveja contaminada por dietilenoglicol: entenda os efeitos da substância para a saúde humana**. Disponível em: < <https://cisa.org.br/sua-saude/informativos/artigo/item/200-cerveja-contaminada-por-dietilenoglicol-entenda-os-efeitos>> Acesso em: 18 nov. 2024.

COLLINS, C. H.; BRAGA, G. L.; BONATO, P. S. (Orgs.). **Fundamentos de Cromatografia**. Campinas: Editora da Unicamp, 2006. p. 203-270.

EMBRAPA. **Co-produtos**, 2016. Disponível em: <<https://www.ipe.br/co-produtos>>. Acesso em: 18 nov. 2024.

FIEPR. **Embrapalança primeiro bancobrasileiro decompostos voláteis em alimentos**. 2012. Disponível em: <<https://www.fiepr.org.br/observatorios/agroalimentar/FreeComponent21871content187055.shtml>> Acesso em: 18 nov. 2024.

GIL, A. C. **Métodos e técnicas de pesquisa social**. 6. ed. São Paulo: Atlas, 2008.

HADDAD, P. R.; JACKSON, P. E. **Ion Chromatography: Principles and Applications**. Amsterdam: Elsevier, 1990.

HIGGINS, J. P. T.; GREEN, S. **Cochrane Handbook for Systematic Reviews of Interventions**. Version 5.1.0. The Cochrane Collaboration, 2011.

LAKATOS, E. M.; MARCONI, M. de A. **Fundamentos de metodologia científica**. 7. ed. São Paulo: Atlas, 2010.

MASINI, J. C. Cromatografia de íons na indústria de alimentos: estado da arte. **Química Nova**, v. 28, n. 4, p. 692-700, 2005.

MOHER, D. *et al.* Preferred Reporting Items for Systematic **Reviews and Meta-Analyses**: The PRISMA Statement. *PLoS Medicine*, v. 6, n. 7, e1000097, 2009.

SIMPSON, N. J. K. **Solid Phase Extraction – Principles, Techniques and Applications**. Varian Associates Inc. New York, p. 1 – 8, 2000.

PIZZUTTI, I.R. **Validação de Métodos Multirresíduos de Extração e Desenvolvimento de Método de Purificação por GPC, para Análise de Resíduos de Pesticidas em Soja, Utilizando GC-MS, GC-MS/MS e LC-MS/MS**. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Santa Maria, 2006.

PORTE, A.; PORTE, L.H.M.; OLIVEIRA, L.M. **Cromatografia gasosa quiral na resolução de enantiômeros envolvidos em *flavours* de frutas**. *Química Nova*. V. 37, n.10, 2014.

WEISS, J. **Handbook of Ion Chromatography**. 2nd ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2004.